

**INTERKALASI HIDROKSI LAPIS GANDA DENGAN
SENYAWA POLIOKSOMETALAT $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan
APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN CONGO RED**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Bidang Studi Kimia
Pada Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sriwijaya**



YULIZAH HANIFAH

08031381320023

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA
2017**

HALAMAN PENGESAHAN

INTERKALASI HIDROKSI LAPIS GANDA DENGAN SENYAWA POLIOKSOMETALAT $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN CONGO RED

SKRIPSI

Diajukan Untuk Melengkapi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains Bidang Studi Kimia

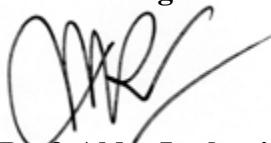
Oleh:

YULIZAH HANIFAH

08031381320023

Indralaya, Januari 2017

Pembimbing I



Prof. Aldes Lesbani, Ph.D.
NIP. 197408121998021001

Pembimbing II



Dr. Muhammad Said, M.T.
NIP. 197407212001121001

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Muhammad Jannah, M.T.
NIP.196409131990031003

HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul “Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan Aplikasinya Sebagai Adsorben *Congo Red*” telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Ilmiah Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 19Januari 2017 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai masukan yang diberikan.

Indralaya, Januari2017

Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah berupa Skripsi

Ketua :

1. **Prof. Aldes Lesbani, Ph.D.**
NIP. 197408121998021001

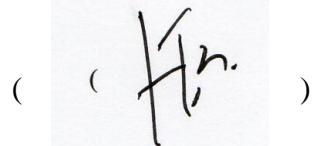


Anggota :

2. **Dr. Muhammad Said, M.T.**
NIP. 197407212001121001



3. **Hermansyah, Ph.D.**
NIP. 197111191997021001



4. **Dr. Suheryanto, M.Si.**
NIP. 196006251989031006



5. **Dr. rer.nat. Risfidian Mohadi, M.Si.**
NIP. 197711272005011003



Mengetahui,

Dekan FMIPA

Ketua Jurusan



Dr. Dedi Rohendi, M.T
NIP.196704191993031001

PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama mahasiswa : Yulizah Hanifah

NIM : 08031381320023

Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Inderalaya, Januari 2017

Penulis



Yulizah Hanifah

NIM. 08031381320023

HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Yulizah Hanifah
NIM : 08031381320023
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-ekslusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul: “Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan Aplikasinya Sebagai Adsorben *Congo Red*”. Dengan hak bebas royalti non-ekslusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalih, edit/memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/penciptadan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Inderalaya, Januari 2017

Yang menyatakan,



Yulizah Hanifah
NIM. 08031381320023

MOTTO

“Keluargaku tersayang terkhusus orangtuaku”

“Pantang menyerah”

“Kerahkan seluruh tenagamu” (Prof. Aldes Lesbani, Ph.D)

“Usaha, doa dan tawakal”

“Usaha yang maksimal takkan mengkhianati hasil”

“Selalu Bersyukur”

“Tekad dan kemauan yang dapat membuat engkau berhasil (Prof. Aldes Lesbani, Ph.D.)”

Skripsi ini kupersembahkan kepada :

■ *Allah SWT*

■ *Papa, Mama, Yuk pipin, Abang,
Ikipie dan Keluargaku
tersayang*

■ *Seseorang yang selalu kubawa
dalam doa*

■ *Pembimbing 1 Prof. Aldes
Lesbani, Ph. D. yang selalu
memberikan ilmu dan motivasi*

■ *Pembimbing*

■ *Almamaterku*

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum wr.wb.

Puji dan skyukur penulis ucapkan kepada Allah SWT karena berkat limpahan rahmat dan ridho-Nyya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini yang berjudul “Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan Aplikasinya Sebanagai Adsorben *Congo Red*”. Shalawat serta salam semoga selalu tercurah kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah membawa kita dari zaman kekgelapan ke alam berilmu seperti sekarang ini.

Dalam penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis menghantarkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak Prof. Aldes Lesbani, Ph.D dan Bapak Dr. Muhammad Said, M.Si, yang selalu memberikan bimbingan, arahan dan waktu yang diluangkan kepada penulis selama menjalani penelitian dan penyusunan skripsi ini hingga selesai.

Selain itu penulis juga mengucapkan terima kasih kepada :

1. Drs. Muhammad Irfan M.T, selaku dekan FMIPA Universitas Sriwijaya
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA UNSRI Bapak Dr. Dedi Rohendi, M.T
3. Bapak Dosen Pembahas Hermansyah, Ph.D, Dr. rer. Nat. Risfidian Mohadi, M.Si dan bapak Dr. Suheryanto, M.Si yang telah memberikan masukan-masukan yang sangat membangun dalam skripsi ini
4. Pembimbing Akademik Sekaligus Pembimbing Tugas Akhir saya Bapak Prof. Aldes Lesbani, Ph.D yang selalu memberikan motivasi, semangat, nasehat, cerita tentang perjuangan hidup bapak dan masih banyak lagi terima kasih banyak bapak.
5. Bapak, Ibu Dosen Pengajar selama saya merintis sampai S1 terima kasih bapak ibu buat ilmu yang bermanfaat buat saya.
6. Seluruh Analis, staf dan dosen jurusan Kimia Fakultas MIPA UNSRI
7. Kedua orang tua ku tersayang, saudara, keluargaa besarku, terima kasih untuk memberikan alasan ku untuk selalu semangat, ingin berjuang untuk maju dan membahagiakan kalian. Aamiin.

