

**SINTESIS HIDROKSI LAPIS GANDA Ni/Fe DAN Ni/Fe
TERINTERKALASI SENYAWA POLIOKSOMETALAT
 $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN
Fe(II) DAN Cr(VI)**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana di
Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



Oleh :

AYU YULIANA

08031281621030

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

2019

HALAMAN PENGESAHAN

**SINTESIS HIDROKSI LAPIS GANDA Ni/Fe DAN Ni/Fe
TERINTERKALASI SENYAWA POLIOKSOMETALAT
 $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN
Fe(II) DAN Cr(VI)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana di Jurusan
Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Oleh :

Ayu Yuliana

08031281621030

Indralaya, Januari 2020

Pembimbing I

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

Pembimbing II

Prof. Aldes Lesbani, Ph.D
NIP. 197408121998021001

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Prof. Dr. Iskhaq Iskandar, M.Sc
NIP. 197210041997021001

LEMBAR PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul “Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dan Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Fe(II) dan Cr(VI)” telah dipertahankan dihadapan Tim Penguji Karya Ilmiah Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 13 Januari 2020.

Indralaya, Januari 2020

Ketua :

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

()

Anggota :

2. **Prof. Aldes Lesbani, Ph.D**
NIP. 19740812199802100
3. **Nurlisa Hidayati, M.Si**
NIP. 197211092000032001
4. **Prof. Dr. Elfita, M.Si**
NIP. 196903261994122001
5. **Dr. Suheryanto, M.Si**
NIP. 196006251989031006

()

()

()

()

Mengetahui,


Dekan FMIPA
Prof. Dr. Iskhaq Iskandar, M.Sc
NIP. 197210041997021001


Ketua Jurusan Kimia,
Dr. Dedi Rohendi, M.T
NIP. 196704191993031001

PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ayu Yuliana
NIM : 08031281621030
Fakultas/Jurusan : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia

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

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini 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.

Indralaya, Januari 2020

Yang Menyatakan,



Ayu Yuliana

NIM. 08031281621030

HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama Mahasiswa : Ayu Yuliana
NIM : 08031281621030
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan,

Saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-eksklusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul “Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Dan Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Fe(II) Dan Cr(VI)”. Dengan hak bebas royalti non-eksklusif 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/pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, Januari 2020

Yang Menyatakan,



Ayu Yuliana

NIM. 08031281621030

LEMBAR PERSEMBAHAN

Skripsi ini adalah tanda syukur ku kepada :

Allah SWT., atas segala rahmat dan kesempatan disetiap langkahku dalam menyelesaikan skripsi ini. Segala syukur ku ucapkan kepada-Mu Ya Rabb, karena sudah menguatkan ku dan menghadirkan orang-orang yang berarti di sekelilingku.

Untuk karya sederhana ini, ku persembahkan kepada :

- ♥ *Kedua orang tua ku, Nurdin dan Sukmawati*
- ♥ *Keluarga Besarku*
- ♥ *Pembimbing skripsi pertama Bapak Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi, M.Si*
- ♥ *Pembimbing skripsi kedua sekaligus Pembimbing Akademik Bapak Prof. Aldes Lesbani, Ph.D*
- ♥ *Seluruh Dosen dan Staff Pegawai FMIPA Universitas Sriwijaya*
- ♥ *Teman-Temanku di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya*
- ♥ *Almamaterku tercinta, Universitas Sriwijaya*

"Kita hidup di dunia yang sinis, kita bekerja di dunia yang sangat kompetitif, dan ketika mencapai puncak kita tidak bisa merasa sempurna, dan terkadang kita baru bisa sempurna karena orang yang kita cintai. Jadi, yang bisa memotivasi diri kita adalah kita sendiri dan motivasi ada di sekitar kita jika kita mau membuka hati. Kembalilah pada hakikat cinta, jangan pernah melupakan orang yang pernah menyempurnakan Doa kita dengan Amin-nya. Kenali Diri, Pahami Diri, dan Mulailah Untuk Memaafkan Diri Sendiri"

KATA PENGANTAR

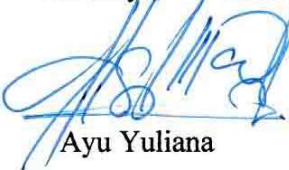
Puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT atas berkah rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul judul “Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Dan Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Fe(II) Dan Cr(VI)”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelas sarjana di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya. Pada kesempatan ini, saya mengucapkan banyak terima kasih kepada :

- Bapak Prof. Dr. Ishak Iskandar, M.Sc selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.
- Bapak Dr. Dedi Rohendi, M.T selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.
- Bapak Dr. rer. nat. Risfidian Mohadi sebagai pembimbing pertama skripsi ini, yang selalu meluangkan waktu untuk turut mensukseskan penyelesaian skripsi ini.
- Bapak Prof. Aldes Lesbani, Ph.D sebagai pembimbing kedua sekaligus dosen pembimbing akademik yang sudah saya anggap sebagai keluarga sendiri, selalu memberikan motivasi dari pertama kali penulis menjalani proses perkuliahan hingga saat ini penulis telah menyelesaikan tugasnya dalam memperoleh gelar sarjana ini. Semoga Allah SWT selalu melindungi Bapak dan Keluarga, semoga kebaikan Bapak selama ini mendapatkan balasan yang indah dari Allah SWT. Amin YRA.
- Seluruh Dosen dan Staff Pegawai di Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sriwijaya.
- Kedua orang tua Nurdin dan Sukmawati serta keluarga besarku atas segala dukungan yang telah diberikan.
- Sahabat terbaikku, teman hidupku sejak 2012 hingga saat ini dan Insha Allah sampai seterusnya, Armien Al Rasyid atas segala bantuan dan semangatnya selama ini. Terima Kasih sudah selalu berada di sampingku apapun keadaannya.

- Sahabat-sahabatku yang tak pernah lelah memberikan semangat dari jauh, Echa, Dhona, Febry, Ninna, Ayudes, Ayuni, Helen, dan Reza.
- Teman-teman yang dari dulu ketika menjalani suka duka perkuliahan hingga skripsi ini selesai. Terima kasih Nabila dan Rabel.
- Teman-teman baru yang mungkin dulu bukan siapa-siapa, tapi dalam menyelesaikan skripsi ini, merekalah penasihat terbaik dan mendengarkan segala curahan hatiku. Terima kasih, Meyliza, Rahmah, Novia, Ayudes, dan Ayas.
- Fahmi, Normah, dan Novie selaku teman-teman seperjuanganku yang sempat menjalani suka duka bersama dalam proses penyelesaian penelitian dalam skripsi ini.
- Teman-teman seperjuangan di Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sriwijaya serta semua pihak yang telah memberikan dukungan, saran, informasi, dan masukan dalam penyelesaian skripsi ini.

