

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BESI (III) OKSIDA (Fe_2O_3)
YANG DIIMPREGNASI PADA SILIKA (SiO_2)
DARI LUMPUR LAPINDO
DAN APLIKASINYA PADA REAKSI ASILASI FENOL**

SKRIPSI



NI'MATUR RAHMAH

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BESI (III) OKSIDA (Fe_2O_3)
YANG DIIMPREGNASI PADA SILIKA (SiO_2)
DARI LUMPUR LAPINDO
DAN APLIKASINYA PADA REAKSI ASILASI FENOL**

SKRIPSI



NI'MATUR RAHMAH

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

2022

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BESI (III) OKSIDA (Fe_2O_3) YANG
DIIMPREGNASI PADA SILIKA (SiO_2) DARI LUMPUR LAPINDO DAN
APLIKASINYA PADA REAKSI ASILASI FENOL**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh

Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Airlangga

Oleh:

Ni'matur Rahmah
NIM. 081811533051

Disetujui oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,

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

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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) yang Diimpregnasi pada Silika (SiO_2) dari Lumpur Lapindo dan Aplikasinya pada Reaksi Asilasi Fenol

Penyusun : Ni'matur Rahmah

NIM : 081811533051

Pembimbing I : Prof. Dr. Hartati, M.Si.

Pembimbing II : Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si.

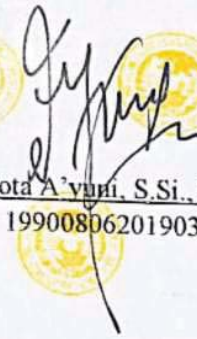
Tanggal Ujian : 22 Juli 2022

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 Fahmi, 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.

Dokumentasi skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga

KATA PENGANTAR

Puji syukur senantiasa atas kehadiran Allah SWT yang melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya untuk kita semua, sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) yang Diimpregnasi pada Silika (SiO_2) dari Lumpur Lapindo dan Aplikasinya pada Reaksi Asilasi Fenol”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi persyaratan akademik pendidikan sarjana sains dalam bidang kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.

Penulis menyadari bahwa pengerjaan naskah skripsi ini tidak serta merta hanya dari tenaga penulis sendiri, namun juga dari beberapa pihak yang memberi bantuan melalui doa, bimbingan, bantuan, serta motivasi kepada penulis, yakni:

1. Ibu Prof. Dr. Hartati, M.Si. sebagai dosen pembimbing I yang memberikan bimbingan secara teliti dan arahan selama pengerjaan naskah skripsi.
2. Ibu Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si. sebagai dosen pembimbing II yang memberikan masukan dan arahan yang sangat mendetail, serta memberi informasi yang bermanfaat selama pengerjaan naskah skripsi.
3. Bapak Hikmat S.Si., M.Si. yang telah membimbing serta memberi kesempatan untuk melaksanakan karakterisasi di Pusat Riset Kimia Maju-BRIN, Serpong, Tangerang Selatan.
4. Ibu Ika Fitri Ulfendrayani S.Si., M.Si. yang telah bersedia bekerja sama dan memberi masukan demi kelancaran skripsi ini.
5. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, S.Si., M.Si., Ph.D. sebagai Ketua Program Studi Kimia yang memberikan informasi yang bersangkutan mengenai pengerjaan skripsi, dan *event* lain.
6. Bapak Ahmadi Jaya Permana, S.Si., M.Si. sebagai dosen wali penulis yang telah memberikan informasi dan motivasi sewaktu bimbingan dengan dosen wali.

7. Bapak dan Ibu dosen Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga terutama Prodi S1 Kimia yang telah memberikan banyak ilmu, dukungan, serta bimbingan selama perkuliahan.
8. Para laboran dan pihak yang telah menyediakan fasilitas alat penelitian, serta instrumen selama penelitian ini.
9. Kedua orang tua penulis yang senantiasa memberikan doa kepada Allah SWT, motivasi selama pengerjaan, serta memberikan jerih payah dan doa tanpa hentinya selama puluhan tahun kepada penulis.
10. Rekan sebangkuan yang telah memberikan semangat dan inspirasi selama proses pengerjaan penulisan skripsi, serta telah menemani di kala suka dan duka selama pengerjaan di laboratorium.
11. Teman di Angkatan 2018 dan seterusnya yang telah memberi semangat, inspirasi, dan hiburan selama penulis berkuliah.
12. Staff dan karyawan yang bersedia memberikan informasi tambahan dan mengurus dalam bidang administrasi dan lainnya.
13. Pihak-pihak lain yang tidak langsung membantu dan mungkin tidak disebutkan penulis, serta pembaca skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa pengerjaan skripsi belum sepenuhnya maksimal, belum sempurna, serta perlu diperbarui untuk masa yang akan mendatang, sehingga penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak terutama yang menekuni dalam bidang ini. Demikian kata pengantar dari skripsi ini, penulis mengucapkan terima kasih banyak.