8. Sahabat terbaiksekaligus partner ku selama S1 Neza, Intan, Imron, terima kasih untuk 3,5 tahun ini kita saling mendukung, saling ingin maju, selalu mendoakan yang terbaik untuk kita masing-masing, semangat , keceriaan, kebersamaan, arti kasih sayang dengan teman, susah senang bersama, terima kasih sudah menjadi teman terbaik.
9. Buat teman-teman partner yang lain Peggy, Donny dan Hasjak terima kasih buat semua dukungan, bantuan dan semangatnya teman.
10. Buat semua teman-temanku kimia 2013 terima kasih semuanya, semoga kita semua jadi orang yang sukses dan bermanfaat. Aamiin
11. Kakak-kakak kimia 2012, adik-adik kimia 2014, 2015 dan 2016 semangat kuliahnya semoga sukses.
12. Kak Tarmizi T, S.Si yang selalu membantu saat kesulitan dalam penelitian
13. Bapak Dedi asisten Lab. Riset Terpadu Pascasarjana Universitas Sriwijaya
14. Semua pihak yang telah membantu penulis selama penelitian dan penulisan skripsi ini. Penulis juga mengharapkan saran dan kritik yang mempu menjadikan Tugas Akhir ini menjadi lebih baik untuk kedepannya, demikianlah penulis harapkan agar karya ini mampu berguna bagi kita semua.

Penulis menyadari dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kekuranganpengetahuan dan pengalaman pada topik yang diangkat dalam skripsi ini, begitu pula dalam penulisannya yang masih banyak terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis akan sangat senang jika menerima berbagai masukan dari para pembaca baik berupa kritik maupun saran yang membangun demi penyempurnaan penulisan-penulisan skripsi di masa yang akan datang. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Inderalaya, Januari 2017

Penulis,

Yulizah Hanifah

NIM. 0803138132002

SUMMARY

INTERCALATION LAYERED DOUBLE HYDROXIDE WITH POLYOXOMETALATE $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ AND APPLIED AS ADSORBENT OF CONGO RED

Yulizah Hanifah : Supervised by Aldes Lesbani¹, Ph.D ; Dr. Muhammad Said¹, M.T

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences,
Sriwijaya University

Intercalation of polyoxometalate $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ on layered double hydroxide by comparison weight ratio of layered double hydroxide : polyoxometalate $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$, i.e: 1:1, 1:2, 1:3 and 1: 4 has been done. The results intercalated layered double hydroxide was characterized using FT-IR spectrophotometer, XRD and TG-DTA analysis. The research results using FT-IR spectrophotometer characterization shown the process of intercalation was not optimum for every weight ratio. Characterization using XRD showed the process of intercalation optimum at ratio (2: 1) that indicated the field (00l) consisting of reflection at (003), (006) and (110) were observed in the area 2θ at $60^\circ\text{-}63^\circ$ shown layer double hydroxide were intercalated with polyoxometalate compound. Advanced characterization using TG-DTA analysis at comparison (2:1) showed loss of OH in the layer at 170 to 220°C and for the decomposition of the compounds polioxometalate $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ at 300 to 400°C . The adsorption process of layered double hydroxide intercalated polioxometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ at ratio (2: 1) shows the adsorption rate (k) of 0.81 min^{-1} , the largest adsorption capacity (b) at 70°C is 5,42 mol/g, the largest adsorption energy at 70°C which is 0.6 kJ/mol. The value of the enthalpy (ΔH) and entropy (ΔS) decreased with increasing concentrations of the dye congo red. Effect of pH on the adsorption at pH 8 show the biggest of number congo red adsorbed is 38.1 mg/L.

Keywords :Layered double hydroxide, intercalation, polioxometalate $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$, congo red.

RINGKASAN

INTERKALASI HIDROKSI LAPIS GANDA DENGAN SENYAWA POLIOKSOMETALAT $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ DAN APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN CONGO RED

Yulizah Hanifah : Dibimbing oleh Aldes Lesbani¹, Ph.D dan Dr. Muhammad Said¹, M.T