Saya menyadari masih banyak sekali terdapat kekurangan dalam skripsi ini, semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Indralaya, Januari 2020



Ayu Yuliana

NIM. 08031281621030

SUMMARY

SYNTHESIS OF Ni/Fe LAYERED DOUBLE HYDROXIDE AND Ni/Fe INTERCALATED BY POLYOXOMETALATE COMPOUND $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ AND ITS APPLICATIONS AS ADSORBENT Fe(II) AND Cr(VI)

Ayu Yuliana : Supervised by Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi, M.Si and Prof. Aldes Lesbani, Ph.D

Chemistry Departement, Mathematics and Natural Sciences Faculty, Sriwijaya University

xix + 97 pages, 26 pictures, 13 tabels, 19 attachments

Synthesis of Ni/Fe layered double hydroxide and Ni/Fe intercalated by polyoxometalate compound of Keggin type $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ was successfully synthesized. Characterization of synthesized material using XRD analysis, FT-IR, and Brunauer Emmet Teller (BET) surface area analysis. The synthesized material was applied as adsorbent Fe(II) and Cr(VI). The results of XRD diffractogram analysis of Ni/Fe layered double hydroxide were successfully synthesized which showed an angle of 2θ at 11.53° with an interlayer space 7.668 \AA and an increase in interlayer space of Ni/Fe layered double hydroxide intercalated to 10.78 \AA . The BET analysis results showed that the surface area of Ni/Fe layered double hydroxide was $18.2525 \text{ m}^2/\text{g}$ and an increase in the surface area of Ni/Fe layered double hydroxide intercalated to $56.6288 \text{ m}^2/\text{g}$. The FT-IR spectrum shows the Ni/Fe layered double hydroxide was successfully synthesized with a vibration at 1381 cm^{-1} (νNO_3^-) and Ni/Fe layered double hydroxide intercalated with characteristic vibration of $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ at $1200\text{-}900 \text{ cm}^{-1}$ ($\nu\text{W}=\text{O}$) and $850\text{-}700 \text{ cm}^{-1}$ ($\nu\text{W-O-W}$). The determination of pH point zero charge synthesized material shows that Ni/Fe layered double hydroxide at pH 9 and Ni/Fe layered double hydroxide intercalated at pH 7. The synthesized material was applied as adsorbent of Fe (II) and Cr (VI) with variety of conditions, such as time, temperature and concentration. The kinetic adsorption parameters show that Ni/Fe layered double hydroxide and Ni/Fe layered double hydroxide intercalated as adsorbent of Fe(II) follows pseudo second order kinetic model with k_2 value of Ni/Fe layered double hydroxide is $0.00166 \text{ g/mg.min}^{-1}$ who greater value than k_2 Ni/Fe layered double hydroxide intercalated is 0.00164 g/mg.min . The adsorption rate of Ni/Fe layered double hydroxide as Cr(VI) adsorbent follows pseudo first order kinetic model and adsorption rate of Ni/Fe layered double hydroxide intercalated as Cr(VI) adsorbent follows pseudo second order kinetic model with the k_1 value of Ni/Fe layered double hydroxide is $0.084 \text{ g/mg.min}^{-1}$ and k_2 value of Ni/Fe layered double hydroxide intercalated 0.001 g/mg.min . The results of adsorption isotherm show that Langmuir adsorption isotherm is better for explaining the Fe(II) adsorption process (monolayer) and Freundlich isotherm model is better for explaining the Cr(VI) adsorption process (multilayer). The thermodynamics adsorption parameters show that the adsorption process of Fe(II) and Cr(VI) is endothermic and more spontaneous at higher temperature.

Keywords : Layered Double Hydroxide, Ni/Fe, Polyoxometalate, Fe(II), Cr(VI).

Citation : 60 (1990-2019)

RINGKASAN

SINTESIS HIDROKSI LAPIS GANDA Ni/Fe DAN Ni/Fe TERINTERKALASI SENYAWA POLIOKSOMETALAT $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN Fe(II) DAN Cr(VI)

Ayu Yuliana : Dibimbing oleh Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi, M.Si dan Prof.
Aldes Lesbani, Ph.D

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya
xix + 97 halaman, 26 gambar, 13 tabel, 19 lampiran