Surabaya, 11 Juli 2022

Penulis

Rahmah, Ni'matur, 2022, "Sintesis dan Karakterisasi Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) yang Diimpregnasi pada Silika (SiO_2) dari Lumpur Lapindo dan Aplikasinya 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 sintesis katalis Fe_2O_3 berpendukung SiO_2 dari Lumpur Lapindo dan aplikasinya pada reaksi asilasi fenol. SiO_2 diekstraksi dengan metode sol-gel dari Lumpur Lapindo yang telah dipreparasi secara *acid leaching* dan *thermal treatment*. SiO_2 telah berhasil disintesis dan dikarakterisasi melalui XRF yang kadar SiO_2 sebesar 80,312%, SEM-EDX dengan morfologi berbentuk gumpalan yang ukuran partikel sebesar 0,296 μm , XRD dengan bentuk amorf pada puncak difraksi lebar pada $2\theta = 26,5^\circ$, serta adsorpsi-desorpsi gas N_2 dengan luas permukaan spesifik (S_{BET}), total volume pori, serta diameter pori SiO_2 berturut-turut adalah 384,781 m^2/g , 0,333 cm^3/g , 3,864 nm. Porositas SiO_2 berbentuk *bottle-neck*.

SiO_2 dijadikan sebagai pendukung katalis Fe_2O_3 melalui metode impregnasi basah dengan *loading* Fe 5 ; 10 ; 15% w/w. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa difraktogram Fe_2O_3 dan SiO_2 tidak memiliki perubahan struktur menandakan impregnasi berhasil dilakukan. Pengamatan morfologi dengan SEM-EDX menunjukkan bahwa bentuk partikel hasil sintesis memiliki struktur rhombohedral, sesuai dengan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ JCPDS No.73-2234. Dari kedua karakterisasi tersebut, unsur Fe semakin bertambah seiring dengan pertambahan *loading*. Hal sebaliknya terjadi pada unsur Si yang semakin menurun. Karakterisasi selanjutnya adalah adsorpsi-desorpsi gas N_2 untuk mengetahui luas permukaan dan porositas, serta FTIR-piridin untuk sisi keasaman. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) dan situs asam Lewis tertinggi adalah 15% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$. Uji katalisis dengan GC-MS menunjukkan bahwa katalis dengan 15% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ memberikan hasil produk yang optimum dengan konversi fenol, *yield* produk *p*-HAP, dan selektivitas *p*-HAP masing-masing sebesar 19,321%, 17,926%, serta 92,779%. Dapat disimpulkan bahwa sisi asam Lewis berpengaruh dalam reaksi asilasi fenol.

Kata kunci: lumpur lapindo, silika, besi oksida, impregnasi, asilasi fenol.

Rahmah, Ni'matur, 2022, "Synthesis and Characterization of Iron (III) Oxide (Fe_2O_3) impregnated by Silica (SiO_2) from Lapindo Mud and Its Application to Phenol Acylation Reaction", Thesis, under the guidance of Prof. Dr. Hartati, M.Si. Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si. S-1 Chemistry, Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRACT

This research aims to synthesize Fe_2O_3 catalyst supported with SiO_2 from Lapindo Mud and its application in the acylation reaction of phenol. SiO_2 was extracted using the sol-gel method from the Lapindo Mud which had been prepared by acid leaching and thermal treatment. SiO_2 had been successfully synthesized and characterized by XRF with SiO_2 content of 80.312%, SEM-EDX with a lump-shaped morphology with a particle size of 0.296 μm , XRD with an amorphous form at a wide diffraction peak at $2^\circ = 26.5^\circ$, and adsorption-desorption N_2 gas with specific surface area (S_{BET}), total pore volume, and SiO_2 pore diameter are 384.781 m^2/g , 0.333 cm^3/g , 3.864 nm, respectively. SiO_2 porosity is bottle-neck.

SiO_2 was used as Fe_2O_3 catalyst support through wet impregnation method with Fe loading variation of 5; 10 ; 15% w/w. XRD characterization showed that the Fe_2O_3 and SiO_2 diffractograms had no structural changes, indicating that the impregnation was successful. Morphological observations with SEM-EDX showed that the shape of the synthesized particles had a rhombohedral structure, in accordance with $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ JCPDS No.73-2234. From those characterizations, the element of Fe was increasing along with the increase in loading. Meanwhile, the opposite happens for the Si element which is decreasing. The next characterization is the adsorption-desorption of N_2 gas to determine the surface area and porosity, and FTIR-pyridine for the acidity site. The highest specific surface area (S_{BET}) and the Lewis acid site is 15% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$. The catalytic using GC-MS showed that the catalyst with 15% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ gave optimum product yields with phenol conversion, p-HAP product yield, and p-HAP selectivity of 19.321%, 17.926%, and 92.779%, respectively. It can be concluded that the Lewis acid side and surface area have an effect on the acylation reaction of phenol.

