

**SINTESIS ALUMINOSILIKAT MESOPORI DARI METAKAOLIN
MELALUI HIDROTERMAL BERTAHAP**

SKRIPSI



NASTITI MUSTIKA RIZKI IKHTIARSIH

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2018**

**SINTESIS ALUMINOSILIKAT MESOPORI DARI METAKAOLIN MELALUI
HIDROTHERMAL BERTAHAP**

SKRIPSI

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

Oleh:

NASTITI MUSTIKA RIZKI IKHTIARSIH

NIM. 081411531028

Tanggal lulus : 12 Juli 2018

Disetujui oleh :

Pembimbing I



Dr. Hartati, M.Si
NIP. 195911151987032002

Pembimbing II



Dra. Aning Purwaningsih, M.Si
NIP. 196603101991022001

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Judul : Sintesis Aluminosilikat Mesopori dari Metakaolin melalui
Hidrotermal Bertahap
Penyusun : Nastiti Mustika Rizki Ikhtiarsih
NIM : 081411531028
Pembimbing I : Dr. Hartati, M.Si
Pembimbing II : Dra. Aning Purwaningsih, M.Si
Tanggal Sidang : 12 Juli 2018

Disetujui oleh:

Pembimbing I



Dr. Hartati, M.Si
NIP. 195911151987032002

Pembimbing II



Dra. Aning Purwaningsih, M.Si
NIP. 196603101991022001

Mengetahui,
Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga



Dr. Purkan, M.Si
NIP. 197211161997021001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

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

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

KATA PENGANTAR

Pertama-tama kami panjatkan puji syukur atas kehadiran Allah S.WT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi yang berjudul “**Sintesis Aluminosilikat Mesopori dari Metakaolin Melalui Hidrotermal Bertahap**”. Penyusunan naskah skripsi ini bertujuan sebagai syarat dalam rangka untuk memenuhi syarat kelulusan dalam menempuh pendidikan S1 pada program studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

Ucapan terimakasih yang dapat penulis sampaikan kepada seluruh pihak yang telah membantu, membimbing serta memberi dukungan dan motivasi dalam penulisan proposal skripsi ini. Terkhusus kepada :

1. Dr. Hartati, M.Si. Selaku dosen pembimbing I dengan penuh kesabaran telah memberikan bimbingan serta arahan kepada Penulis dalam penyusunan naskah proposal ini.
2. Dra. Aning Purwaningsih, M.Si. Selaku dosen pembimbing II dengan penuh kesabaran telah memberikan bimbingan serta arahan kepada Penulis dalam penyusunan naskah proposal ini.
3. Yanuardi Raharjo, S.Si, M.Sc selaku dosen wali yang senantiasa memberi motivasi dan dorongan kepada penulis untuk menyelesaikan proposal dan skripsi penelitian ini.
4. Dr. Hery Suwito, M.Sc selaku dosen wali yang senantiasa memberi motivasi dan dorongan kepada penulis untuk menyelesaikan proposal dan skripsi penelitian ini.
5. Kedua orangtua, Bapak dan Ibu penulis yang telah memberikan dukungan, motivasi serta doa yang tak henti-hentinya selama ini sehingga penulis mampu menyelesaikan naskah proposal skripsi ini.
6. Teman seperjuangan teman seperjuangan penelitian aluminosilikat 2018 yang telah memberikan dukungan selama penelitian berlangsung.
7. Teman-teman S-1 Kimia 2014 (Exchange 2014) yang telah memberikan bantuan, dukungan, dan pengalaman selama kuliah.

Penulis menyadari terhadap kekurangan dalam penyusunan naskah skripsi ini. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun dari pembaca sangat penulis harapkan demi perbaikan naskah skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap naskah skripsi ini bermanfaat untuk menambah pengetahuan dan informasi.