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya

Telah dilakukan interkalasi senyawa polioxsometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ pada hidroksi lapis ganda dengan perbandingan berat hidroksi lapis ganda : senyawa polioxsometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ yakni (1:1), (1:2), (1:3) dan (1:4). Hasil hidroksi lapis ganda terinterkalasi dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan TG-DTA. Selanjutnya hasil interkalasi optimal digunakan sebagai adsorben zat warna *congo red*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR menunjukkan belum optimal untuk setiap perbandingan. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan proses interkalasi yang optimal yakni pada perbandingan (2:1) dengan menunjukkan adanyabidang (00l) yang terdiridari refleksi (003), (006) dan (110)menunjukkan adanya material berlapishidroksi lapis ganda dan daerah 60°-63° menunjukkan adanya material berlapis terinterkalasi senyawa polioxsometalat. Karakterisasi lanjutan menggunakan analisis TG-DTA pada perbandingan (2:1) menunjukkan kehilangan OH di dalam layer pada temperatur 170-220 °C sedangkan untuk dekomposisi senyawa polioxsometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ berada pada temperatur 300-400 °C. Proses adsorpsi *congo red* hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioxsometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ perbandingan (2:1) menunjukkan besarnya laju adsorpsi (k) sebesar 0,81 menit⁻¹, kapasitas adsorpsi (b) terbesar pada temperatur 70 °C sebesar 5,42 mol/g, energi adsorpsi terbesar pada temperatur 70°C yakni 0,6 kJ/mol. Nilai entalpi (ΔH) dan entropi (ΔS) mengalami penurunan dengan meningkatnya konsentrasi zat warna *congo red*. Pengaruh pH terhadap adsorpsi menunjukkan pada pH 8 jumlah *congo red*teradsorpsi terbesar yakni 38,1 mg/L.

Keywords : Hidroksi lapis ganda, polioxsometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$, adsorpsi, *congo red*.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
PERYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
SUMMARY	ix
RINGKASAN	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Hidroksi Lapis Ganda	5
2.1.1 Struktur Hidroksi Lapis Ganda	6
2.1.2 Aplikasi Hidroksi Lapis Ganda.....	7
2.2 Struktur Senyawa Polioksometalat	8
2.2.1 Struktur Keggin dari Senyawa Polioksometalat	9
2.3 Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	10
2.3.1 Stabilitas Termal Senyawa Polioksometalat	11
2.4 Interkalasi Material Berlapis	12
2.5 Adsorpsi.....	13
2.6 <i>Congo Red</i>	13

2.7 Karakterisasi.....	14
2.7.1 Spektrofotometer FT-IR	14
2.7.2 <i>X-ray diffraction (XRD)</i>	15
2.7.3 Analisis TG-DTA.....	16
2.4.4 Spektrofotometer UV-VIS	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Waktu dan Tempat	21
3.2 Alat dan bahan.....	21
3.2.1 Alat.....	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Prosedur Kerja	21
3.3.1 Sintesis Hidroksi Lapis Ganda (Ran, 2014)	21
3.3.2 Sintesis Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$...	22
3.3.3 Interkalasi Senyawa Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	22
3.3.4 Aplikasi Hidroksi Lapis Ganda Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ sebagai Adsorben Zat Warna <i>Congo Red</i>	23
3.3.4.1 Pengaruh Waktu Adsorpsi.....	23
3.3.4.2 Pengaruh Konsentrasi dan Temperatur Adsorpsi.....	23
3.3.4.3 Pengaruh pH.....	24
3.3.4.4 Studi Interkalasi Zat Warna <i>Congo Red</i> dengan Hidroksi Lapis Ganda Terinterkalasi secara Difraksi dan Spektroskopi.....	24
3.3.5 Analisis Data.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ Menggunakan Spektrofotometer FT-IR.....	27

4.2 Identifikasi Material Hidroksi Lapis Ganda dan Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ Menggunakan Spektrofotometer FT-IR.....	28
4.3 Karakterisasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan Analisis XRD.....	32
4.4 Identifikasi Hidroksi Lapis Ganda dan Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ Menggunakan Analisis XRD.....	33
4.5 Karakterisasi Material Hidroksi Lapis Ganda dan Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ Menggunakan TG-DTA.....	35
4.6 Pengaruh Waktu Adsorpsi Zat Warna <i>Congo Red</i> Menggunakan Adsorben Hidroksi Lapis Ganda Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	37
4.7 Pengaruh Temperatur Adsorpsi Zat Warna <i>Congo Red</i> Menggunakan Adsorben Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	39
4.8 Pengaruh pH Awal Terhadap proses Adsorpsi Zat Warna <i>Congo Red</i> Menggunakan Adsorben Hidroksi Lapis Ganda Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	43
4.9 Studi Interaksi <i>Congo Red</i> dengan Hidroksi Lapis Ganda dan Hidroksi Lapis Ganda yang Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ Menggunakan Spektrometer FT-IR.....	44
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	47
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN.....	54

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Jenis-jenis senyawa polioksometalat	8
Tabel 2. Data bilangan gelombang senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	28
Tabel 3. Data bilangan gelombang perbandingan berat interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:1), (1:2), (1:3) dan (2:1).....	31
Tabel 4. Data ketinggian galeri hidroksi lapis ganda sebelum dan sesudah di interkalasi.....	35
Tabel 5. Nilai laju adsorpsi untuk hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi.....	39
Tabel 6. Pengaruh temperatur adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> oleh hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	42
Tabel 7. Pengaruh konsentrasi adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> oleh hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	42