Keywords: lapindo mud, silica, iron oxide, impregnation, acylation of phenol.

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ni'matur Rahmah
NIM : 081811533051
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

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

Sintesis dan Karakterisasi Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) yang Diimpregnasi pada Silika (SiO_2) dari Lumpur Lapindo dan Aplikasinya pada Reaksi Asilasi Fenol

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

Demikian pernyataan ini saya buat sebenar-benarnya.

Surabaya, 11 Juli 2022



Ni'matur Rahmah
NIM. 081811533051

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
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 Reaksi Asilasi Fenol.....	6
2.1.1 HAP (Hidroksiasetofenon)	8
2.1.2 Katalis Reaksi Asilasi Fenol.....	8
2.2 Besi dalam Senyawa.....	9
2.2.1 Senyawa dengan Unsur Fe sebagai Katalis	10
2.3 Katalis.....	12
2.3.1 Katalis Homogen	13
2.3.2 Katalis Heterogen	14
2.3.3 Keasaman Katalis	15
2.4 Lumpur Lapindo.....	16
2.5 Silika.....	18
2.5.1 SiO ₂ sebagai Pendukung Katalis	20
2.6 Pendukung Katalis.....	22
2.6.1 Metode Impregnasi	23
2.6.2 Variasi <i>loading</i> sisi aktif.....	24

2.7 Tinjauan Pustaka untuk Instrumen.....	26
2.7.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	26
2.7.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	27
2.7.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	28
2.7.4 <i>Adsorpsi-Desorpsi Gas Nitrogen (N₂)</i>	31
2.7.5 FTIR-piridin.....	35
2.7.6 <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GC-MS).....	37
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	39
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	39
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	40
3.2.1 Bahan Penelitian	40
3.2.2 Alat Penelitian	40
3.3 Diagram Alir	41
3.4 Prosedur Kerja.....	43
3.4.1 Ekstraksi Silika dari Lumpur Lapindo.....	43
3.4.2 Sintesis Katalis Fe ₂ O ₃ dan Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	44
3.4.3 Karakterisasi Katalis.....	45
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	50
4.1 Sintesis Silika dari Lumpur Lapindo.....	51
4.1.1 Preparasi Lumpur Lapindo	51
4.1.2 Sintesis Silika dari Lumpur Lapindo	52
4.1.3 Analisis komposisi Lumpur Lapindo dan silika menggunakan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	55
4.1.4 Karakterisasi kristalinitas struktur Lumpur Lapindo dan silika <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	56
4.2 Sintesis Katalis Fe ₂ O ₃ dan Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	58
4.2.1 Pembuatan Larutan Induk Fe.....	58
4.2.2 Hasil Sintesis Katalis Fe ₂ O ₃	58
4.2.3 Impregnasi Katalis Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	59
4.2.4 Uji Katalisis pada Reaksi Asilasi Fenol	62
4.2.5 Karakterisasi kristalinitas struktur katalis melalui X-Ray Diffraction (XRD)	63

4.2.6 Identifikasi morfologi permukaan dan sebaran unsur silika Lumpur Lapindo serta katalis dengan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)	65
4.2.7 Penentuan luas permukaan Lumpur Lapindo silika dan katalis dengan Adsorpsi-Desorpsi Gas Nitrogen (N ₂)	74
4.2.8 Karakterisasi keasaman katalis melalui FTIR-piridin	79
4.2.9 Uji aktivitas dan selektivitas dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GC-MS)	82
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	88
5.1 Kesimpulan	88
5.2 Saran	88
DAFTAR PUSTAKA	89
LAMPIRAN	94
Lampiran 1. Skema Kerja	94
Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Reagen dan <i>Loading</i> Fe	98
Lampiran 3. Difraktogram XRD	104
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi dengan SEM-EDX	110
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi dengan adsorpsi desorpsi nitrogen	115
Lampiran 6. Perhitungan Jumlah sisi asam pada katalis	125
Lampiran 7. Lampiran Kromatogram dan tabel hasil analisis reaksi asilasi fenol	127
Lampiran 8. Perhitungan uji katalisis	135

