

**HIDROKSI LAPIS GANDA Mg/Al DAN Ca/Al  
TERINTERKALASI POLIOKSOMETALAT  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$   
SEBAGAI MATERIAL PENYIMPANAN HIDROGEN**

**SKRIPSI**

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



**DANANG ABRIYANTO**

**08031381320015**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2018**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**HIDROKSI LAPIS GANDA Mg/Al DAN Ca/Al TERINTERKALASI  
POLIOKSOMETALAT  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  SEBAGAI MATERIAL  
PENYIMPANAN HIDROGEN**

**SKRIPSI**

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

Oleh:

**DANANG ABRIYANTO**

**08031381320015**

Indralaya, 22 Januari 2018

**Pembimbing I**



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

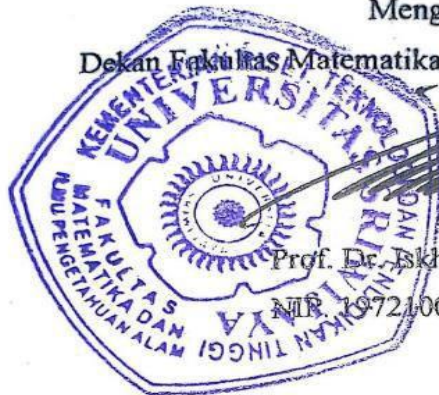
**Pembimbing II**



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

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Prof. Dr. Iskhak Iskandar, M. Sc.**  
**NIP. 197210041997021001**

## HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul “Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al Dan Ca/Al Terinterkalasi Polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  Sebagai Material Penyimpanan Hidrogen” telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Ilmiah Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 22 Januari 2018 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai masukan yang diberikan.

Indralaya, 22 Januari 2018

Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah berupa Skripsi

Ketua :

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

Anggota :

2. **Prof. Aldes Lesbani, Ph.D.**  
NIP. 197408121998021001
3. **Dr. Muharni, M.Si**  
NIP. 196903041994122001
4. **Nurlisa Hidayati, M.Si**  
NIP. 197211092000032001
5. **Zainal Fanani, M.Si**  
NIP. 196708211995121001

Mengetahui,



Dekan

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



Ketua Jurusan Kimia

Dr. Dedi Rohendi, M.T  
NIP. 196704191993031001

1

## PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama Mahasiswa : Danang Abriyanto  
NIM : 08031381320015  
Fakultas/Jurusan : MIPA/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.

Indralaya, Januari 2018

Penulis,



Danang Abriyanto

NIM.08031381320015

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK  
KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

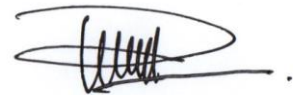
Nama Mahasiswa : Danang Abriyanto  
NIM : 08031381320015  
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia  
Jenis Karya : Skripsi

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 “Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al dan Ca/Al Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  sebagai Material Penyimpanan Hidrogen“. 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 2018

Yang menyatakan,



Danang Abriyanto

NIM.08031381320015

*“Meraih masa depan yang cerah tidak akan didapatkan dengan mudah, kamu harus mau berkorban untuk mendapatkannya”*

*“Hidup ini seperti sepeda. Agar tetap seimbang, kau harus terus bergerak”*

*Puji syukur hanyalah milik ALLAH SWT dan Nabi Muhammad SAW sebagai panutan*

*Skripsi ini kupersembahkan kepada:*

- ❖ Kedua orang tuaku*
- ❖ Adik (Ersi dan Hafif)*
- ❖ Almamaterku (Universitas Sriwijaya)*

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur hanyalah milik Tuhan Yang Maha Esa semata, kita memujinya, memohon pertolongan dan ampunan hanya kepada-Nya dan pada akhirnya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul : “Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al dan Ca/Al Terinterkalasi Senyawa Polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  Sebagai Penyimpanan Hidrogen”. Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Sriwijaya.

Proses penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari berbagai rintangan, mulai dari pengumpulan literatur, pengumpulan data sampai pada pengolahan data maupun dalam tahap penulisan. Namun dengan kesabaran dan ketekunan yang dilandasi dengan rasa tanggung jawab selaku mahasiswa dan juga bantuan dari berbagai pihak, baik material maupun moril selesai sudah penulisan skripsi ini.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak **Dr. Dedi Rohendi M.T** dan Bapak **Prof. Aldes Lesbani, Ph.D** yang telah banyak memberikan bimbingan, motivasi, saran dan petunjuk kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada:

1. Hibah Profesi Tahun 2017
2. Bapak Prof. Iskhaq Iskandar, M.Sc., selaku Dekan MIPA, Universitas Sriwijaya.
3. Bapak Dr. Dedi Rohendi, M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
4. Bapak Dr. Muhammad Said, M.T., selaku Sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
5. Ibu Dr. Muharni M.Si., selaku dosen Pembimbing Akademik.
6. Bapak Zainal Fanani, M.Si, Ibu Dr. Muharni, M.Si, Ibu Nurlisa Hidayati, M.Si selaku penguji sidang sarjana.