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Skema struktur hidroksi lapis ganda	6
Gambar 2. Perbedaan tipe dari senyawa polioxsometalat (a) Keggin (b) Andersin (c) Dowson	9
Gambar 3. Ikatan (a) Polihedral struktur (c) Isomer anion struktur Keggin anion $[\alpha\text{-XM}_n\text{O}_m]$	10
Gambar 4. Struktur isomer a) $[\alpha\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}]$ b) $[\beta\text{- XM}_{12}\text{O}_{40}]$ c) $[\gamma\text{- XM}_{12}\text{O}_{40}]$ d) $[\delta\text{- XM}_{12}\text{O}_{40}]$ d) $[\epsilon\text{- XM}_{12}\text{O}_{40}]$	11
Gambar 5. Skema interkalasi dari: a) <i>clay</i> dan b) <i>organo modified clay</i> , dimana R dapat digantikan dengan komponen kimia lain	12
Gambar 6. Struktur <i>Congo Red</i>	13
Gambar 7. Skema Kerja XRD.....	16
Gambar 8. Spektra FT-IR senyawa polioxsometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	27
Gambar 9. Spektrum FT-IR (A) Senyawa Polioxsometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (B) Hidroksi Lapis Ganda (C) Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioxsometat dengan perbandingan 1:1 (D) 1:2 (E) 1:3 (F) 2:1	29
Gambar 10. Difraksi sinar-X senyawa polioxsometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	32
Gambar 11. Difraktogram XRD (A) Hidroksi Lapis Ganda (B) Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioxsometat dengan perbandingan 1:1 (C) 1:2 (D) 1:3 (E) 2:1	33
Gambar 12. Termogram material hidroksi lapis ganda	35
Gambar 13. Termogram Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Senyawa Polioxsometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	36
Gambar 14. Pengaruh waktu adsorpsi terhadap konsentrasi teradsorpsi pada parameter kinetik	37
Gambar 15. Pengaruh temperatur adsorpsi dan konsentrasi zat warna <i>Congo red</i> hidroksi lapis ganda (kontrol) terhadap jumlah <i>Congo red</i> teradsorpsi	39

Gambar 16. Pengaruh temperatur adsorpsi dan konsentrasi zat warna <i>Congo red</i> hidroksi lapis ganda dengan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ terhadap jumlah <i>Congo red</i> teradsorpsi	40
Gambar 17. Pengaruh pH adsorpsi hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ terhadap jumlah <i>Congo red</i> teradsorpsi	43
Gambar 18. Spektrum FT-IR Hidroksi lapis ganda sebelum (A) dan sesudah mengadsorpsi zat warna <i>Congo red</i> (B).....	45
Gambar 19. Spektrum FT-IR Hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ sebelum (C) dan sesudah mengadsorpsi zat warna <i>Congo red</i> (D).....	46

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Data digital XRD hidroksi lapis ganda.....	55
Lampiran 2. Data digital XRD senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	57
Lampiran3. Data digital XRD interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:1)	60
Lampiran 4. Data digital XRD interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:2)	63
Lampiran 5. Data digital XRD interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:3)	64
Lampiran 6. Data digital XRD interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (2:1)	63
Lampiran 7. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda	64
Lampiran 8. Data digital spektrum FT-IR senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	65
Lampiran 9. Data digital spektrum FT-IR interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:1)..	66
Lampiran 10. Data digital spektrum FT-IR interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:2)..	67
Lampiran 11. Data digital spektrum FT-IR interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:3)..	68
Lampiran 12. Data digital spektrum FT-IR interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometala $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (2:1)..	69
Lampiran 13. Adsorbansi larutan standart parameter kinetik	70
Lampiran 14. Pengaruh waktu adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi polioksometelat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	71
Lampiran 15. Perhitungan parameter kinetic adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis	

ganda terinterkalasi senyawa polioksometelat $H_3[\alpha$ - $PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	73
Lampiran 16. Adsorpsi larutan standart pengaruh termodinamika hidroksi lapis ganda	77
Lampiran 17. Absorbansi larutan standart pengaruh parameter termodinamika hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	78
Lampiran 18. Pengaruh konsentrasi adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda	83
Lampiran 19. Pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	88
Lampiran 20. Perhitungan parameter konsentrasi terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> ddedngan adsorben hidroksi lapis ganda	
Lampiran 21. Perhitungan parameter pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha$ - $PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	92
Lampiran 22. Perhitungan parameter termodinamika kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha$ - $PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	93
Lampiran 23. Pengaruh parameter termodinamika terhadap zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda.....	94
Lampiran 24. Pengaruh parameter termodinamika terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adosrben hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$	104
Lampiran 25. Perhitungan parameter termodinamika terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda	109

Lampiran 26. Perhitungan parameter termodinamika terhadap adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda terinterkalasi polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot nH_2O$	114
Lampiran 27. Perhitungan pengaruh parameter termodinamika nilai entropi, entalpi dan energi bebas gibbs.....	119
Lampiran 28. Pengaruh pH awal adsorpsi zat warna <i>Congo red</i> dengan adsorben hidroksi lapis ganda dan hidroksi lapis ganda terinterkalasi polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot nH_2O$	121
Lampiran 29. Data pengaruh pH pada absorpsi zat warna <i>Congo red</i>	122