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
2.1	Analisis XRF dari Lumpur Lapindo	18
4.1	Analisis XRF komposisi Lumpur Lapindo dan silika	55
4.2	Tabel kristalinitas Fe_2O_3 , 5% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$, 10% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$, dan 15% $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$	64
4.3	Sebaran unsur pada silika melalui EDX	69
4.4	Analisis sebaran unsur silika, Fe_2O_3 , dan hasil sintesis katalis	71
4.5	Luas permukaan, diameter pori, serta volume pori dari Lumpur Lapindo dan silika	76
4.6	Luas permukaan spesifik, diameter pori, serta volume pori total dari silika, Fe_2O_3 , serta $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ dengan <i>loading</i> yang berbeda	79
4.7	Tingkat keasaman masing-masing sampel	81

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Pembentukan <i>o</i> -HAP dan <i>p</i> -HAP	6
2.2	Reaksi sintesis <i>o</i> -HAP dari fenol dan asetat anhidrida	7
2.3	Senyawa Fe ₂ O ₃	9
2.4	Peta dari Lumpur Lapindo	17
2.5	Struktur silika	19
2.6	Proses impregnasi	23
2.7	Efek <i>loading</i> katalis dengan adanya pendukung	25
2.8	Pola difraksi dari senyawa Fe ₂ O ₃ -SiO ₂	28
2.9	Skema kerja dari instrumen SEM	29
2.10	Hasil SEM dari komposit Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	29
2.11	Gambar SEM dari komposit Fe ₂ O ₃ -SiO ₂	30
2.12	Gambar EDX dari komposit Fe ₂ O ₃ -SiO ₂	30
2.13	Klasifikasi tipe kurva isothermal fisisorpsi	32
2.14	Kurva Histerisis Menurut IUPAC	33
2.15	Adsorpsi isoterm lumpur dengan aktivasi HCl	34
2.16	Interaksi piridin dengan katalis (a) asam Lewis dan (b) asam Brønsted	36
2.17	Spektra FTIR-piridin dari FeCl ₃ /SiO ₂	36
2.18	Skema kerja dari GC-MS (Wu et al., 2012) dan kromatogram	38
4.1	Proses <i>acid leaching</i> pada Lumpur Lapindo	51
4.2	Proses <i>aging</i> pada silika	54
4.3	Difraktogram Lumpur Lapindo dan silika	56
4.4	Variasi warna Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ dengan <i>loading</i> (a) 5; (b) 10; (c) 15% w/w, serta (d) Fe ₂ O ₃ sebelum kalsinasi	61
4.5	Variasi warna Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ dengan <i>loading</i> (a) 5; (b) 10; (c) 15% w/w, serta (d) Fe ₂ O ₃ setelah kalsinasi	62
4.6	Proses reaksi asilasi fenol dan hasil reaksi yang diperoleh	63
4.7	Difraktogram pada (a) silika, (b) Fe ₂ O ₃ , (c) 5% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ , (d) 10% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ , dan (e) 15% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	64
4.8	Permukaan morfologi Lumpur Lapindo pada perbesaran (a) 1.000× dan (b) 5.000×, serta silika pada perbesaran (c) 10.000× dan (d) 20.000×	66
4.9	EDX <i>Line</i> (a) Lumpur Lapindo dan (b) silika	67
4.10	EDX <i>mapping</i> pada Lumpur Lapindo	68

4.11	EDX <i>mapping</i> pada silika	69
4.12	Spektrum EDX <i>point</i> (a) Lumpur Lapindo dan (b) silika	69
4.13	Permukaan morfologi Fe ₂ O ₃ , SiO ₂ , serta <i>loading</i> 5; 10; 15%	70
4.14	EDX <i>line</i> pada silika, Fe ₂ O ₃ , serta <i>loading</i> 5; 10; 15%	72
4.15	EDX <i>mapping</i> pada silika, Fe ₂ O ₃ , serta <i>loading</i> 5; 10; 15%	73
4.16	Kurva isoterm adsorpsi desorpsi dari lumpur dan silika	74
4.17	Distribusi ukuran pori dari lumpur dan silika	75
4.18	Kurva isoterm adsorpsi desorpsi dari Fe ₂ O ₃ dan <i>loading</i> 5; 10; 15%	77
4.19	Distribusi ukuran pori dari silika, Fe ₂ O ₃ , dan masing-masing <i>loading</i>	78
4.20	FTIR-piridin (a) silika, (b) Fe ₂ O ₃ , (c) 5% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ , (d) 10% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂ , dan (e) 15% Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	80
4.21	Histogram aktivitas dan <i>yield</i> tiap katalis	82
4.22	Histogram selektivitas katalis	83
4.23	Kurva kolerasi antara <i>Yield p</i> -HAP dan Asam Lewis dari katalis	84
4.24	Sisi asam Lewis dan Brønsted dari katalis Fe ₂ O ₃ /SiO ₂	85
4.25	Mekanisme reaksi katalisis asilasi O	86
4.26	Mekanisme reaksi katalisis asilasi C	87