

**EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI SiO_2 DARI LUMPUR
LAPINDO TERIMPREGNASI CuO SEBAGAI KATALIS REAKSI
ASILASI FENOL**

SKRIPSI



SAFFANAH JANAN

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

2022

**EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI SiO_2 DARI LUMPUR
LAPINDO TERIMPREGNASI CuO SEBAGAI KATALIS REAKSI
ASILASI FENOL**

SKRIPSI



SAFFANAH JANAN

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

2022

**EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI SiO_2 DARI LUMPUR
LAPINDO TERIMPREGNASI CuO SEBAGAI KATALIS REAKSI
ASILASI FENOL**

SKRIPSI

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

Oleh :

Saffanah Janan
081811533068

Disetujui oleh :

Pembimbing I,

Prof. Dr. Hartati, M.Si.
NIP 195911151987032002

Pembimbing II,

Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si.
NIP 199008062019032017

LEMBAR PENGESAHAN

Judul : Ekstraksi dan Karakterisasi SiO_2 dari Lumpur Lapindo
Terimpregnasi CuO sebagai Katalis Reaksi Asilasi Fenol
Penyusun : Saffanah Janan
NIM : 081811533068
Pembimbing I : Prof. Dr. Hartati, M.Si.
Pembimbing II : Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si.
Tanggal Ujian : 22 Juli 2022

Disetujui oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,


Prof. Dr. Hartati, M.Si.
NIP 195911151987032002


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 keperpustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah robbil'alamin segala puji dan syukur senantiasa penyusun panjatkan kepada Allah SWT atas segala berkat dan rahmat-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Ekstraksi dan Karakterisasi SiO_2 dari Lumpur Lapindo Terimpregnasi CuO sebagai Katalis 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. Ibu 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, S.Si., M.Si. yang telah membimbing dan memberi kesempatan untuk melaksanakan karakterisasi di Pusat Riset Kimia Maju - BRIN, Serpong.
4. Ibu Ika Fitri Ulfendrayani, S.Si., M.Si. yang telah bersedia memberikan masukan dalam melaksanakan karakterisasi di ITS.
5. Bapak Dr. Hery Suwito, 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. Abi, Umami, nenek serta adik-adik atas dukungan moril dan materi yang selalu diberikan selama penyusunan skripsi ini.
9. Hairun Nisa', Jason Patrick Lawalata, Ni'matur Rohmah, Putri Grace S. S. selaku rekan-rekan satu bimbingan yang selalu membantu, mensupport dan memberi saran serta kritik selama penyusunan naskah skripsi.

10. Prima Talentina M, Shafira Salsabila, Ulya Masliha, Melly Damara Chaniago, Anendita Nimas yang selalu mendukung dan memberi semangat serta doa selama penyusunan naskah skripsi.
11. Ilmanda Zalzabila, Alfiendya Ramadani Paramadina, Hanifah Wulandari, Ilmi Nur Safitri dan teman-teman Kimia Angkatan 2018 yang selalu memberi semangat dan bertukar pikiran selama penyusunan naskah skripsi.
12. Della Shafa Nabilah, Abyana Maheswara, Dedari Kheita, dan teman-teman fourza yang selalu yang memberi dukungan selama penulis menyelesaikan naskah skripsi ini.
13. 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, 22 Juli 2022

Penyusun,

Penulis

Janan, Saffanah, 2022, “Ekstraksi dan Karakterisasi SiO₂ dari Lumpur Lapindo Terimpregnasi CuO sebagai Katalis 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 mengekstraksi dan mengkarakterisasi SiO₂ dari lumpur Lapindo terimpregnasi CuO sebagai katalis reaksi asilasi fenol. Katalis SiO₂ terimpregnasi CuO dapat dinotasikan sebagai CuO/SiO₂. Ekstraksi silika dari lumpur Lapindo dilakukan dengan metode sol-gel. Hasil ekstraksi ditentukan komposisi unsurnya dengan XRF, dikarakterisasi strukturnya dengan XRD dan morfologinya dengan SEM-EDX, serta diukur luas permukaan dan porositasnya dengan adsorpsi-desorpsi gas N₂. Sintesis katalis CuO/SiO₂ dilakukan dengan metode impregnasi basah dengan variasi *loading* Cu sebesar 5; 10; 15% b/b. Selanjutnya dikarakterisasi strukturnya menggunakan XRD dan ditentukan keasamannya dengan FTIR-piridin. Uji katalisis dilakukan pada reaksi asilasi fenol dan dianalisis menggunakan GC-MS.