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Material berlapis atau lempung merupakan mineral-mineral anorganik yang banyak ditemukan di alam dan juga dapat disintesis di laboratorium (Abderrazek *et al*, 2016). Pemanfaatan material berlapis ditunjukkan sebagai katalis, adsorben, sensor, membran atau penukar ion. Pemanfaatan material berlapis sebagai katalis misalnya dimanfaatkan untuk proses perengkahan minyak bumi (Corma, 1997). Adapun pemanfaatan sebagai adsorben yakni material berlapis yang digunakan untuk adsorpsi adiktif pada minyak sayur (Franchi *et al*, 1991) maupun aplikasinya pada penanggulangan cemaran ion-ion logam atau senyawa organik dilingkungan. Pemanfaatan material berlapis tersebut masih memiliki kendala luas permukaan yang kecil dan jarak antar lapisan yang sempit dikarenakan adanya ion-ion penukar yang berukuran kecil yang pada umumnya ion logam alkali dan alkali tanah (Goodarzi *et al*, 2016).

Material berlapis seperti hidroksi lapis ganda merupakan salah satu jenis material berlapis yang mudah disintesis. Hidroksi lapis ganda memiliki rumus kimia: $[M^{2+}_{(1-x)}M^{3+}_x(OH)_2](A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$ dengan sebagian divalen kation dapat diganti dengan trivalen, membuat lapisan membawa muatan positif yang diimbangi dengan lapisan anion seperti Cl^- , NO_3^- , OH^- dan $C_{18}H_{37}S$. Kelebihan hidroksi lapis ganda ini memiliki sifat penukar anion yang besar dan bisa ditukarkan dengan berbagai anion lainnya (Beaudot *et al*, 2004).

Pemanfaatan hidroksi lapis ganda terutama digunakan untuk meningkatkan aplikasinya sebagai absorben dan katalis (Xue *et al*, 2014) walaupun dapat juga digunakan sebagai sensor dan penukar ion. Akan tetapi untuk pemanfaatan tersebut, hidroksi lapis ganda masih perlu dimodifikasi guna memperbesar luas permukaannya.

Modifikasi yang dilakukan untuk penelitian ini melalui proses interkalasi pada material berlapis dengan atom, molekul dan senyawa kompleks menggunakan metode pertukaran ion yaitu atom, molekul atau senyawa kompleks yang disisipkan kedalam hidroksi lapis ganda. Hidroksi lapis ganda yang berperan

sebagai penukar kation (interkalat) sedangkan atom, molekul atau senyawa kompleks sebagai penukar anion (interkalan) (Doeuff *et al*, 1989). Tujuan proses interkalasi ini diharapkan dapat menghasilkan hidroksi lapis ganda terinterkalasi atom, molekul ataupun senyawa kompleks berukuran besar yang secara otomatis luas permukaan dan jarak antar lapisannya pun besar sehingga dapat digunakan sebagai adsorben maupun katalis. Oleh karena itu, dibutuhkan spesi interkalan (atom, molekul, dan senyawa kompleks atau organologam) yang berukuran besar atau makroanion.

Beberapa peneliti telah melakukan modifikasi interkalasi terhadap hidroksi lapis ganda. Penelitian yang dilakukan oleh Shan *et al* (2014) menunjukkan bahwa interkalasi menggunakan atom logam magnesium (Mg) dan alumunium (Al) menghasilkan hidroksi lapis ganda terinterkalasi yang dapat digunakan untuk mengabsorpsi zat warna merah dengan baik. Penelitian yang dilakukan oleh Zhang *et al* (2004) menghasilkan interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa anion karboksilat yang menghasilkan ketinggian sebesar 7,6 Å. Sementara itu, penelitian yang dilakukan oleh Qin *et al* (2014) tentang interkalasi hidroksi lapis ganda dengan asam folat memiliki ketinggian 7 Å, akan tetapi untuk aplikasi sebagai absorben diperlukan senyawa yang memiliki luas permukaan yang besar. Berdasarkan penelitian Kwon dan Pinnavaia (1989), interkalasi hidroksi lapis ganda dengan menggunakan polioksometalat tipe $\alpha[XM_{12}O_{40}]^{n-}$ merupakan senyawa polioksometalat tipe Keggin yang mampu menginsersi hidroksi lapis ganda dengan ketinggian >10 Å lebih baik apabila dibandingkan dengan menggunakan senyawa polioksometalat tipe Keggin tersubtitusi maupun tipe lainnya seperti $\alpha[PW_{12}O_{40}]^{3-}$ dan $\alpha[SiV_3W_9O_{40}]^{4-}$ yang hanya memiliki ketinggian pilar 9,8 Å.