7. Dr. Ferlinahayati, M.Si selaku Koordinator Seminar yang membantu dalam segala hal dalam pengurusan jadwal.
8. Seluruh Dosen FMIPA KIMIA yang telah mendidik dan membimbing selama masa kuliah.
9. Kepada Bapak dan Ibuku tersayang yang selalu memberikan segala yang terbaik untuk aku, memberikan segala yang aku mau, selalu mendoakan aku tanpa henti siang dan malam dan memberi aku semangat, aku menyayangi kalian bapak dan ibuku.
10. Kepada adekku Ersi dan Hafif yang selalu menjadi penyemangatku dan memberiku keceriaan di setiap harinya, aku menyayangi kalian.
11. Kepada Neza Rahayu Palapa S.Si my best tutor terima kasih atas segala bantuannya disaat aku dalam kesulitan dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi, yang selalu mengajarku banyak hal, dan selalu memberikan semangat buat aku, dan sekaligus sahabatku yang selalu pergi cari makan bareng-bareng, yang selalu menemani ke cinde walaupun panas-panasan, dan teman bercandaku di laboratorium. Semoga kebaikanmu selalu dibalas oleh Allah dan maaf aku belum bisa jadi sahabat terbaikmu.
12. LDH chantiq squad (Galuh, Sandra, Della, Yunita, dan Hensen) yang selalu menceriaikan suasana di laboratorium. Senang sedih sudah pernah kita lalui bersama, maafkan segala khilaf dan salah paham sewaktu penelitian di laboratorium. Sandra, terima kasih sudah menjadi partner sejati manjat pohon jambu di Pasca. Della yang paling males kalo ngelab sendirian. Yunita yang super gesit dan jadi bahan bully di lab. Mbak mikha yang paling selow dan paling perhatian dari yang lain. Mari berjuang kembali untuk masa depan, dijalan masing-masing. See you on top!!!
13. Intan, Imron, dan Sasa terimakasih telah bersama selama kuliah, yang selalu membantu aku saat kuliah, keceriaan kalian dan semangat dari kalian adalah bagian dari hidupku. Tetaplah ceria meskipun banyak rintangan dan halangan yang dihadapi. Semoga kita selalu diberi kesempatan untuk bertemu diwaktu dan tempat yang berbeda nantinya.



14. Terkhusus untuk “team TA LAYO” aku sayang kalian!! Mikha, Getari, Ratih dan Ikhsan yang selalu ceria dalam perjalanan dari Indralaya menuju ke laboratorium pascasarjana, yang saling menghibur disaat susah maupun senang serta saling menguatkan satu sama lain. Teman kulineran dalam perjalanan pulang dari laboratorium, teman pergi pagi pulang malam, yang selalu bikin drama saat suntuk, dan selalu ada disaat aku butuh mungkin tanpa kalian aku tidak bisa sampai di titik ini. Semoga kita saling mengingat masa-masa kebersamaan kita, dan semoga kita bisa berjumpa lagi dilain waktu.
15. Kepada adik-adikku sebagai penerus penelitianku Wini Nafisyah C, Ade Nopitasari K, dan Yuriska Utagi S semangat penelitiannya semoga cepat selesai, diberi kelancaran penelitiannya dan bisa cepet wisuda agar bisa cepet dapat kerja dan menikah. Semoga pada saat kalian baca skripsi ini kalian selalu mengingat aku.
16. Teman-teman seperjuangan MIKI 2013 yang sudah hampir punah, Azil, Koko, Novrian, dan Isti yang sama-sama berjuang mengejar S.Si bersama-sama walaupun kita berbeda konsentrasi TA tapi kita tetap satu tujuan wisuda februari 2018. Semoga silahturahmi kita tetap terjaga dan semoga kita bisa berkumpul kembali di lain waktu.
17. Untuk Teman-teman MIKI 2013 yang lagi berjuang Jigaz, Niko, Endang, Opri, Anggi, Lae, Ocak, Maqom, Dori dan teman-teman yang tidak bisa disebutkan satu persatu semangat untuk perjuangannya menuju wisuda.
18. Untuk Dessy sahabatku yang baik hati yang judess, yang selalu mengigatkanku untuk jadi yang lebih baik, semoga kebaikanmu dibalas oleh Allah SWT, jangan lupakan aku.
19. Adik-adik MIKI 2014, MIKI 2015 & MIKI 2016 SEMANGAT TERUS UNTUK KULIAH KALIAN.
20. Mbak Novi yang tersayang dan kak Roni yang baik hati selaku admin jurusan kimia yang telah banyak membantu kelancaran proses perkuliahan, tugas akhir ku, mengurus surat-surat dan Toefl.

21. Kak Dedi dan Kak Mijik The Best Ever asisten Laboratorium Riset Terpadu Pascasarjana Unsri yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan penelitian ku.

Penulis menyadari dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan untuk itu penulis mengharapkan saran dan masukan yang membangun dari para pembaca. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Inderalaya, Januari 2018

Penulis

## SUMMARY

### LAYERED DOUBLE HYDROXIDE Mg /Al AND Ca /Al INTERCALATED BY POLYOKSOMETALATE $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ AS THE MATERIAL OF HYDROGEN STORAGE

Danang Abriyanto : Supervised by Dr. Dedi Rohendi, M.T and Prof.Aldes Lesbani, Ph.D

Department Of Chemistry, Faculty of Mathematic and Natural Sciences,  
Sriwijaya University

x + 87 Pages, 4 Tables, 21 Image , 38 Attachment

The synthesis of layered double hydroxide compound Mg/Al and layered double hydroxide Ca/Al intercalated with polyoxometalate compound  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  performed by comparison (1:1) has been done. The results of intercalated compound were characterized by using spectrophotometer FT-IR and XRD. Layered double hydroxide intercalated with polyoxometallic compound  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  is used as adsorbent. The result of the characterization using X-ray diffraction by comparison (1:1) shows the successful intercalated of polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}\cdot n\text{H}_2\text{O}]$  to layered double hydroxide of Mg/Al is proven by increasing the distance of the layers such as at the diffraction angle  $18^\circ$  from  $7.548 \text{ \AA}$  to  $7.552 \text{ \AA}$ , while for layered double hydroxide Ca/Al there is no changes of the layer distance, so layered double hydroxide of Ca/Al have to be heated  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  and also saturated by using water. This treatment increase the layers distance between Ca/Al from  $4.888 \text{ \AA}$  to  $7.577 \text{ \AA}$ . The characterization by using FT-IR spectrophotometer showed the good result of the intercalated process. Layered double hydroxide compound of Mg/Al intercalated by polyoxometalate  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  and layered double hydroxide compound of Ca/Al that is saturated by water are applied as hydrogen storage. The highest absorption conditions of hydrogen absorption generated by layered double hydroxide compound Ca/Al that is saturated by water at the optimum pressure 2 bar , optimum time 60 minutes, and the amount of absorbent 60.963 mg/g.