Sintesis hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan Ni/Fe terinterkalasi senyawa polioksometalat tipe Keggin $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ telah berhasil dilakukan. Karakterisasi material hasil sintesis dilakukan menggunakan analisis XRD, FT-IR, dan analisis luas permukaan *Brunauer Emmet Teller* (BET). Material hasil sintesis diaplikasikan sebagai adsorben Fe(II) dan Cr(VI). Hasil analisis difraktogram XRD hidroksi lapis ganda Ni/Fe menunjukkan sudut 2θ pada $11,53^\circ$ dengan jarak antar lapisan sebesar $7,668 \text{ \AA}$ dan telah terjadi kenaikan jarak antar lapisan material hidroksi lapis ganda terinterkalasi menjadi $10,78 \text{ \AA}$. Hasil analisis BET menunjukkan luas permukaan hidroksi lapis ganda Ni/Fe sebesar $18,2525 \text{ m}^2/\text{g}$ dan telah terjadi kenaikan luas permukaan material hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi yakni menjadi $56,6288 \text{ m}^2/\text{g}$. Spektrum FT-IR menunjukkan material hidroksi lapis ganda Ni/Fe berhasil disintesis dengan munculnya vibrasi khas pada 1381 cm^{-1} (νNO_3^-) dan hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi dengan munculnya vibrasi khas senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ yakni pada $1200\text{-}900 \text{ cm}^{-1}$ ($\nu\text{W}=\text{O}$) dan $850\text{-}700 \text{ cm}^{-1}$ ($\nu\text{W-O-W}$). Penentuan pH *point zero charge* material hasil sintesis menunjukkan pH 9 untuk hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan pH 7 untuk hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi. Material hasil sintesis diaplikasikan sebagai adsorben Fe(II) dan Cr(VI) yang dilakukan dalam berbagai variasi kondisi, yakni waktu, temperatur dan konsentrasi. Berdasarkan pengamatan parameter kinetika adsorpsi, material hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan hasil interkalasinya sebagai adsorben ion Fe(II) mengikuti model kinetika *pseudo second order* dengan nilai k_2 hidroksi lapis ganda Ni/Fe yakni $0,00166 \text{ g/mg.min}$ yang bernilai lebih besar daripada k_2 hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi yakni $0,00164 \text{ g/mg.min}$. Laju adsorpsi material hidroksi lapis ganda Ni/Fe sebagai adsorben ion Cr(VI) mengikuti model kinetika *pseudo first order* dan laju adsorpsi material hasil interkalasinya sebagai adsorben ion Cr(VI) mengikuti model kinetika *pseudo second order* dengan nilai nilai k_1 hidroksi lapis ganda Ni/Fe sebesar $0,084 \text{ g/mg.min}^{-1}$ dan k_2 hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi sebesar $0,001 \text{ g/mg.min}$. Hasil isoterm adsorpsi menunjukkan isoterm adsorpsi Langmuir lebih baik untuk menjelaskan proses adsorpsi Fe(II) yakni berlangsung secara *monolayer* sedangkan isoterm Freundlich lebih baik untuk menjelaskan proses adsorpsi Cr(VI) yakni berlangsung secara *multilayer*. Berdasarkan pengamatan termodinamika adsorpsi, proses adsorpsi ion Fe(II) dan ion Cr(VI) berlangsung endotermik dan berlangsung lebih spontan pada temperatur yang lebih tinggi.

Kata kunci : Hidroksi Lapis Ganda, Ni/Fe, Polioksometalat, Fe(II), Cr(VI).

Sitasi : 60 (1990-2019)

Inderalaya, Januari 2020

Pembimbing I



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

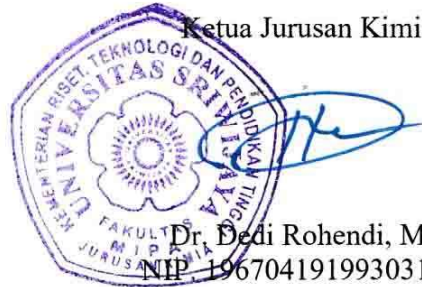
Pembimbing II



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

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia



Dr. Dedi Rohendi, M.T.
NIP. 196704191993031001

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	v
LEMBAR PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
SUMMARY	ix
RINGKASAN	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Hidroksi Lapis Ganda	5
2.1.1 Struktur Hidroksi Lapis Ganda	6
2.1.2 Aplikasi Hidroksi Lapis Ganda	7
2.2 Senyawa Polioksometalat	8
2.2.1 Struktur Senyawa Polioksometalat	9
2.3 Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda dengan Polioksometalat	
Tipe Keggin	10
2.4 Polutan Logam Fe(II) dan Cr(VI) dalam Air	11
2.5 Adsorpsi	12
2.6 Karakterisasi	12

2.6.1	pH <i>Point Zero Charge</i>	12
2.6.2	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	13
2.6.3	Analisis BET	14
2.6.4	Spektrofotometer FT-IR	14
2.6.5	Spektrofotometer UV-Visible	15

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat	17
3.2	Alat dan Bahan	17
3.2.1	Alat	17
3.2.2	Bahan	17
3.3	Prosedur Penelitian	17
3.3.1	Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe	17
3.3.2	Sintesis Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$	18
3.3.3	Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dengan Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$	18
3.3.4	Pengukuran pH <i>Point Zero Charge</i> Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$	19
3.3.5	Pembuatan Larutan Stok	19
3.3.5.1	Pembuatan Larutan Stok Fe(II)	19
3.3.5.2	Pembuatan Larutan Stok Cr(VI)	19
3.3.6	Pembuatan Larutan Standar	19
3.3.6.1	Pembuatan Larutan Standar Fe(II)	19
3.3.6.2	Pembuatan Larutan Standar Cr(VI)	20
3.3.7	Pengompleksan Fe(II) dan Cr(VI)	20
3.3.7.1	Pengompleksan Fe(II)-Fenantrolin	20
3.3.7.2	Pengompleksan Cr(VI)-difenilkarbazida	20
3.3.8	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II) dan Cr(VI)	20

3.3.9	Adsorpsi	20
3.3.9.1	Variasi Waktu Adsorpsi	20
3.3.9.2	Variasi Konsentrasi dan Temperatur Adsorpsi	22
3.4	Analisis Data	22
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Hasil Sintesis Material Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe, Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan Hasil Interkalasinya.....	24
4.2	Hasil Karakterisasi Material Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe, Polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dan Hasil Interkalasinya.....	25
4.2.1.	Analisis XRD	25
4.2.2.	Analisis <i>Brunauer Emmet Teller</i> (BET)	30
4.2.3.	Analisis FT-IR	33
4.3	Penentuan pH <i>Point Zero Charge</i> pada Material Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dan Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat.....	38
4.4	Penentuan Panjang Gelombang pada Absorbansi Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dan Cr(VI)-difenilkarbazida	39
4.5	Aplikasi Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksimetalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ sebagai Adsorben Logam Fe(II) dan Cr(VI)	40
4.5.1	Pengaruh Waktu Adsorpsi	40
4.5.2	Pengaruh Konsentrasi dan Temperatur Adsorpsi	44
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	55
5.2	Saran	55
DAFTAR PUSTAKA		56
LAMPIRAN		62
DAFTAR RIWAYAT HIDUP		97