Dalam pemanfaatannya sebagai pewarna tekstil di bidang industri, sebagian besar zat warna yang telah digunakan akan dibuang ke lingkungan. Pada umumnya, zat warna dari limbah industri tekstil ini merupakan senyawa organik yang memiliki struktur aromatik sehingga sulit terdegradasi secara alamiah dan tentunya tidak ramah lingkungan (Saraswati, 2015). Salah satu zat warna yang seringkali digunakan dalam industri tekstil yaitu *congo red*. *Congo red* merupakan zat warna yang memiliki gugus azo ($R - N = N - R$). Sebagai limbah zat warna,

keberadaan zat *congo red* terutama dalam lingkungan air dapat merusak berbagai spesies makluk hidup karena sifat zat warna *congo red* yang mempunyai tingkat toksitas yang cukup tinggi. Apabila zat warna *congo red* terakumulasi dalam tubuh manusia dapat menyebabkan beberapa gangguan kesehatan pada manusia.

Pada penelitian ini dilakukan proses interkalasi hidroksi lapis ganda menggunakan senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ sebagai interkalan. Senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ memiliki kelebihan yang meliputi sifat kereaktifan yang tinggi dan ukuran anion yang lebih besar (makroanion) bila dibandingkan dengan anion ataupun senyawa anionik lainnya. Diharapkan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ mampu meningkatkan sifat jarak antar lapisan dan luas permukaan.

Hidroksi lapis ganda terinterkalasi makroanion senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan analisis TG-DTA untuk mengetahui sifat struktur atau teksturnya. Kemudian, hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ akan digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna *congo red*. Parameter-parameter yang diteliti pada proses adsorpsi meliputi: waktu kontak, konsentrasi zat warna dan pH larutan.

1.2 Rumusan Masalah

Hidroksi lapis ganda merupakan mineral hasil sintesis akan tetapi pemanfaatannya masih banyak kendala karena memiliki jarak antar lapisan dan luas permukaan yang kecil, terutama bila digunakan sebagai adsorben atau katalis. Modifikasi terhadap hidroksi lapis ganda dapat dilakukan untuk meningkatkan jarak antar lapisan dan luas permukaannya, salah satunya melalui proses interkalasi. Hidroksi lapis ganda terlebih dahulu disintesis, selanjutnya diinterkalasi dengan senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ yang diharapkan mampu meningkatkan luas permukaan yang ditunjukkan dari data karakterisasi spektrofotometer FT-IR, XRD dan TG-DTA sehingga mampu menjadi adsorben yang baik dan efektif. Pada aplikasinya sebagai adsorben, hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}O_{40}]\cdot nH_2O$ diharapkan mampu menyerap zat warna *congo red* secara sempurna dan efektif yang

ditunjukkan dari data spektrometer UV-VIS berdasarkan parameter kinetik, termodinamika dan pengaruh pH.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian adalah :

1. Interkalasi hidroksi lapis ganda dengan senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot nH_2O$ dan karakterisasinya dengan spektrofotometer FT-IR, XRD dan analisis TG-DTA.
2. Mengetahui pengaruh adsorpsi *congo red* yang meliputi parameter kinetik, termodinamika dan pH menggunakan hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot nH_2O$ menggunakan UV-VIS.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang interkalasi senyawa polioksometalat $H_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot nH_2O$ pada hidroksi lapis ganda yakni memiliki luas permukaan yang lebih besar agar dapat lebih efektif diaplikasikan sebagai adsorben zat warna *congo red* dalam upaya mengatasi pencemaran zat warna di lingkungan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abderrazek, K., Najouna, F.S., and Srasra, E. 2016. Synthesis and Characterization of [Zn-Al] LDH: Study of The Effect of Calcination on the Photocatalytic Activity. *Applied Clay Science*.119:229-235.
- Adeeywinwo, C., Okorie, N., and Idowu. 2013. Basic Calibration of UV-Visible Spectrofotometer. *Journal of Science and Technology*. 2(3): 247-251
- Abeyasinghe, S., 2012. Keggin-Type Aluminum Nano Clusters: Synthesis, Structural Characterization And Environmental Implications. *Theses and Dissertation*. University of Iowa.
- Beaudot, O., Roy, De., and Besse. 2004. Intercalation of Noble Metal Complexes in LDH Compounds. *Journal of Solid State Chemistry*. 177(8): 2691-2698.
- Bergaya, F. 1995. The Meaning of Surface Area and porosity Measurement of Clays and Pillared Clays. *Journal of porous Materials*. 2(1): 91-96.
- Bi, X., Zhang, H., and Dou, L. 2014. Layered Doble Hydroxide-Based Nanocarriers for Drug Delivery. *Pharmautics*. 6(2):298-332.
- Bhoi, K, S. 2010. Adsorption Characteristic of Congeored Dye onto PAC and GAC Based on S/N Ratio Ataguchi Approach. *Btech Thesis*. National Institute of Tech. India.
- Brunauer, S., Emmett, P., and Teller. 1938. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal. Am. Chem.* 60(2):309-319
- Cavani, F., Trifid, F., and Vacani, A. 2010. Hydrotalcite Type Anionic Clays: Preparation and Properties. *Catalysis Today*. 11:173-301.
- Corma, A. 1997. From Microporous to Mesoporous Molecular Sieve Materials and Their Use in Catalysis. *Chem.Rev.* 1:2373–2419.
- Derrick, M. R., Dustan, S., Landry., and James, M. 1999. *Infrared Spectroscopy in Conversation Science*. The Getty Conservation Institue. Los Angeles.
- Doeuff, M., Kwon, T., and Pannavaia, T, J. 1989. Layered Double Hydroxide Pillared by Polyoxometalate. *Synthetic Materials*. 34:609-615.
- Franchi, J.G., Mangialardo, R.C., Lazzari, R.T., Vog, J.C., Fernandez, J.L., and Yoshida, R. 1991. *Industrial Minerals*. Brazil: Ed.Abbim.