**Keywords** : layered double hydroxide, polyoxometalate, intercalation, adsorption , hydrogen

**Reference** : 65 (1983 -2017)

## RINGKASAN

### HIDROKSI LAPIS GANDA Mg/Al DAN Ca/Al TERINTERKALASI SENYAWA POLIOKSOMETALAT $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ SEBAGAI MATERIAL PENYIMPANAN HIDROGEN

Danang Abriyanto : Dibimbing oleh Dr. Dedi Rohendi, M.T dan Prof. Aldes Lesbani, Ph.D

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya  
x + 87 Halaman, 4 Tabel, 21 Gambar, 38 Lampiran

Interkalasi senyawa hidroksi lapis ganda Mg/Al dan hidroksi lapis ganda Ca/Al dengan senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  telah dilakukan dengan perbandingan (1:1). Senyawa hasil interkalasi di karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dan XRD. Hidroksi lapis ganda terinterkalasi senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  digunakan sebagai adsorben. Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X dengan perbandingan (1:1) menunjukkan keberhasilan interkalasi senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  terhadap hidroksi lapis ganda Mg/Al diibuktikan dengan kenaikan jarak antar lapisan hidroksi lapis ganda seperti pada sudut difraksi  $18^\circ$  mengalami kenaikan dari  $7,548 \text{ \AA}$  menjadi  $7,552 \text{ \AA}$  sedangkan untuk hidroksi lapis ganda Ca/Al tidak terjadi kenaikan jarak antar layer, maka hidroksi lapis ganda Ca/Al harus dipanaskan  $700^\circ\text{C}$  kemudian dijenuhkan menggunakan air sehingga terjadi kenaikan jarak antar layer dari  $4,888 \text{ \AA}$  menjadi  $7,577 \text{ \AA}$ . Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR menunjukkan proses interkalasi yang baik. Selanjutnya hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dan hidroksi lapis ganda Ca/Al penjenuhan dengan air diaplikasikan sebagai penyimpan hidrogen. Penyerapan hidrogen paling tinggi dihasilkan oleh hidroksi lapis ganda Ca/Al penjenuhan dengan air pada tekanan optimum 2 bar dan waktu optimum 60 menit sebesar  $60,963 \text{ mg/g}$ .

**Kata kunci** : hidroksi lapis ganda, polioksometalat, interkalasi, adsorpsi, hidrogen

**Kutipan** : 65 (1983-2017)

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN LEMBAR PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN LEMBAR PERSETUJUAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS .....	v
MOTTO .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
SUMMARY .....	xi
RINGKASAN .....	xii
DAFTAR ISI .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xvi
DAFTAR TABEL.....	xviii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xix
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Hidrogen .....	5
2.1.1 Reaksi Hidrogen dengan Logam.....	5
2.1.2 Penyimpanan Hidrogen.....	6
2.1.3 Proses Penyimpanan Hidrogen .....	7
2.2 Material-Material Penyimpanan Hidrogen .....	8
2.2.1 <i>Metal Organik Framework</i> (MOF) .....	8
2.2.2 Hidroksi Lapis ganda .....	8
2.2.3 Senyawa Polioksometalat .....	9
2.3 Interkalasi.....	10

2.4 Adsorpsi Gas .....	11
2.5 Karakterisasi Padatan.....	12
2.5.1 Spektrofotometer FT-IR.....	12
2.5.2 Isoterm <i>Brunauer, Emmet dan Teller</i> (BET) .....	12
2.5.3 X-ray Diffraction (XRD) .....	14
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat .....	16
3.2 Alat dan Bahan.....	16
3.2.1 Alat.....	16
3.2.2 Bahan .....	16
3.3 Prosedur Penelitian .....	16
3.3.1 Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al .....	16
3.3.2 Sintesis Hidroksi Lapis Ganda Ca/Al .....	17
3.3.3 Sintesis Polioksom]etalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	17
3.3.4 Preparasi Hidroksi Lapis Ganda Terinterkalasi $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	18
3.3.5 Uji Stabilitas Termal dan Penjenuhan Hidroksi Lapis Ganda Ca/Al.....	18
3.3.6 Studi Adsorpsi Hidrogen Menggunakan Variasi Waktu, Berat, dan Tekanan dengan Sistem Batch .....	18
3.4 Analisis Data.....	19
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Karakterisasi Material Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al dan Ca/Al Menggunakan Spektrofotometer FT-IR .....	20
4.2 Karakterisasi Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha-$ $SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ Menggunakan Spektrofotometer FT-IR .....	27
4.3 Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al dengan Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ Menggunakan Spektrofotometer FT-IR dan X-Ray <i>Diffraction</i> .....	29
4.4 Hasil Interkalasi Hidroksi Lapis Ganda Ca/Al dengan Senyawa Polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ Menggunakan Spektrofotometer FT-IR dan X-Ray <i>Diffraction</i> .....	32
4.5 Karakterisasi Hidroksi Lapis Ganda Mg/Al dan Ca/Al Menggunakan Isoterm <i>Brunauer, Emmet dan Teller</i> (BET) ...	34