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Skema struktur hidroksi lapis ganda	6
Gambar 2. Ilustrasi skematis dari struktur [NiFe]-LDH Anion dan air berada dalam ruang interlayer, dan ion Ni ²⁺ atau Fe ³⁺ dikelilingi oleh enam hidroksida dalam koordinasi oktahedral terdistorsi (kiri atas)	6
Gambar 3. Representasi polyhedral dari beberapa struktur umum polioksometalat. a) [M ₆ O ₁₉] ⁿ⁻ (Struktur Lindqvist), b) [Mo ₇ O ₂₄] ⁶⁻ , c) [XM ₆ O ²⁴] ⁿ⁻ (Struktur Anderson), d) [XM ₁₂ O ₄₀] ⁿ⁻ (Struktur Keggin), e) [X ₂ M ₁₈ O ₆₂] ⁿ⁻ (Struktur Dawson)	9
Gambar 4. Senyawa polioksometalat tipe Keggin	10
Gambar 5. Proses interkalasi senyawa [V ₁₀ O ₂₈] ⁶⁻ ke dalam material hidroksi lapis ganda Zn/Al	10
Gambar 6. Difraktogram sinar Ni/Fe-CO ₃	13
Gambar 7. Analisis PW ₁₂ /LDH dengan BET	14
Gambar 8. Spektrum FT-IR NiFe-LDH dan S/NiFe-LDH	15
Gambar 9. Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin	16
Gambar 10. Hasil sintesis material A) Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃], B) senyawa polioksometalat K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O, C) Hidroksi Lapis Ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α-SiW ₁₂ O ₄₀]	24
Gambar 11. Difraktogram hasil karakterisasi material hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃]	26
Gambar 12. Difraktogram hasil karakterisasi material polioksometalat Tipe Keggin K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O	27
Gambar 13. Difraktogram hasil karakterisasi material hasil interkalasi Ni/Fe-[α-SiW ₁₂ O ₄₀]	28
Gambar 14. Pola Difraktogram Material Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃], Senyawa Polioksometalat K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O, Hidroksi Lapis Ganda Hasil Interkalasi Ni/Fe-[α-SiW ₁₂ O ₄₀].....	29

Gambar 15. Grafik adsorpsi-desorpsi nitrogen Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe- [NO ₃] dan Hidroksi Lapis Ganda Hasil Interkalasi Ni/Fe-[α - SiW ₁₂ O ₄₀]	30
Gambar 16. Isoterm adsorpsi-desorpsi Tipe IV	31
Gambar 17. <i>Hysteresis</i> Tipe IV	31
Gambar 18. Spektrum IR hasil karakterisasi material hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃]	33
Gambar 19. Spektrum IR hasil karakterisasi material polioksometalat Tipe Keggin K ₄ [α -SiW ₁₂ O ₄₀] \cdot nH ₂ O	35
Gambar 20. Spektrum IR hasil karakterisasi material hasil interkalasi Ni/Fe- [α -SiW ₁₂ O ₄₀]	36
Gambar 21. Spektrum IR Material Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃], Senyawa Polioksometalat K ₄ [α -SiW ₁₂ O ₄₀] \cdot nH ₂ O, Hidroksi Lapis Ganda Hasil Interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀].....	38
Gambar 22. Kurva Penentuan pH <i>point zero charge</i>	39
Gambar 23. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dan Cr(VI)-Difenilkarbazida	40
Gambar 24. Pengaruh waktu kontak adsorpsi logam Fe(II) dengan adsorben hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi senyawa polioksimetalat K ₄ [α -SiW ₁₂ O ₄₀] \cdot nH ₂ O ..	41
Gambar 25. Pengaruh Konsentrasi dan Temperatur terhadap Adsorpsi logam Fe(II) menggunakan A) Adsorben Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe; B) Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi	45
Gambar 26. Pengaruh Konsentrasi dan Temperatur terhadap Adsorpsi logam Cr(VI) menggunakan A) Adsorben Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe; B) Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi	45

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Data <i>d-spacing</i> Ni/Fe-[NO ₃] dan LDH hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	30
Tabel 2. Data isoterm <i>Brunauer, Emmet</i> dan Teller (BET) hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan material hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi senyawa polioksometalat Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	32
Tabel 3. Hasil analisis spektrum IR hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃]	34
Tabel 4. Hasil analisis spektrum IR senyawa Polioksometalat K ₄ [α -SiW ₁₂ O ₄₀] $\cdot n$ H ₂ O	36
Tabel 5. Hasil analisis spektrum IR hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀] ...	37
Tabel 6. Data parameter kinetika adsorpsi logam Fe(II)	42
Tabel 7. Data parameter kinetika adsorpsi logam Cr(VI)	43
Tabel 8. Data Isoterm Adsorpsi logam Fe(II) menggunakan Model Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich dengan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Hasil Interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	46
Tabel 9. Data Isoterm Adsorpsi logam Cr(VI) menggunakan Model Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich dengan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Hasil Interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	47
Tabel 10. Data entalpi (ΔH), entropi (ΔS), energi bebas Gibbs (ΔG) dan kapasitas adsorpsi (Q_e) pada adsorpsi logam Fe(II) dengan adsorben hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃] terhadap pengaruh temperatur.....	49
Tabel 11. Data entalpi (ΔH), entropi (ΔS), energi bebas Gibbs (ΔG) dan kapasitas adsorpsi (Q_e) pada adsorpsi logam Cr(VI) dengan adsorben hidroksi lapis ganda Ni/Fe hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀] terhadap pengaruh temperatur	50

Tabel 12. Data entalpi (ΔH), entropi (ΔS), energi bebas Gibbs (ΔG) dan kapasitas adsorpsi (Q_e) pada adsorpsi logam Cr(VI) dengan adsorben hidroksi lapis ganda Ni/Fe-[NO ₃] terhadap pengaruh temperatur.....	51
Tabel 13. Data entalpi (ΔH), entropi (ΔS), energi bebas Gibbs (ΔG) dan kapasitas adsorpsi (Q_e) pada adsorpsi logam Cr(VI) dengan adsorben hidroksi lapis ganda Ni/Fe hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀] terhadap pengaruh temperatur	52

DAFTAR LAMPIRAN

		Halaman
Lampiran 1.	Data Difraktogram XRD Hirdoksi Lapis Ganda Ni/Fe [NO ₃]	62
Lampiran 2.	Data Difraktogram XRD Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O	63
Lampiran 3.	Data Difraktogram XRD Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi Polioksometalat K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O.....	64
Lampiran 4.	Data Isoterm <i>Brunauer, Emmet</i> dan <i>Teller</i> (BET) Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe	65
Lampiran 5.	Data Isoterm <i>Brunauer, Emmet</i> dan <i>Teller</i> (BET) Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O	69
Lampiran 6.	Data Spektrum FT-IR Hirdoksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃]	72
Lampiran 7.	Data Spektrum FT-IR Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O.....	73
Lampiran 8.	Data Spektrum FT-IR Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi Polioksometalat K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O.....	74
Lampiran 9.	Data Penentuan pH <i>point zero charge</i> Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe dan Hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat K ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]·nH ₂ O	75
Lampiran 10.	Data Penentuan Panjang Gelombang pada Absorbansi Maksimum untuk Kompleks Fe(II)-Fenantrolin	76
Lampiran 11.	Data Penentuan Panjang Gelombang pada Absorbansi Maksimum untuk Kompleks Cr(VI)-Difenilkarbazida.....	77
Lampiran 12.	Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dan Cr(VI)-Difenilkarbazida.....	78
Lampiran 13.	Data pengaruh waktu adsorpsi ion Fe(II) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α-SiW ₁₂ O ₄₀]	80