Surabaya, 12 Juli 2018
Penyusun,

Nastiti Mustika Rizki Ikhtiarsih

Ikhtiarsih, Nastiti Mustika Rizki., 2018, Sintesis Aluminosilikat Mesopori dari Metakaolin melalui Hidrotermal Bertahap. Skripsi ini dibawah bimbingan Dr. Hartati, M.Si dan Dra. Aning Purwaningsih, M.Si, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

ABSTRAK

Aluminosilikat telah disintesis dari kaolin sebagai sumber silika dan alumina yang diaktifkan melalui kalsinasi pada suhu 650° selama 8 jam menjadi metakaolin amorf. Sintesis aluminosilikat dilakukan dengan metode hidrotermal bertahap melalui penambahan larutan basa natrium florida (NaF) dan tetrapropilammonium hidroksida (TPAOH). Hasil sintesis menghasilkan enam produk aluminosilikat ASA, ASB, ASC, ASD, ASE, dan ASF. Aluminosilikat yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM-EDX dan adsorpsi/desorpsi N₂. Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa ASF yang disintesis dengan NaF memiliki hasil yang paling baik. ASF menunjukkan material bersifat mesopori dengan adanya *loop* histeresis dengan luas permukaan mesopori sebesar 29,5482 m²/g dan diameter pori sebesar 12,6207 nm.

Kata kunci : *Aluminosilikat, hidrotermal, kaolin, metakaolin, mesopori*

Ikhtiarsih, Nastiti Mustika Rizki., 2018, Synthesis of Aluminosilicate from Metakaolin through Gradual Hydrothermal. This thesis is under guidance of Dr. Hartati, M.Si dan Dra. Aning Purwaningsih, M.Si, Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga.

ABSTRACT

Mesoporous aluminosilicates has been synthesized from kaolin as silica and alumina source which activation by calcination at 650° C for 8 hours to an amorphous metakaolin. Synthesis aluminosilicates was performed through gradual hydrothermal by adding sodium flourida (NaF) and tetraprophylammonium hydroxide (TPAOH). The synthesis results yielded six products of aluminosilicates ASA, ASB, ASC, ASD, ASE, and ASF. The obtained aluminosilicate was characterized using XRD, FTIR, SEM-EDX and N₂ adsorption/desorption. The results of analysis with XRD showed that ASF synthesized with NaF had the best result. ASF showed mesoporous material in the presence of hysteresis loop with mesoporous surface area of 29.5482 m² / g and pore diameter of 12.6207 nm.

Keywords : *Aluminosilicate, Hydrothermal, Kaolin, Metakaolin, Mesoporous*

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini, saya :

Nama : Nastiti Mustika Rizki Ikhtiarsih
NIM : 081411531028
Progam Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan kegiatan plagiat dalam penulisan naskah skripsi saya yang berjudul :

“Sintesis Aluminosilikat Mesopori dari Metakaolin melalui Hidrotermal Bertahap”

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya bersedia menerima sanksi yang berlaku.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 12 Juli 2018



Nastiti Mustika Rizki Ikhtiarsih
NIM. 081411531028

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	iii
LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT.....	vii
PERNYATAAN ORISINALITAS	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang Masalah	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan	4
1.4. Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Kaolin.....	5
2.2. Metakaolin	6
2.3. Aluminosilikat.....	7
2.4. Hidrotermal	9
2.5. Dealuminasi	10
2.6. Karakterisasi	11
2.6.1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	11
2.6.2. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	13
2.6.3. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	15
2.6.4. Adsorpsi/desorpsi N ₂	16
2.6.5. SEM-EDX	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	19
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	19

3.2.	Alat dan Bahan.....	19
3.2.1.	Alat penelitian	19
3.2.2.	Bahan penelitian	20
3.3.	Diagram Alir Penelitian	20
3.3.1.	Preparasi kaolin	21
3.3.2.	Metakaolinasasi	21
3.3.3.	Dealuminasi metakaolin	22
3.3.4.	Sintesis Aluminosilikat dengan Larutan basa TPAOH	23
3.3.5.	Sintesis Aluminosilikat dengan Larutan Basa NaF	24
3.4.	Prosedur Penelitian	25
3.4.1.	Preparasi kaolin blitar.....	25
3.4.2.	Metakaolinasasi	25
3.4.3.	Dealuminasi metakaolin	26
3.4.4.	Sintesis aluminosilikat.....	26
3.5.	Karakterisasi Hasil Sintesis Aluminosilikat.....	27
3.5.1.	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	27
3.5.2.	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	28
3.5.3.	<i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	28
3.5.4.	Adsorpsi/Desorpsi N ₂	28
3.5.5.	SEM-EDX	28
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1.	Hasil Preparasi Kaolin Blitar	30
4.2.	Hasil Metakaolinasasi	32
4.3.	Hasil Dealuminasi Metakaolin.....	36
4.4.	Hasil Sintesis Aluminosilikat.....	37
4.4.1.	Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	38
4.4.2.	Karakterisasi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	43
4.4.3.	Karakterisasi SEM-EDX	46
4.4.4.	Karakterisasi Fisisorpsi N ₂	48
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN.....	50
5.1.	Kesimpulan	50
5.2.	Saran	51
DAFTAR PUSTAKA.....		52
LAMPIRAN		59