Silika telah berhasil diekstraksi dari lumpur Lapindo dengan kemurnian sebesar 80,312%. Morfologi silika berbentuk aglomerasi dengan ukuran partikel sebesar $0,721 \pm 0,006 \mu\text{m}$. Silika memiliki struktur amorf yang ditunjukkan oleh puncak yang melebar pada 2θ 26,62°. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) sebesar 384,781 m²/g, diameter pori dan volume pori sebesar 3,86 nm dan 0,372 cm³ /g. CuO telah berhasil diimpregnasi pada permukaan SiO₂ yang ditunjukkan adanya puncak difraksi CuO $2\theta = 32,57^\circ, 35,58^\circ, 38,78^\circ, 48,82^\circ$ dan SiO₂ yang ditunjukkan dengan adanya puncak yang landai pada 2θ 26,62°. Katalis CuO, SiO₂, CuO/SiO₂ memiliki sisi asam Lewis dan Brønsted. Impregnasi dapat meningkatkan nilai keasaman SiO₂. Uji katalisis menunjukkan bahwa katalis dengan *loading* Cu 15% b/b memberikan aktivitas katalis yang optimum dengan konversi fenol sebesar 99,636%, *yield* produk *p*-HAP dan fenil asetat masing-masing sebesar 30,095% dan 68,3% serta selektivitas terhadap produk *p*-HAP dan fenil asetat masing-masing sebesar 69,414% dan 30,586%.

Kata kunci : Lapindo, silika, impregnasi, CuO/SiO₂, asilasi

Janan, Saffanah, 2022, "Extraction and Characterization of SiO₂ from Impregnated Lapindo Mud as Catalyst for Phenol Acetylation Reaction", Thesis, Supervised by Prof. Dr. Hartati., M.Si. and Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si. Chemistry Bachelor Degree, Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRACT

This study aims to extract and characterize SiO₂ from CuO impregnated Lapindo mud as a catalyst for phenol acylation reaction. CuO impregnated SiO₂ catalyst can be denoted as CuO/SiO₂. Silica extraction from Lapindo mud was carried out using the sol-gel method. The extraction results were determined by elemental composition using XRF, characterized by structure using XRD and morphology by SEM-EDX, surface area and porosity were measured by adsorption of N₂ gas. The synthesis of CuO/SiO₂ catalyst was carried out using the wet impregnation method with a Cu loading variation of 5; 10; 15% w/w. Then, the structure was characterized using XRD and determined acidity by FTIR-Pyridine. The catalysis test was carried out on the acylation reaction of phenol and analyzed using GC-MS.

Silica has been successfully extracted from Lapindo mud with a purity of 80,312%. Silica morphology is the form of agglomeration with a particle size of $0,721 \pm 0,006 \mu\text{m}$. Silica has an amorphous structure which is indicated peak that broad at 2θ 26,62°. Specific surface area (S_{BET}) was 384,781 m²/g, pore diameter and pore volume were 3,86 nm and 0,372 cm³/g. CuO has been successfully impregnated on the surface of SiO₂ which is indicated by the presence of diffraction peaks of CuO $2\theta = 32,57^\circ, 35,58^\circ, 38,78^\circ, 48,82^\circ$ and SiO₂ indicated by the presence of a sloping peak 2θ 26,62°. CuO, SiO₂, CuO/SiO₂ catalysts have Lewis and Brønsted acid sites. Impregnation can increase the acidity of SiO₂. The catalysis test showed that the catalyst with Cu loading 15% w/w gave optimum catalyst activity with phenol conversion of 99,636%, yields of p-HAP and phenyl acetate products of 30,095% and 68,3%, as well as selectivity to the product p-HAP and phenyl acetate were 69.414% and 30,586%.

Key words : Lapindo, silica, impregnation, CuO/SiO₂, acylation

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Saffanah Janan
NIM : 081811533068
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

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

Ekstraksi dan Karakterisasi SiO_2 dari Lumpur Lapindo Terimpregnasi CuO sebagai Katalis Reaksi Asilasi Fenol

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 22 Juli 2022



METERAN
TEMPEL
3C6AJX825464077
Saffanah Janan
NIM. 081811533068

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
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 Silika	7
2.2.1 Sifat fisika silika	8
2.2.2 Sifat kimia silika	8
2.2.3 Silika sebagai pendukung	9
2.3 Impregnasi	9
2.4 CuO	10
2.5 Katalis	11
2.6 Keasaman Katalis	13
2.7 Reaksi Asilasi Fenol	13

2.8 Tinjauan Instrumen	15
2.8.1 XRF (<i>X-Ray Fluorescence</i>)	15
2.8.2 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	16
2.8.3 SEM-EDX (<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i>) ...	18
2.8.4 Adsorpsi-Desorpsi Gas N ₂	20
2.8.5 FTIR-Piridin (<i>Fourier Transform Infrared-Piridin</i>).....	22
2.8.6 GC-MS (<i>Gas-Chromatography-Mass Spectroscopy</i>)	23
BAB III METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	26
3.2.1 Bahan penelitian	26
3.2.2 Alat penelitian.....	26
3.3 Diagram Alir	27
3.4 Prosedur Kerja.....	28
3.4.1 Preparasi lumpur Lapindo	28
3.4.2 Ekstraksi silika dari lumpur Lapindo.....	28
3.4.3 Sintesis katalis CuO.....	28
3.4.4 Sintesis katalis CuO/SiO ₂	29
3.4.5 Uji katalisis pada reaksi asilasi fenol.....	29
3.4.6 Karakterisasi	30
BAB IV PEMBAHASAN.....	34
4.1 Preparasi lumpur Lapindo	34
4.2 Ekstraksi Silika.....	37
4.2.1 Analisis komposisi lumpur Lapindo murni dan silika menggunakan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	38
4.2.2 Analisis struktur kristal lumpur dan silika xerogel menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	39
4.3 Katalis.....	41
4.3.1. Analisis struktur kristal katalis menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) ..	42