Lampiran 14. Data pengaruh waktu adsorpsi ion Cr(VI) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	81
Lampiran 15. Perhitungan parameter kinetik adsorpsi ion Fe(II) dan Cr(VI) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	82
Lampiran 16. Data pengaruh konsentrasi dan temperatur adsorpsi ion Fe(II) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	86
Lampiran 17. Data pengaruh konsentrasi dan temperatur adsorpsi ion Cr(VI) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀].....	89
Lampiran 18. Perhitungan parameter isoterm adsorpsi ion Fe(II) dan Cr(VI) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀].....	92
Lampiran 19. Perhitungan parameter termodinamika adsorpsi ion Fe(II) dan Cr(VI) dengan adsorben hidroksi Lapis Ganda Ni/Fe-[NO ₃] dan hidroksi lapis ganda hasil interkalasi Ni/Fe-[α -SiW ₁₂ O ₄₀]	95

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Material anorganik seperti hidroksi lapis ganda telah diaplikasikan secara luas sebagai katalis, agen biologis, penyimpanan dan konversi energi (Lei *et al.*, 2017). Hidroksi lapis ganda memiliki berbagai kelebihan, antara lain sistemnya yang sangat menarik karena strukturnya yang kuat, memiliki berbagai komposisi dan sifat fleksibel yang dapat dimodulasi secara halus dengan pemilihan kation logam yang sesuai, efektif, mudah disintesis, serta non-toksitas (Li *et al.*, 2017, Tran *et al.*, 2017, Lei *et al.*, 2017, Palapa *et al.*, 2018). Hidroksi lapis ganda telah dianggap sebagai bahan adsorben yang sangat baik untuk pengolahan air limbah karena luas permukaannya yang tinggi, struktur berlapis, dan dapat terjadi pertukaran ion antar lapisan (Zubair *et al.*, 2018).

Hidroksi lapis ganda telah banyak disintesis sebagai adsorben untuk proses adsorpsi. Elmoubarki *et al.*, (2017) telah melakukan sintesis hidroksi lapis ganda Ni/Fe dengan metode kopresipitasi yang kemudian digunakan sebagai adsorben zat warna. Selain adsorben untuk zat warna, hidroksi lapis ganda juga bisa digunakan sebagai adsorben logam berat. Logam Fe(II) dan logam Cr(VI) adalah contoh logam berat yang mencemari lingkungan perairan. Logam Cr(VI) bersifat labil, beracun, dan karsinogenik untuk makhluk hidup (Umayah dkk, 2018). Logam Fe dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah berlebih dapat menimbulkan efek racun yang berdampak pada kesehatan manusia diantaranya bisa menyebabkan keracunan (muntah), kerusakan usus, penuaan dini hingga kematian mendadak (Supriyantini dan Endrawati, 2015).

Tran *et al.*, (2017) telah melakukan sintesis hidroksi lapis ganda Mg/Al yang digunakan sebagai adsorben logam Pb(II), Cd(II), dan Ni(II). Dalam penelitian Bakr *et al.*, (2015) dilakukan adsorpsi penyerapan logam Fe(II) oleh hidroksi lapis ganda Co/Mo dengan ion karbonat di dalam interlayernya. Goswamee *et al.*, (1998) juga telah melakukan adsorpsi logam Cr(VI) menggunakan adsorben hidroksi lapis ganda Mg/Al, Zn/Cr, dan Ni/Al.

Susunan hidroksi lapis ganda dituliskan oleh Tran *et al.*, (2017) yakni terdiri atas lapisan permukaan yang berisi kation logam bermuatan positif yang distabilkan oleh anion bermuatan negatif yang terletak di interlayernya. Dalam penelitian Li *et al.*, (2017) menyebutkan bahwa material hidroksi lapis ganda memiliki interaksi interlayer yang relatif lemah, oleh karena itu sangat berkembang metode untuk memodifikasi material tersebut tanpa mengubah struktur aslinya. Salah satu tujuan modifikasi material ini yakni memperbesar jarak interlayernya. He *et al.*, (2017) dalam jurnalnya menjelaskan interlayer pada hidroksi lapis ganda dapat dimodifikasi untuk memperbesar jarak interlayernya. Interkalasi ini dilakukan dengan menggantikan anion yang ada di dalam interlayer dengan anion lain yang berukuran lebih besar.

Anion polioksometalat termasuk salah satu anion yang berukuran besar. Omwoma *et al.*, (2013) mengatakan bahwa polioksometalat dapat diinterkalasi ke dalam hidroksi lapis ganda. Menurut Hasenknopf, (2005) beberapa macam struktur senyawa polioksometalat antara lain Struktur Lindqvist, Struktur Anderson, Struktur Keggin, Struktur Dawson. Lesbani, (2012) menuliskan senyawa polioksometalat Tipe Keggin memberikan efek yang bagus terutama dalam aplikasi katalitik dengan metode penukaran ion serta mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi. Metode pertukaran ion menjadi salah satu metode interkalasi hidroksi lapis ganda (Omwoma *et al.*, 2013). Taher *et al.*, (2015) telah melakukan adsorpsi logam Fe(II) menggunakan adsorben hidroksi lapis ganda Ca/Al dan hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi anion polioksometalat tipe Keggin $[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]^{4-}$ menghasilkan bahwa adsorpsi Fe(II) hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi $[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]^{4-}$ memiliki kapasitas adsorpsi yang sedikit lebih tinggi daripada hidroksi lapis ganda tanpa interkalasi. Kenaikan jumlah Fe(II) yang teradsorpsi menggunakan hidroksi lapis ganda Ca/Al mencapai empat kali lipat apabila dibandingkan dengan material yang tidak diinterkalasi.