- Gatos and Kocsis. 2005. Effect of Primary and Quaternary Amine Intercalants of The Organoclay Dispersion in Sulfur-Cured EPDM Rubber. *Journal of Polymer*. 49(9): 3069-3076.
- Ginting, A, B. 2005. *Analisis Kestabilan Panas Polimer Menggunakan Metode Thermal Gravimetri*. Puslitbang Teknologi Maju : Batan.
- Goodarzi, A.R., Fateh, S. N., and Shekary, H. 2016. Impact of Organic Pollutants of The Macro and Micro Structure Responses of Na-Bentonite. *Journal Applied Clay Science*. 121: 17-28.
- Gunawan dan Azhari., 2011. *Karakterisasi Spektrometri IR dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas dari Bahan Polimer Polyethelyn Glycol (PEG)*. Medan: UMK.
- Handayani, Sri., Kusumawardani, Cahyono., dan Budiasih, Sri. 2013. *Sintesis Senyawa Sinamalaseton melalui Reaksi Hidrotalsit Mg-Al untuk Aplikasi Tabir Surya*. Yogyakarta: UNY.
- Hassannia, S., and Yadollahi, B. 2015. Zn-Al LDH Nanostructure Pillared by Fe Substituted Keggin Type Polyoxometalate: synthetic and characterization. *Polyhedron*. 99: 260-265.
- Jeon, S., Lei, J., and Kim. 2008. Dye Adsorption Characteristic of Alginate/Polyaspartate Hydrogels. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 14: 726-738.
- Kasam, Andik, Y., dan Titin. 2005. Penurunan COD (Chemical Oxygen Demand) dalam Limbah Cair Laboratorium Menggunakan Filter Karbon Aktif Arang Tempurung Kelapa. *LOGIKA. Journal MIPA*. 2(2): 1410-2315.
- Kim, H. J., Chu, H. J., Moon, J., Han, S. H., and Shul, G. Y. 2009. Preparation of Heteropoly Acid Entraped in Nano Silica Matrix. *Molecular Crystals and Liquid Crystals Journal*. 371: 131-134.
- Kloprogge, Theo, J., and Frost, Ray, L. 1999. Fourier Transform infrared and Raman Spectroscopic Study of The Local Structure of Mg-, Ni-, and Co-Hidrotalcites. *Journal of Solid State Chemistry*. 146: 506-515.
- Kozhevnikov, I.V., 2002. *Catalysis for Fine Chemical Synthesis Catalysis by Polyoxometalate*. UK: University of Liverpoll.

- Kroschwitz , J. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*. Canada : University of Alberta.
- Kuang, Y., Zhao, L., Zhang, S., Zhang, F., Dong, M and Xu, S. 2010. Morphology, Preparation, and Application of LDH Micro/Nanostructure. *Materials*. 3:5220-5235.
- Kwon and Pinnavaia. 1989. Effect of Layered Double Hydroxyde Nanoparticle as Delivery Vehicles for Polioxometalate. *International journal of Nanomedicine*. 61:178-190.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padavon, M., Petrini, G., Bordiga, S., and Zeechina, A. 1997. Catalyst characterization: characterization techniques . *Catalysis Today*. 34: 329-352.
- Lesbani, A. 2009. Sintesis Nano struktur Kristal Ion $[Fe_3O(OOCC_6H_5)_6(H_2O)_3]_4(\alpha-SiW_{12}O_{40}) \cdot 13H_2O$. *Jurnal Sigma*. 12(1):71-77.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padavon, M., Petrini, G., Bordiga, S., dan Zeechina, A. 1997. Catalyst characterization: applications. *Catalysis Today*. 34: 329-352.
- Li, Shou.,Bai, Z., and Choo, D., 2013. Characterization and Friction Performance of Zn/Mg/Al-CO₃ Layered Double Hydroxides. *Applied Surface Science*.284 : 7-12.
- Lin, Xu., Chang-wen, Hu., and En-Bu, W. 1997. Advance in Study of a New Class of Pillared Layered Microporous Material-Polyoxometalate-type Hydrotalcite-Like Catalysis. *Journal of Natural Gas Chemistry*. 6(2): 155.
- Lowell, S and Shields, J.E. 1984. *Powder Surface Area and Porosity*. New york: Chapman and Hall.
- Mahmoud, M.E., Nabil, G., El-Mallah, N., El-Mallah, N., Bassiouny, H., Kumar, S., Abdel-Fattah, T., 2016. Kinetics, isotherm, and thermodynamic studies of the adsorption of reactive red 195 A dye from water by modified Switchgrass Biochar adsorbent. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.34, 321-330.