4.3.2. Analisis morfologi permukaan dan sebaran unsur pada katalis dengan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX).....	43
4.3.3. Analisis pengukuran luas permukaan dan porositas dengan metode adsorpsi- desorpsi gas N ₂	50
4.3.4. Analisis keasaman dengan <i>Fourier Transform Infrared-Pyridine</i> (FTIR-Py) 54	
4.4 Uji Katalisis.....	56
BAB V KESIMPULAN.....	63
5.1. Kesimpulan.....	63
5.2. Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA	64
LAMPIRAN.....	72

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Kandungan senyawa lumpur Lapindo	7
2.2	Sifat fisika silika	8
2.3	Kandungan lumpur Lapindo dengan XRF	16
4.1	Komposisi unsur pada lumpur Lapindo	39
4.2	Hasil analisis EDX lumpur Lapindo dan silika	44
4.3	Hasil analisis EDX katalis	45
4.4	Luas permukaan spesifik, total volume pori, dan diameter pori lumpur Lapindo dan SiO ₂	51
4.5	Luas permukaan spesifik, total volume pori, dan diameter pori katalis	54
4.6	Tingkat keasaman katalis	56

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Peta lokasi lumpur Lapindo, Jawa Timur	6
2.2	Jalur reaksi asilasi fenol	14
2.3	Mekanisme kerja XRF	15
2.4	Prinsip kerja XRD	17
2.5	Hasil analisis XRD CuO/SiO ₂ yang disintesis dengan metode presipitasi-gel	18
2.6	Prinsip kerja SEM	19
2.7	Hasil SEM nanopartikel CuO dan CuO/SiO ₂	19
2.8	Analisis EDX CuO/SiO ₂ nanokomposit	20
2.9	Kurva Isoterm a) SiO ₂ ; b) SM; dan c) Pd/SM	21
2.10	Hasil spektrum FTIR dari adsorpsi piridin oleh ZSM	23
2.11	Spekta GC-MS dari reaksi asilasi fenol	24
4.1	lumpur Lapindo setelah <i>acid leaching</i>	35
4.2	Serbuk lumpur setelah kalsinasi	36
4.3	Difraktogram lumpur Lapindo dan silika	40
4.4	Sampel sebelum dan setelah kalsinasi	41
4.5	Difraktogram katalis	42
4.6	Morfologi a) lumpur Lapindo perbesaran 1.000x; b) Silika perbesaran 1.000x; c) CuO perbesaran 1.000x; d) 5% CuO/SiO ₂ perbesaran 5.000x; e) 10% CuO/SiO ₂ perbesaran 5.000x; dan f) 15% CuO/SiO ₂ perbesaran 5.000x	43
4.7	EDX <i>line</i> a) lumpur Lapindo; b) silika	46
4.8	EDX <i>line</i> katalis	47
4.9	<i>Mapping</i> unsue a) Al; b) C; c) Ca; d) Cl; e) Fe; f) K; g) Mg; h) Na; i) Si; j) O; k) Campuran; pada lumpur Lapindo	48

4.10	<i>Mapping</i> unsur a) Al; b) C; c) Na; d) O; e) Si; f) Campuran; pada silika	49
4.11	<i>Mapping</i> unsur Cu pada katalis a) CuO; b) 5% CuO/SiO ₂ ; c) 10% CuO/SiO ₂ ; d) 15% CuO/SiO ₂ ;	49
4.12	Kurva isoterm: a) lumpur Lapindo; b) SiO ₂	50
4.13	Kurva distribusi pori lumpur Lapindo dan silika	51
4.14	Kurva isoterm katalis	52
4.15	Kurva distribusi pori katalis	53
4.16	Spektra FTIR-Piridin keasaman katalis	55
4.17	Histogram aktivitas katalitik dan <i>yield</i> produk	57
4.18	Histogram selektivitas katalis	59
4.19	a) Hubungan total keasaman dengan konversi fenol; b) Hubungan sisi asam Lewis dengan <i>yield p</i> -HAP pada katalis 5% CuO/SiO ₂ , 10% CuO/SiO ₂ , dan 15% CuO/SiO ₂ ;	60
4.20	Sisi asam katalis CuO/SiO ₂	60
4.21	Tahapan katalisis <i>p</i> -HAP pada tahap asilasi C	61
4.22	Tahapan katalisis <i>p</i> -HAP pada tahap asilasi O	62

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul lampiran
1	Skema kerja
2	Perhitungan reagen
3	Kurva kalibrasi AAS
4	Perhitungan jumlah sisi asam pada katalis
5	Perhitungan aktivitas dan selektivitas
6	Hasil GC-MS standar
7	Difragtogram katalis
8	Hasil adsorpsi-desorpsi gas N ₂
9	Hasil karakterisasi denga SEM
10	Hasil GS-MS sampel