Pada penelitian ini dilakukan proses sintesis hidroksi lapis ganda Ni/Fe dimana Ni sebagai kation logam divalen (M^{2+}) dan Fe sebagai kation logam trivalen (M^{3+}). Material hidroksi lapis ganda Ni/Fe hasil sintesis kemudian diinterkalasi dengan senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Material hidroksi lapis

ganda Ni/Fe hasil sintesis dan hasil interkalasi dikarakterisasi dengan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), analisis BET (*Brunauer Emmet Teller*), Spektrofotometer FT-IR dan pH *point zero charge*. Material hidroksi lapis ganda Ni/Fe hasil sintesis dan hasil interkalasi tersebut diaplikasikan sebagai adsorben logam Fe(II) dan Cr(VI). Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi yang dipelajari antara lain variasi waktu adsorpsi, variasi konsentrasi ion logam, dan variasi temperatur adsorpsi.

1.2 Rumusan Masalah

Hidroksi lapis ganda yang disintesis digunakan sebagai adsorben untuk proses adsorpsi logam berat. Material hidroksi lapis ganda memiliki interaksi interlayer yang relatif lemah dan kecil, oleh karena itu interlayer pada hidroksi lapis ganda perlu dimodifikasi untuk memperbesar jarak interlayernya. Modifikasi hidroksi lapis ganda salah satunya dengan proses interkalasi. Interkalasi ini dilakukan dengan menggantikan anion yang ada di dalam interlayer dengan anion lain yang berukuran lebih besar sehingga kapasitas adsorpsi juga dapat meningkat dan adanya selektivitas terhadap logam berat dalam adsorpsi.

Pada penelitian ini dilakukan proses adsorpsi ion logam Fe(II) dan Cr(VI) menggunakan adsorben hasil sintesis berupa hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi yang dipelajari antara lain variasi waktu adsorpsi untuk mengetahui waktu maksimum adsorben menyerap adsorbat, serta variasi konsentrasi ion logam dan variasi temperatur adsorpsi untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dan selektivitas dari adsorben terhadap adsorbat ion logam Fe(II) dan ion logam Cr(VI).

1.3 Tujuan Penelitian

1. Sintesis hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan interkalasi hidroksi lapis ganda Ni/Fe dengan senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]$ dan karakterisasinya menggunakan analisis XRD, analisis BET, spektrofotometer FT-IR, dan analisis pH *point zero charge*.

2. Mempelajari adsorpsi ion logam Fe(II) dan Cr(VI) dengan hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan hidroksi lapis ganda Ni/Fe terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]$ melalui variasi waktu adsorpsi, variasi konsentrasi ion logam, dan variasi temperatur adsorpsi.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi sintesis hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan interkalasi hidroksi lapis ganda Ni/Fe dengan senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$.
2. Memberikan informasi aplikasi hidroksi lapis ganda Ni/Fe dan interkalasi hidroksi lapis ganda Ni/Fe dengan senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dalam proses adsorpsi logam Fe(II) dan Cr(VI).

DAFTAR PUSTAKA

- Adeeyinwo, C.E., Okorie, N.N., and Idowu, G.O. 2013. Basic Calibration of UV/Visible Spectrophotometer. *International Journal of Science and Technology*. 2(3): 247-251.
- Afos, F.T., Suyani, H., dan Deswati. 2014. Optimasi Penentuan Fe(III), Co(II) dan Cr(III) Secara Simultan dengan Voltametri Striping Adsorptif (AdSV) Menggunakan Kalkon Sebagai Pengompleks. *Jurnal Kimia Unand*. 3(4): 1-9.
- Ayawei, N., Godwin, J., and Wankasi, D. 2015. Synthesis and Sorption Studies of The Degradation of Congo Red By Ni-Fe Layered Double Hydroxides. *International Journal Chemistry Science*. 13(3): 1197-1217.
- Bakr, A.A., Mostafa, M.S., Eshaq, G., and Kamel, M.M. 2015. Kinetics of Uptake of Fe(II) from aqueous solution by Co/Mo Layered Double Hydroxide. *Desanilation and Water Treatment Journal*. 56(1): 1-8.
- Bambang, A.G., Fatimawali, Kojong, N.S. 2014. Analisis Cemaran Bakteri *Coliform* dan Identifikasi *Escherichia coli* pada Air Isi Ulang dari Depot di Kota Manado. *Jurnal Ilmah Farmasi Pharmacon*. 3(3): 325-334.
- Bontchev, R.P., Liu, S., Krumhansl, J.L., Voigt, J., and Nenoff, T.M. 2003. Synthesis, Characterization and Ion Exchange Properties of Hydrotalcite $Mg_6Al_2(OH)_{16}(A)_x(A')_{2-x}4H_2O$ (A, A'=Cl⁻, Br⁻, I⁻ and NO₃⁻, 2≥x≥0) derivaties. *Chem. Mater*. 15(19): 3669–3675.
- Car, P.E and Patzke, G.R. 2015. The Fascination of Polyoxometalate Chemistry. *Inorganics*. 3: 511-515.
- Chotijah, S., Fadli, A., dan Komalasari. 2018. Kinetika Adsorpsi Ion Logam Cu²⁺ Menggunakan *Trialcium Phosphate* sebagai Adsorben. *Jom FTEKNIK*. 5(1): 1-5.
- Cychoz, K.A and Thommes, M. 2018. Progress in The Physisorption Characterization of Nanoporous Gas Storage Materials. *Engineering*. 4: 559-566.
- Dorniani, D., Hussein, M.Z.B., Kura, A.U., Fakurazi, S., Shaari, A.H., and Ahmad, Z. 2012. Preparation of Fe₃O₄ Magnetic Nanoparticles Coated with Gallic Acid for Drug Delivery. *International Journal of Nanomedicine*. 7: 5745-5756.