4.6 Adsorpsi Hidrogen .....	35
4.6.a Variasi Tekanan Gas Hidrogen .....	35
4.6.b Pengaruh Waktu Adsorpsi Hidrogen .....	37
4.6.c Pengaruh Massa Adsorben pada Adsorpsi Hidrogen.....	39
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	41
5.2 Saran .....	41
DAFTAR PUSTAKA .....	42
DAFTAR LAMPIRAN.....	48

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Senyawa <i>Interstitial</i> dibentuk dari metal tipe kubus pengarah sisi (fcc), heksagonal pengarah ruang (hcp), dan kubus pengarah pusat (bcc) .....	6
Gambar 2. Spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al dan hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	20
Gambar 3. Spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pada berbagai variasi temperatur .....	21
Gambar 4. Spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pada berbagai variasi penjumlahan .....	23
Gambar 5. Pola difraksi sinar-X material hidroksi lapis ganda Mg/Al dan material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	24
Gambar 6. Pola difraksi sinar-X hidroksi lapis ganda Ca/al pada berbagai variasi temperatur dan berbagai variasi penjumlahan .....	25
Gambar 7. Ilustrasi jarak antar layer hidroksi lapis ganda Ca/Al pada berbagai variasi temperatur dan berbagai variasi penjumlahan .....	27
Gambar 8. Spektrum FT-IR $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	28
Gambar 9. Pola Difraksi XRD polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	29
Gambar 10. Spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Mg/Al dan hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	30
Gambar 11. Pola Difraksi XRD hidroksi lapis ganda Mg/Al dan hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	31
Gambar 12. Spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al dan hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	32
Gambar 13. Pola difraksi XRD untuk hidroksi lapis ganda Ca/Al dan hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	33
Gambar 14. Profil adsorpsi desorpsi nitrogen pada material hidroksi lapis ganda Mg/Al dan material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	34



Gambar 15. Pengaruh tekanan adsorpsi hidrogen terhadap adsorben .....	36
Gambar 16. Grafik persentase daya serap hidrogen pada variasi tekanan adsorpsi hidrogen terhadap adsorben.....	37
Gambar 17. Pengaruh waktu adsorpsi gas hidrogen terhadap adsorben .....	38
Gambar 18. Grafik persentase daya serap hidrogen pada variasi waktu adsorpsi hidrogen terhadap adsorben .....	39
Gambar 19. Pengaruh massa adsorpsi gas hidrogen terhadap adsorben .....	40
Gambar 20. Grafik persentase daya serap hidrogen pada variasi massa adsorpsi hidrogen terhadap adsorben .....	41

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Variasi galeri antar layer hidroksi lapis ganda Ca/Al .....	26
Tabel 2. Galeri antar layer hidroksi lapis ganda Mg/Al sebelum dan sesudah interkalasi.....	31
Tabel 3. Galeri antar layer hidroksi lapis ganda Ca/Al .....	33
Tabel 4. Data BET hidroksi lapis ganda Mg/Al dan hidroksi lapis ganda Ca/Al .....	35

## DATA LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	49
Lampiran 2. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	50
Lampiran 3. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 100°C.....	51
Lampiran 4. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 200°C.....	52
Lampiran 5. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 500°C.....	53
Lampiran 6. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 700°C.....	54
Lampiran 7. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan air .....	55
Lampiran 8. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan natrium karbonat .....	56
Lampiran 9. Data digital spektrum FT-IR hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan natrium hidroksida .....	57
Lampiran 10. Data digital spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .....	58
Lampiran 11. Data digital spektrum FT-IR material hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ perbandingan 1:1 .....	59
Lampiran 12. Data digital spektrum FT-IR material hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ perbandingan 1:1 .....	60
Lampiran 13. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	61
Lampiran 14. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	62

Lampiran 15. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 100°C .....	63
Lampiran 16. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 200°C .....	64
Lampiran 17. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 500°C .....	65
Lampiran 18. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al pemanasan 700°C .....	66
Lampiran 19. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan air .....	67
Lampiran 20. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan natrium karbonat .....	68
Lampiran 21. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan natrium hidroksida .....	69
Lampiran 22. Data digital XRD senyawa polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	70
Lampiran 23. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ perbandingan 1: 1 .....	71
Lampiran 24. Data digital XRD material hidroksi lapis ganda Ca/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ perbandingan 1: 1 .....	72
Lampiran 25. Data digital BET material hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	73
Lampiran 26. Data digital BET material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	74
Lampiran 27. Data variasi tekanan hidroksi lapis ganda Mg/Al.....	75
Lampiran 28. Data variasi tekanan hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	76
Lampiran 29. Data variasi tekanan hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	77
Lampiran 30. Data variasi tekanan hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan air .....	78
Lampiran 31. Data variasi waktu material hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	79
Lampiran 32. Data variasi waktu hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat $K_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	80

Lampiran 33. Data variasi waktu material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	81
Lampiran 34. Data variasi waktu material hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan air .....	82
Lampiran 35. Data variasi massa material hidroksi lapis ganda Mg/Al .....	83
Lampiran 36. Data variasi berat material hidroksi lapis ganda Mg/Al terinterkalasi senyawa polioksometalat K <sub>4</sub> [ $\alpha$ -SiW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O....	84
Lampiran 37. Data variasi berat material hidroksi lapis ganda Ca/Al.....	85
Lampiran 38. Data variasi berat material hidroksi lapis ganda Ca/Al penjuhan dengan air .....	86
Lampiran 39. Alat Adsorpsi Hidrogen.....	87