- Misono, M., 2013. Catalytic of Heteropoly Compounds. *Studies in Surface Science and Catalytic.* 176:97-155.
- Ohlin, C, A., James, R., and William H, C., 2014. The Energetics of Isomerisation in Keggin-Series Aluminate Cations. *Royal Society of Chemistry.* 43: 14533-14536.
- Okuhara, T., Noritaka, M.,and Misono, M., 2001. Catalytic Chemistry of Heteropoly Compounds. *Advance in Catalysis.* 41: 129-131.
- Ozcan, A., Omeroglu, C., Erdogan, Y., and Ozcan, A. 2007. Modification of Bentonite with A Cationic Surfactant: An Adsorption Study of Textile Dye Reactive Blue 19. *Journal of Hazardous.* 140:173-179.
- Pope, M, T. 2003. Synthesis and Structure.*Elsevier Science.* New York.
- Pope, M, T. 1983. *Heteropoly and Isopoly Oxometalates.* John Wiley & Sons, LTD.
- Qin, L., Wang, W., You, S., Dong, J., Zhou, Y., and Wang, J. 2014. In Vitro Antioxidant Activity and In Vivo Antifague Effect of Layered Double Hydroxyde Nanoparticle as Delivery Vehicles for Folic Acid. *International journal of Nanomedicine.* 9:5701-5710.
- Rafiee, E. and Shahbazi, F. 2006. One-pot Synthesis of Dihydropyrimodones Using Silica-Supported Heteropoly Acid as An Efficient and Reusable Catalyst: Improved Protocol Condition For The Biginelli Reaction. *Journal of Molecular Catalysis .A: Chemical.* 250: 57-61.
- Rashed, M, Salwa., and Gaid, Amani. 2004. Kinetics and Thermodinamic Studies on the Adsorption Behavior of Rhodamine B-Dye on Duolite C-20 Resin. *Journal of Saudi Chemistry Society.*16 : 206-215.
- Retnaningsih, N., Roto dan Apriliita, N. 2013. *Pengaruh Rasio Molar Zn/Al Terhadap Sifat Penukar Anion $[Fe(CN)_6]^{4-}$ pada Hidrotalsit Zn-Al- NO_3 dan Zn-Al-Cl.* Yogyakarta: UGM.
- Sartono, A. 2006. Difraksi Sinar XRD. *Tugas Akhir Matakuliah Proyek Laboratorium Departement Fisika FMIPA.* Jakarta: Universitas Indonesia.
- Schecter, I., Barzilai, I., and Bulatov, V. 1997. Online Remote Prediction of Gasoline Properties by Combined Optical Method. *Ana.Chim.Acta.* 339:193-199.

- Scoonheydt, R, A., Pinnavaia, T., Lagaly, G., and Ganga, N. 2009. Pillared Clays and Pillared layered Solids. *Pure abd Applied Chemistry*. 71(12): 2367-2371.
- Schubert, P., Stumpf, E., and Ehrhart. 1990. Preparation of Metal Halide Graphite Intercalation Compound by Intercalate Exchange. *Journal of Molecular Catalysis*. 34(1): 73-78.
- Shan, R., Yan, L., Yang, Y., Yang, K., Yu, S., and Yu, H. 2014. Highly efficient removal of three red dyes by adsorption onto Mg-Al-LDH. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 1-8.
- Sharma, N. 2014. Synthesis, Characterization and Applications of Heteropolyacid Salts as Potentiometric Sensors and Catalyst. *Theses and Dissertation*. Maharishi Markandeshwar University.
- Vincente, M, A. Gil, A., and Bergaya, F. 2013. Chapter 10.5-Pillared Clays and Clays Minerals. *Development in Clay Science*. 5:523-537.
- Woo, M.A., Kim, T.W., Paek, M-J., Ha, H-W., Choy, J-H. and Hwang, S-J. 2011. Phosphate intercalated Ca-Fe-layered double hydroxides: Crystal structure, bonding character, and release kinetics of phosphate. *Journal Solid State Chemistry*. 184: 171-176.
- Warren, E. 1969. *X-ray Diffraction*. Addison-wesley. Public :.Messachssusset.
- Xue, Tianshan.,Gao, Y., Zhang, Z., and Umar, A. 2014. Adsorption of Acid Red From Dye Waster Water by $Zn_2Al\text{-NO}_3$ LDHs and The Resource of Adsorbent Sludge As Nanofilter for Polypropylene. *Journal Alloys and Compounds*. 587: 99-104.
- Zakaria. 2003. Analisis Kandungan Mineal Magnetik pada Batuan Beku dengan Metode X-Ray Difraction. *Skripsi*. Kendari: Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan Universitas Kendari.
- Zhang, J., Zhang, F., Ren, L., and Duan, X. 2004. Synthesis of Layered Double Hydroxide Anionic Clays Intercalated by Carboxylate Anions. *Material Chemistry and Physic*. 85: 207-214.
- Zhang, Y., Su, J., Pang, Q., and Qu, W. 2012. Polyoxometalate intercalated MgAl Layered Double Hydroxide And its Photocatalytic Performance. *Journal of Material Science and Engineering*. 2(1):59-63.