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul gambar	Halaman
Tabel 2.1.	Komposisi kandungan kaolin	7
Tabel 3.1.	Sintesis Aluminosilikat dengan rasio mol Si/Al = 80	20
Tabel 4.1.	Hasil XRF dealuminasi metakaolin	37
Tabel 4.2.	Hasil karakterisasi aluminosilikat dengan XRD	41
Tabel 4.3.	Hasil karakterisasi FTIR sintesis aluminosilikat	42
Tabel 4.4.	Data hasil karakterisasi adsorpsi/desorpsi N ₂	49

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul gambar	Halaman
2.1.	Struktur sistematis dari kaolin	5
2.2.	Struktur metakaolin	7
2.3.	Representasi skematik tanah liat (<i>clay</i>)	8
2.4.	Struktur kerangka aluminosilikat	8
2.5.	Kerangka aluminosilikat setelah disisipi kation	9
2.6.	Skema representasi dealuminasi zeolit oleh Marcilly <i>et al.</i>	11
2.7.	Ilustrasi difraksi sinar-X berdasarkan hukum Bragg	12
2.8.	Hasil karakterisasi kaolin dan aluminosilikat mesopori	13
2.9.	Ionisasi fotoelektrik elektron batuan bagian dalam yang mengarah <i>X-Ray Fluorescence</i>	14
2.10.	Klasifikasi adsorpsi isoterm oleh IUPAC	17
4.1.	Hasil pencucian kaolin Blitar	31
4.2.	Hasil XRD (a) kaolin sebelum pencucian (b) kaolin sesudah pencucian....	32
4.3.	Difraktogram (a) kaolin (b) metakaolin	34
4.4.	Spektra FTIR (a) kaolin (b) metakaolin	35
4.5.	XRD (a)metakaolin (b)ASA (c)ASB (d)ASC (e)ASD (f)ASE (g)ASF	41
4.6.	Spektra FTIR (a)ASA (b) ASB (c)ASC	43
4.7.	Spektra FTIR (a)ASD (b) ASE (c)ASF	44
4.8.	Gambar SEM Aluminosilikat seri-F (ASF)	46
4.9.	Gambar grafik EDX komposisi unsur pada ASF	47
4.10.	<i>Elemental mapping</i> komposisi unsur pada ASF	47
4.10.	Adsorpsi/desorpsi N ₂	48

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul
1.	Analisis perhitungan sintesis aluminosilikat
2.	Hasil XRD kaolin Blitar sebelum dipreparasi
3.	Hasil XRD kaolin Blitar sesudah dipreparasi
4.	Hasil XRD metakaolin
5.	Hasil XRF metakaolin terdealuminasi 6M (MHD-6)
6.	Hasil XRF metakaolin terdealuminasi 8M (MHD-8)
7.	Hasil XRF metakaolin terdealuminasi 10M (MHD-10)
8.	Hasil XRF metakaolin terdealuminasi 12M (MHD-12)
9.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-A (ASA)
10.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-B (ASB)
11.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-C (ASC)
12.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-D (ASD)
13.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-E (ASE)
14.	Hasil XRD sintesis aluminosilikat seri-F (ASF)
15.	Hasil FTIR kaolin dan metakaolin
16.	FTIR hasil sintesis aluminosilikat
17.	FTIR hasil sintesis aluminosilikat
18.	SEM-EDX aluminosilikat seri-F (ASF)
19.	Adsorpsi/desorpsi N ₂ aluminosilikat seri-F (ASF)