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Pada dekade ini proses pencarian bahan bakar terbarukan terus mengalami peningkatan yang pesat guna mengganti bahan bakar yang tak terbarukan yang berasal dari fosil. Bahan bakar terbarukan dapat diperoleh dari sumber-sumber alam yang tak akan habis. Salah satu sumber energi terbarukan adalah hidrogen (Won *et al*, 2017). Hidrogen merupakan unsur-unsur yang terbanyak dalam tata surya dan merupakan unsur kesepuluh dalam atmosfer bumi. Disamping itu hidrogen dapat dengan mudah disintesis dari bahan alam melalui reaksi kimia sehingga tingkat ketersediaan hidrogen sangat tinggi sebagai energi terbarukan. Sifat-sifat hidrogen yang menguntungkan yang menjadikannya sebagai salah satu bahan bakar terbarukan saat ini yakni hidrogen merupakan unsur yang ringan dengan bobot massa 1 amu. Selain itu hidrogen memiliki potensial standar reduksi nol sehingga hidrogen memiliki fleksibilitas penyimpanan yang membedakannya dengan unsur-unsur gas lainnya dalam tabel periodik unsur-unsur kimia (Jha *et al*, 2017).

Salah satu tantangan yang dihadapi para ilmuwan dalam proses penyimpanan hidrogen khususnya untuk diaplikasikan sebagai bahan bakar seperti mobil berbahan dasar hidrogen adalah penyimpanan hidrogen. Penyimpanan hidrogen dilakukan menggunakan material-material penyimpan gas (Ahmad *et al*, 2017 ; Ma *et al*, 2017). Beberapa material yang telah digunakan sebagai penyimpanan gas hidrogen yakni material-material anorganik seperti oksida logam (Kaur and Pal, 2016), hibrida (Sadhasivam *et al*, 2017), keramik (Abdel-Hameed *et al*, 2017) zeolit (Roy and Dash, 2017), maupun golongan lempung (Gil *et al*, 2009). Material lain yang juga diteliti dan dikembangkan sebagai penyimpanan hidrogen yakni material gabungan anorganik organik yang dikenal *metal organic framework* (MOF) (Ren *et al*, 2015; Oh *et al*, 2017). Hingga kini para ilmuwan terus mengembangkan berbagai jenis material guna meningkatkan kapasitas adsorpsi hidrogen yang berpotensi dapat menjadi material penyimpanan hidrogen.

Material hidroksi lapis ganda merupakan material berlapis yang memiliki struktur yang sama dengan material anorganik golongan lempung. Material ini tersusun atas lapisan hidroksida dengan kation- kation valensi +2 dan +3. Material ini memiliki keunggulan dibanding material berlapis golongan lempung karena memiliki fleksibilitas yang tinggi dan mudah ditangani sesuai dengan proses sintesis pada proses modifikasi menggunakan anion-anion dalam rangka memperbesar jarak antar layer (Hasannia and Yadollahi, 2015; Jia *et al*, 2014). Material ini merupakan kandidat material unggul dalam proses penyimpanan hidrogen (Ensafi *et al*, 2016). Material hidroksi lapis ganda memerlukan modifikasi agar dapat dengan baik dipergunakan sebagai penyimpan hidrogen. Proses modifikasi dilakukan dengan teknik interkalasi menggunakan anion-anion. Selama ini proses interkalasi digunakan menggunakan anion-anion unsur dalam tabel periodik unsur-unsur kimia atau anion lain seperti sulfat, nitrat atau karbonat (Mahjoubi *et al*, 2017). Anion-anion ini memiliki ukuran lebih kecil sehingga modifikasi melalui teknik interkalasi menjadi tidak optimal. Untuk mengoptimalkan proses interkalasi maka digunakan anion berukuran besar atau makroanion.

Senyawa kluster logam oksigen merupakan senyawa anion yang berukuran besar dan efektif digunakan dalam proses interkalasi material hidroksi lapis ganda (Zhou *et al*, 2011; Meng *et al*, 2011; Gomez-Aviles *et al*, 2016). Senyawa kluster logam oksigen memiliki keunggulan sebagai interkalan yang memiliki tingkat oksidasi yang bervariasi, memiliki struktur beragam, serta memiliki stabilitas yang tinggi dan mudah larut dalam berbagai pelarut disesuaikan dengan komposisi penakar kation dalam senyawa kluster logam senyawa oksigen.

Pada penelitian ini dilakukan modifikasi beberapa jenis material hidroksi lapis ganda dengan perbedaan tingkat oksidasi yakni +2 dan +3 seperti Mg/Al dan Ca/Al menggunakan senyawa kluster logam-oksigen  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ . Material hidroksi lapis ganda sebelum dimodifikasi dan setelah dimodifikasi dikarakterisasi secara spektroskopi, difraksi, dan analisis panas, untuk diketahui keberhasilan proses modifikasi. Selanjutnya material hidroksi lapis ganda hasil modifikasi akan digunakan sebagai material penyimpan hidrogen. Proses penyimpanan hidrogen akan dilakukan menggunakan teknik adsorpsi desorpsi

hidrogen pada berbagai variasi tekanan dan temperatur. Material hidroksi lapis ganda Mg/Al dan Ca/Al akan diteliti lebih lanjut menggunakan analisis difraksi sinar-X, spektroskopi inframerah, analisis termal dan analisis situs aktif. Diharapkan material hidroksi lapis ganda termodifikasi senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  memiliki kapasitas penyimpanan hidrogen yang besar.