- Doungmo, G., Kamgaing, T., Temgoua, R.C.T., Ymele, E., Tchieno, F.M.M., and Tonle, I.K. Intercalation of Oxalate Ions in The Interlayer Space of A Layered Double Hydroxides for Nickel Ions Adsorption. *International Journal of Basic and Applied Sciences*. 5(2): 144-150.
- Effendi, Z., dan Astuti. 2016. Pengaruh Suhu Aktivasi terhadap Morfologi dan Jumlah Pori Karbon Aktif Tempurung Kemiri sebagai Elektroda. *Jurnal Fisika Unand*. 5(4): 297-302.
- Elmourbarki, R., Mahjoubi, F.Z., Elhalil, A., Tounsadi, H., Abdennouri, M., Sadiq, M., Qourzal, S., Zouhri, A and Barka, N. 2017. Ni/Fe and Mg/Fe Layered Double Hydroxide and Their Calcined Derivatives: Preparation, Characterization and Application on Textile Dyes Removal. *Journal of Material Research and Technology*. 6(3): 271-283.
- Eshaq, G., Rabie, A.M., Bakr, A.A., Mady, A.H., and Elmetwally, A.E. 2015. Cr(VI) Adsorption from Aqueous Solutions Onto Mg-Zn-Al LDH and Its Corresponding Oxide. *Desalination and Water Treatment*. ISSN: 1-11.
- Ginsberg, A.P. 1990. *Inorganic Synthesis*. A Wiley-Interscience Publication: Canada.
- Goswamee, R.L., Sengupta, P., Bhattacharyya, K.G., and Dutta, D.K. 1998. Adsorption of Cr(VI) in Layered Double Hydroxides. *Applied Clay Science*. 13: 21-34.
- Hajar, E.W.I., Sitorus, R.S., Mulianingtias, N., dan Welan, F.J. 2016. Efektivitas Adsorpsi Logam Pb^{2+} dan Cd^{2+} Menggunakan Media Adsorben Cangkang Telur Ayam. *Konversi*. 5(1): 1-7.
- Hanifah, Y and Palapa, N.R. 2016. Mg/Al Double Layer Hydroxides: Intercalation With $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$. *Science and Technology Indonesia*. 1(1): 16-19.
- Hasenknopf, B. 2005. Polyoxometalates: Introduction to A Class of Inorganic Compounds and Their Biomedical Applications. *Frontiers in Bioscience*. 10: 275-287.
- He, X., Qiu, X., Hu, C., and Liu, Y. 2017. Treatment of Heavy Metal Ions in Wastewater Using Layered Double Hydroxides. *Journal of Dispersion Science and Technology*. ISSN: 1-33.

- Hunter, B.M., Hieringer, W., Winkler, J.R., Gray, H.B., and Muller, A.M. 2016. Effect of Interlayer Anions on [NiFe]-LDH Nanosheet Water Oxidation Activity. *Energy and Environmental Science*. 9: 1734-1743.
- Kano, N and Zhang, S. 2018. Adsorption of Heavy Metals on Layered Double Hydroxides (LDHs) Intercalated with Chelating Agents. *IntechOpen*. 1-19.
- Kapasiang, T., Bukit, M., dan Tarigan, J. 2017. Penentuan Morfologi Permukaan dan Sifat Fisis serta Sifat Mekanik Batu Bata Asal Tanah Merah Kabupaten Kupang Nusa Tenggara Timur. *Jurnal Fisika Sains dan Aplikasinya*. 2(2): 92-100.
- Kusumawardhani, N., Sulistyarti, H., dan Atikah. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan pH Optimum dalam Pembuatan Tes Kit Sianida Berdasarkan Pembentukan Hidrindantin. *Kimia Student Journal*. 1(1): 711-717.
- Lei, C., Pi, M., Kuang, P., Guo, Y., and Zhang, F. 2017. Organic Dye Removal From Aqueous Solutions by Hierarchical Calcined Ni-Fe Layered Double Hydroxides: Isotherm, Kinetic, and Mechanism Studies. *Journal of Colloid and Interface Science*. ISSN: 1-24.
- Lelifajri. 2010. Adsorpsi Ion Logam Cu(II) Menggunakan Lignin dari Limbah Serbuk Kayu Gergaji. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 7(3): 126-129.
- Leofanti, G., Tozzolo, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., and Zecchina, A. 1997. Catalyst Characterization: Characterization Techniques. *Catalysis Today*. 34: 307-327.
- Lesbani, A. 2012. Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin Tersubstitusi Vanadium Menggunakan FT-IR dan ^{51}V NMR. *Molekul*. 7(1): 1-8.
- Lesbani, A., and Mohadi, R. Bronsted Acid of Keggin Type Polyoxometalate Catalyzed Pinacol Rearrangement. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*. 9(2): 136-141.
- Li, T., Miras, H.N., and Song, Y.F. 2017. Polyoxometalate (POM)-Layered Double Hydroxides (LDH) Composite Materials: Design and Catalytic Applications. *Catalysts*. 7(260): 1-17.

- Loga, M.C dan Kambuno, N.T. 2014. Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam Tepung Terigu dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Info dan Kesehatan*. 12(1): 599-605.
- Ma., J., Yang, M., Chen, Q., Zhang, S., Cheng, H., Wang, S., Liu, L., Zhang, C., Tong, Z and Chen, Z. 2017. Comparative Study of Keggin-Type Polyoxometalate Pillared Layered Double Hydroxides Via Two Synthetic Routes: Characterization and Catalytic Behavior in Green Epoxidation of Cyclohexene. *Applied Clay Science*. 150: 210-216.
- Maihendra, Fadli, A., dan Zultiniar. 2016. Kinetika Adsorpsi pada Penjerapan Ion Timbal Pb^{2+} Terlarut dalam Air Menggunakan Partikel *Tricalcium Phosphate*. *Jom FTEKNIK*. 3(2): 1-5.
- Me, W., Mohadi, R., and Lesbani, A. 2016. Thermal Stability and Acidity of Silica Supported Keggin Type $K_4 [\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$. *Indonesia Journal of Fundamental and Applied Chemistry*. 1(1): 24-28.
- Morti, T., Destiarti, L., dan Idiawati, N. 2018. Penentuan Kadar Besi (Fe) pada Air Gambut menggunakan Spektrofotometer Ultra Violet Visible dengan Perbandingan Pengompleks Fenantrolin dan Alizarin Red S. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 7(3): 109-117.
- Nuriadi, Napitupulu, M., dan Rahman, N. 2013. Analisis Logam Tembaga (Cu) Pada Buangan Limbah Tromol (Tailing) Pertambangan Poboya. *Jurnal Akademika Kimia*. 2(2): 90-96.
- Omwoma, S., Chen, W., Tsunashima, R and Song, Y.F. 2013. Recent Advances on Polyoxometalates Intercalated Layered Double Hydroxides: From Synthetic Approaches to Functional Material Applications. *Coordination Chemistry Reviews*. 111: 1-29.
- Palapa, N.R., Taher, T., Mohadi, R., Said, M., and Lesbani, A. Synthesis of Ni/Al Layered Double Hydroxides (LDHs) for Adsorption of Malachite Green and Direct Yellow Dyes from Solution: Kinetic and Thermodynamic. *AIP Conference Proceedings*. 2026: 1-8.
- Rahman, L., dan Maharani, D.K. 2013. Kajian Karakterisasi Spektrofotometri Infra Merah dan Difraksi Sinar X Katalis Oksida Logam Cu/Ni/ γ - Al_2O_3 . *Unesa Journal of Chemistry*. 2(3): 109-111.
- Sakinah, S., Bahruddin, dan Zultiniar. 2016. Pengaruh Diameter dan Panjang Serat Pelepah Sawit Terhadap Sifat dan Morfologi Wood Plastic Composite (WPC). 3(2): 1-8.