## 1.2. Rumusan Masalah

Hidrogen digunakan sebagai sumber bahan bakar terbarukan dan penelitian tentang proses penyimpanan hidrogen hingga kini terus dilakukan. Proses penyimpanan hidrogen ini menggunakan material, materialnya yakni yang memiliki kapasitas adsorpsi yang besar. Material yang memiliki potensi sebagai penyimpan hidrogen yakni hidroksi lapis ganda. Hidroksi lapis ganda dapat memiliki kapasitas adsorpsi yang besar jika dimodifikasi, salah satu cara modifikasi yang dilakukan yakni dengan interkalasi anion. Beberapa anion-anion telah dilaporkan penggunaannya sebagai senyawa interkalan seperti karbonat, sulfat, dan nitrat yang merupakan anion-anion yang berukuran kecil. Pada penelitian ini menggunakan anion yang berukuran besar yakni senyawa polioksometalat. Diharapkan dengan proses interkalasi senyawa polioksometalat pada hidroksi lapis ganda dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi hidroksi lapis ganda termodifikasi terhadap penyimpanan hidrogen. Material hidroksi lapis ganda Mg/Al dan Ca/Al yang telah termodifikasi senyawa polioksometalat  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  akan diteliti lebih lanjut menggunakan analisis difraksi sinar-X, spektroskopi inframerah, analisis termal dan analisis situs aktif.

## 1.3. Tujuan Penelitian

1. Sintesis material hidroksi lapis ganda Mg/Al dan Ca/Al yang dimodifikasi melalui teknik interkalasi menggunakan senyawa kluster logam oksigen  $K_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$  serta karakterisasinya secara difraksi dan spektroskopi,
2. Penyimpanan hidrogen melalui proses adsorpsi desorpsi hidrogen pada material hidroksi lapis ganda termodifikasi hasil sintesis dengan sistem batch.



#### **1.4. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini yakni untuk mengetahui penggunaan hidroksi lapis ganda sebagai material penyimpanan hidrogen yang memiliki kapasitas adsorpsi yang besar.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Hamed, S.A.M., Ismail, N., Youssef, H.F., Sadek, H.E.H., and Marzouk, M.A., 2017. Preparation and Characterization of Mica Glass-Ceramics as Hydrogen Storage Materials. *International Journal of Hydrogen Energy*. 42(10): 6829-6839.
- Ahmad, P., Khandaker, M.U., Muhammad, N., Rehman, F., Khan, G., Rehman, M.A., Ahmed, S.M., Gulzar, M., Numan, A., and Khan, A.S., 2017. Synthesis of Multilayered Hexagonal Boron Nitride Microcrystals as a Potential Hydrogen Storage Element. *Ceramics International*. 43(9): 7358-7361.
- Amoo, L.M. and Fagbenle, R.L., 2014. An Integrated Impact Assessment of Hydrogen as a Future Energy Carrier in Nigeria's Transportation, Energy and Power Sectors. *International Journal of Hydrogen Energy*. 39: 12409-12433.
- Anam, C., Sirojudin, K., and Firdaus, S., 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Jurnal Berkala Fisika*. 10(1): 79-85.
- 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, B., Xu, L., Xu, B., and Liu, X., 2011. Heteropoly Blue-Intercalated Layered Double Hydroxides for Cationic Dye Removal from Aqueous Media. *Applied Clay Science*. 54: 242-247.
- Bouaziz, Z., Djebbi, M.A., Soussan, L., Janot, J.M., Amara, A.B., and Balme, S., 2017. Adsorption of Nisin Into Layered Double Hydroxide Nanohybrids and In-Vitro Controlled Release. *Materials Science & Engineering*. 17: 928-931.
- Cao, Y., Zhao, Y., and Jiao, Q., 2010. Fe-Based Catalyst from Mg/Fe Layered Double Hydroxides for Preparation of N-Doped Carbon Nanotubes. *Materials Chemistry and Physics*. 122(2): 612-616.
- Chaine, R. and Bose, T.K., 1994. Low-Pressure Adsorption Storage of Hydrogen. *International Journal Hydrogen Energy*. 19(2): 161-164.
- Currel, 1997. *Principles of Thermal Analysis TG, DSC, STA. NETZSCH Instruments*. hal : 117.
- Dolidovich, I., and Palkovits, R., 2015. Structure Performance Correlation of Mg/Al Hydrotalcite Catalysis for the Isomeration of Glucose Into Fructose. *Journal of Chemistry*. 92(7) : 1234-1239

- Ensafi, A.A., Jafari-Asl, M., Nabiyan, A., Rezaei, B., and Dinari, M., 2016. Hydrogen Storage in Hybrid of layered Double Hydroxides/Reduced Graphene Oxide Using Spillover Mechanism. *Energy*. 99: 103-114.
- Gil, A., Trujillano, R., Vicente, M.A., and Korili, S.A., 2009. Hydrogen Adsorption by Microporous Materials Based on Alumina-Pillared Clays. *International Journal of Hydrogen Energy*. 34(20): 8611-8615.
- Ginting, Aslina, B., 2005. Analisis Kestabilan Panas Polimer menggunakan Metode Thermal Gravimetri. Puslitbang Teknologi Maju: Batan.
- Gomez-Aviles, A., Aranda, P., and Ruiz-Hitzky, E., 2016. Layered Double Hydroxide/Sepiolite Heterostructured Materials. *Applied Clay Science*. 130: 83-92.
- Granados-Reyes, J., Salagre, P., and Cesteros, Y., 2017. Effect of the Preparation Conditions on the Catalytic Activity of Calcined Ca/Al Layered Double Hydroxides for the Synthesis of Glycerol Carbonate. *Applied Catalysis A: General*. 536: 9-17.
- Grineval, E., Xavier, R., Baudouin, A., Barrier, E., Delbecq, F., Sautet, P., Basset, J, M., and Frederic, L., 2010. Controlled Interaction between Anhydrous Keggin-Type Heteropolyacids and Silica Support: Preparation and Characterization of Well-Defined Silica-Supported Polyoxometalate Species. *Journal Physical, Chemistry*. 114 : 19024-19034.
- Harmita., 2006. *Analisis Fisika Kimia*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA-UI.
- Hassania, S. and Yadollahi, B., 2015. Zn-Al LDH Nanostructure Pillared by Fe Substituted Keggin Type Polyoxometalate: synthetic and Characterization. *Polyhedron*. 99 : 260-265.
- Jha, S.K., Bilalovic, J., Jha, A., Patel, N., and Zhang, H., 2017. Renewable Energy: Present Research and Future Scope Artificial Intelligence. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 77: 297-317.
- Jia, Y., Fang, Y., Zhang, Y., Miras, H.N., and Song, F-Y., 2015. Classical Keggin Intercalated Into Layered Double Hydroxides: Facile Preparation and Catalytic Efficiency in Knoevenagel Condensation Reactions. *Chemistry A European Journal*. 21: 14862-14870.
- Johnson Jr, C. S., 1999. Diffusion ordered nuclear magnetic resonance spectroscopy: principles and applications. *Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*. 34: 203- 256.
- Kaur, M., and Pal, K., 2016. An Investigation For Hydrogen Storage Capability of Zirconia-Reduced Graphene Oxide Nanocomposites. *International Journal of Hydrogen Energy*. 41(47): 21861-21869.
- Kim, H. J., Chu, H, J., Moon, J., Han, S, H., and Shul, G, Y., 2009. Preparation of Heteropoly Acid Entrapped in Nano Silica Matrix. *Molecular Crystals and Liquid Crystals Journal*. 371: 131-134.