- Sari, I.P., Said, M., and Lesbani, A. 2017. Pillarization of Layer Double Hydroxides (Mg/Al) with Keggin Type $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ and Its Application as Adsorbent of Procion Red Dye. *Science and Technology Indonesia*. 2(3): 71-75.
- Shen, Y., Zhao, X., Zhang, X., Li, S., Liu, D., and Fan, L. 2015. Removal of Cu^{2+} From the Aqueous Solution by Tartrate-intercalated Layered Double Hydroxides. *Desalination and Water Treatment*. 1072954: 1-9.
- Sjahfirdi, L., Aldi, N., Maheshwari, H., dan Astuti, P. 2015. Aplikasi *Fourier Transform Infrared* (Ftir) Dan Pengamatan Pembengkakan Genital Pada Spesies Primata, Lutung Jawa (*Trachypithecus Auratus*) Untuk Mendeteksi Masa Subur. *Jurnal Kedokteran Hewan*. 9(2): 156-160.
- Supriyantini, E dan Endrawati, H. 2015. Kandungan Logam Berat Besi (Fe) Pada Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (*Perna viridis*) di Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*. 18(1): 38-45.
- Syauqiah, I., Amalia, M., dan Kartini, H.A. 2011. Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengaduk pada Proses Adsorpsi Limbah Logam Berat dengan Arang Aktif. *Info Teknik*. 12(1): 11-20.
- Taher, T., Christina, M.M., Said, M., Hidayati, N., Ferlinahayati., and Lesbani, A. 2019. Removal of Iron(II) Using Intercalated Ca/Al Layered Double Hydroxide with $[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]^{4-}$. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering*. 14(2): 1-8.
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A.V., Olivier, J.P., Reinoso, F.R., Rouquerol J., and Sing, K.S.W. 2015. Physisorption of Gases, with Special Reference to The Evaluation Area and Pore Size Distribution (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chemist*. 87(9-10): 1051-1069.
- Tran, H.N., Lin, C.C., and Chao, H.P. 2017. Amino Acids-Intercalated Mg/Al Layered Double Hydroxides as Dual-Electronic Adsorbent for Effective Removal of Cationic and Oxyanionic Metal Ions. *Separation and Purification Technology*. ISSN: 1-39.
- Tutu, R., Subaer, dan Usman. 2015. Studi Analisis Karakterisasi dan Mikrostruktur Mineral Sedimen Sumber Air Panas Sulili di Kabupaten Pinrang. *Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika*. 11(2): 192-201.
- Umayah, I., Sulistyanyingsih, T., dan Kusumastuti, E. 2018. Preparasi Nanopartikel Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit secara Kopersipitasi serta Aplikasinya

sebagai Adsorben Ion Cr(VI). *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(2): 140-145.

- Valente, J.S., Gattorno, G.R., Orta, M.V and Garcia, E.T. 2012. Thermal Decomposition Kinetics of Mg-Al Layered Double Hydroxides. *Materials Chemistry and Physics*. 133(23): 621-629.
- Verma, G. 2013. FTIR Spectroscopy – A Technique for the Evaluation of Edible Oil Oxidation. *International Journal of Science and Research (IJSR)*. 5(1): 294-296.
- Wang, T., Li, C., Wang, C., and Wang, H. 2017. Biochar/MnAl-LDH Composites for Cu(II) Removal From Aqueous Solution. *Colloids and Surfaces: Physicochemical and Engineering*. ISSN: 1-25.
- Warono, D dan Syamsudin. 2013. Unjuk Kerja Spektrofotometer untuk Analisa Zat Aktif Ketoprofen. *Konversi*. 2(2): 57-65.
- Widayatno, T., Yuliawati, T., dan Susilo, A.A. 2017. Adsorpsi Logam Berat (Pb) dari Limbah Cair dengan Adsorben Arang Bambu Aktif. *Jurnal Teknologi Bahan Alam*. 1(1): 17-23.
- Wiyantoko, B., Kurniawati, P., Purbaningtyas, T.E., dan Fatimah, I. 2015. Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al Molar Ratios. *Procedia Chemistry*. 17: 21-26.
- Yullah, Z.T. 2013. Sintesis dan Uji Aktivitas Katalitik Fe₃O₄ dari Campuran Limbah Wire Plating Sludge dan FeSO₄ pada Efisiensi Pembakaran Batu Bara. *Skripsi Kimia*. IPB: Bogor.
- Yun, S.K., dan Pinnavaia, T.J. 1996. Layered Double Hydroxides Intercalated by Polyoxometalate Anions with Keggin (α -H₂W₁₂O₄₀⁶⁻), Dawson (α -P₂W₁₈O₆₂⁶⁻), and Finke (Co₄(H₂O)₂(PW₉O₃₄)₂¹⁰⁻) Structures. *Inorganic Chemistry*. 35(23): 6853-6850.
- Zubair, M., Jarrah, N., Ihsanullah, Khalid, A., Manzar, M.S., Kazeem, T.S., and Al-Harhi, M.A. 2018. Starch NiFe Layered Double Hydroxide Composites: Efficient Removal of Methyl Orange from Aqueous Phase. *Journal of Molecular Liquids*. 249: 254-264.