- Kovanda, F., Jindova, E., Dousova, B., Kolousek, D., Plestil, J., and Sedlakova, Z., 2010. Layered Double Hydroxide Intercalated with Organic Anions and Their Application in Preparation of LDH/Polymers Nanocomposites. *Acta Geodyn Geomater.* 6(1): 111-119.
- Kozhevnikov, I.V., 2002. *Catalysis for Fine Chemical Synthesis Catalysis by Polyoxometalate*. United Kingdom: University of Liverpool.
- Lass, E.A., 2012. Hydrogen Storage in Rapidly Solidified and Crystallized Mg-Ni-(Y,La)-Pd Alloys. *International Journal of Hydrogen Energy.* 37: 9716-9721.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padavon, M., Petrini, G., Bordiga, S., and Zecchina, A., 1997. Catalyst characterization: characterization techniques. *Catalysis Today.* 34: 329-352.
- Lesbani, A., Mohadi, R., and Hidayati, N., 2012. Penggunaan Spektroskopi  $^{31}\text{P}$  NMR dan FT-IR Untuk Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Dawson  $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{16}\text{O}_{62}]$  dan  $(\text{NH}_4)_6[\alpha\text{-P}_2\text{W}_{16}\text{O}_{62}]$ . *kul.* 7(2): 105-111.
- Liu, S. and Qu, X., 2017. Construction of Nanocomposite Film of Dawson-Type Polyoxometalate and  $\text{TiO}_2$  Nanowires for Electrochromic Applications. *Applied Surface Article.* 412: 189-195.
- Lowell, S and Shield, J.E., 1984. Powder Surface Area and Porosity. Second edition. Chapman and Hall. London.
- Ma, F., Li, Q., Wang, T., Zhang, H., and Wu, G., 2017. Energy Storage Materials Derived From Prussian Blue Analogues. *Science Bulletin.* 62(5): 358-368.
- Mahjoubi, F.Z., Khalidi, A., Abdennouri, M., and Barka, N., 2017. Zn-Al Layered Double Hydroxides Intercalated With Carbonate, Nitrate, Chloride, and Sulfate Ions. *Synthesis,* 90-100.
- Meng, B-F., You, W-S., Sun, X-F., Zhang, F., and Liu, M-Y., 2011. A Hydrotalcite-like Ce(III) Coordination Polymer Pillared by Keggin Anions: Synthesis, Single Crystal Structure and Photocatalysis. *Inorganic Chemistry Communications.* 14: 35-27.
- Misono, M., 2013. Catalytic of Heteropoly Compounds. *Studies in Surface Science and Catalytic.* 176: 97-155.
- Mukti, K., 2012. Fabrikasi dan Karakterisasi XRD (X-Ray Diffractometer). *Skripsi.* Jurusan Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret : Surakarta
- Nur M.A and Adijuwana., 1989. *Teknik Spektroskopi dalam Analisis Biologi.* Bogor: Pusat Antar Universitas IPB.
- Oh, H., Maurer, S., Balderas-Xicohtencal, R., Arnold, L., Magdysyuk, O.V., Schutz, G., Muller, U., and Hirscher, M., 2017. Efficient Synthesis For Large-Scale Production and Characterization For Hydrogen

- Storage of Ligand Exchanged MOF-74/174/184-M (M= Mg<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>). *International Journal of Hydrogen Energy*. 42(2): 1027-1035.
- Okuhara, T., Noritaka, M., and Misono, M., 2001. Catalytic Chemistry of Heteropoly Compounds. *Advance in Catalysis*. 41: 129-131.
- Pancawati, L., 2016. Preparasi dan Karakterisasi Limbah Biomaterial Cangkang Keong Mas (Pomaceacaniculata Lamarck) Dari Daerah Pringsewu Sebagai Bahan Dasar Biokeramik. *Skripsi*. Universitas Lampung : Bandar Lampung.
- Pope, M, T., 1983. *Heteropoly and Isopoly Oxometalate*. John Wiley & Sons, Ltd.
- Putreya, K., Jagiello, J., Bandosz, T.J., and Schwarz, J.A., 1996. Surface Chemical Heterogeneity of Pillared Hyrdotalcites. *J. Chem. Soc. Faraday Trans.* 92(7): 1243-1247.
- Qu, J., Zhong, L., Li, Z., Chen, M., Zhang, Q., Liu, X. 2016. Effect of Anion Addition on Sytheses of Ca-Al Layered Double Hydroxide Via A Two-step Mechanochemical Process. *Journal of Applied Clay Science*. 1 (1): 267-270.
- Rabi, I.I., Zacharias, J.R., Millman, S., and Kusch, P. 1938. A New Method of Measuring Nuclear Magnetic Moment. *Physical Review*. 53: 318.
- Ran, B., Chen, F., Lie, J., Li, W., and Yang, F., 2014. Adsorption Capability for Anionic Dyes on 2-Hydroxyethylammoniumacetate-Intercalated Layered Double Hydroxide. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 511: 312-319.
- 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.
- Ren, J., Dyosiba, X., Musyoka, N.M., Langmi, H.M., North, B.C., Mathe, M., and Onyango, M.S., 2016. Green Synthesis of Chromium-Based Metal-Organic Framework (Cr-MOF) From Waste Polyethylene Terephthalate (PET) Bottles For Hydrogen Storage Applications. *International Journal of Hydrogen Storage*. 30: 1-6.
- Ren, J., Musyoka, N.M., Langmi, H.W., North, B.C., Mathe, M., Kang, X., and Liao, S., 2015. Hydrogen Storage in Zr-Furmarate MOF. *International Journal of Hydrogen Energy*. 40(33): 10542-10546.
- Reyes, J.G., Salagre, P., and Cesteros, Y., 2017. Effect of The Preparation Conditions on The Catalytic Activity of calcined Ca/Al-Layered Double Hydroxides for The Synthesis of Glycerolcarbonate. *Applied Catalysis A: General*. 536: 9-17.
- Reza, S., 2014. Preparasi dan Karakterisasi Bentonit Tapanuli Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya sebagai Adsorben Para-klorofenol. *Skripsi*. FMIPA: Universitas Indonesia.

- Rojas, R., 2014. Copper, Lead and Cadmium Removal by Ca/Al Layered Double Hydroxides. *Applied Clay Science*. 87: 254-259.
- Roy, P., and Das, N., 2017. Ultrasonic Assisted Synthesis of Bikitaite Zeolite: A Potential Material For Hydrogen Storage Application. *Ultrasonics Sonochemistry*. 36: 466-473
- Sadhasivam, T., Kim, H-T., Jung, S., Roh, S-H., Park J-H., and Jung, H-Y., 2017. Dimensional Effect of Nanostructured Mg/MgH<sub>2</sub> For Hydrogen Storage Applications: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 72: 523-534.
- Scoonheydt, R, A., Pinnavaia, T., Lagaly, G., and Ganga, N.,1999. Pillared Clays and Pillared layered Solids. *Pure and Applied Chemistry*. 71(12): 2367-2371.
- Sharma, N., 2014. Synthesis Characterization and Applications of Heteropolyacid Salts as Potentiometric Sensors and Catalyst. *Theses and Dissertation*. India: Maharishi Markandeshwer University.
- Skoog, D.A., Holler F.J., and Nieman T.A., 1998. *Principles of Instrumental Analysis*. Ed ke-5. Orlando: Hourcourt Brace.
- Stuart, B., 2004. *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons. Ltd
- Suwarno, H., 2009. Magnesium Teraktivasi Untuk Penyimpan Energi Hidrogen. *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*. 5(1):1-52.
- Teze, A., Michelon A., and Herve G., 1997. *Inorganic Chemistry*, 27, 93.
- Umair, S., Suriati, S., Abdul, S., 2016. Synthesis and Struktural Analysis of Double Layered Ni-Mg-Al Hidrotalcite Like Catalyst. *University Teknologi Petronas*. 148: 261-267.
- Wibowo, A. and Santosa, I., 2013. Peningkatan Produksi Hidrogen Pada Proses Pemecahan Minyak Jarak (*Jatropha Oil*) Menggunakan *Hydrogen Reformer*. *Teknologi Industri dan Informasi*. 131-136.
- Wiyantoko, Baru., Kuniawati, Puji., Purbaningtyas, E., and Fathimah., 2015. Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Differential Mg/Al Molar Ratio. *Procedia Chemistry*. 17 : 21-26.
- Won, W., Kwon, H., Han, J-H., and Kim, J., 2017. Design and Operation of Renewable Energy Sources Based Hydrogen Supply System: Technology Integration and Optimization. *Renewable Energy*. 103: 226-238.
- Yang, H., Jiang, B., Sun, Y., Zhang, L., Huang, Z., Na, Y., 2017. Heterogeneous Oxidative Desulfurization of Diesel Fuel Catalyzed by Mesoporous Polyoxometallate-based Polymeric Hybrid. *Journal of Hazardous Materials*. 1 (1): 1-32.

- Yang, S., Yongkui Huang., and Li Yu., 2011. Catalytic Application of  $H_4SiW_{12}O_{40}/SiO_2$  in Synthesis of Acetals and Ketals. *Advanced Materials Research*, 284-286, 2374-2379.
- Yang, M., Chong, Z.R., Zheng, J., Song, Y., and Linga, P., 2016. Advances in Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Techniques for The Investigation of Clathrate Hydrates. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 1364-0321.
- Zhou, S., Xu, J., Wei, M., and Song, Y-F., 2011. Synergistic Catalysis by Polyoxometalate Intercalated Layered Double Hydroxide: Oxidation of Aromatic Aldehydes With Large Enhancement of Selectivity. *Green Chemistry*. 13: 384-389.
- Zulkarnain., 2011. Material Penyimpan Hidrogen Sistem  $MgH_2-SiC$  yang Dipreparasi Melalui Rute *Reactive Mechanical Alloying*. *Disertasi*. FMIPA: Universitas Indonesia.