



TESIS SK-142502

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALUMINOSILIKAT
MESOPORI DARI *RED MUD* PULAU BINTAN
SEBAGAI SUMBER ALUMINA**

FUTRI WULANDARI

1414 201 039

DOSEN PEMBIMBING

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

PROGRAM MAGISTER

BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANORGANIK

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2016



THESIS SK-142502

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
MESOPOROUS ALUMINOSILICATES FROM BINTAN'S
RED MUD AS ALUMINA SOURCE**

FUTRI WULANDARI

1414 201 039

SUPERVISOR

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

MAGISTER PROGRAM

EXPERTISE FIELD OF INORGANIC CHEMISTRY

CHEMISTRY DEPARTMENT

FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOVENBER

SURABAYA

2016

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

FUTRI WULANDARI
NRP. 1413 201 039

Tanggal Ujian : 5 Agustus 2016
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh:

1. **Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.** (Pembimbing)
NIP. 19710616 199703 1 002

2. **Dr. Afifah Rosyidah, M.Si.** (Penguji)
NIP. 19730112 199802 2 001

3. **Adi Setyo Purnomo, M.Sc., Ph.D.** (Penguji)
NIP. 19800724 200812 1 002

Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc., Ph.D.

NIP. 19601202 198701 1 001

Sintesis dan Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori dari *Red Mud* Pulau Bintang Sebagai Sumber Alumina

Nama : Putri Wulandari
NRP : 1414 201 039
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

ABSTRAK

Pada penelitian ini, aluminosilikat mesopori telah berhasil disintesis dengan menggunakan *red mud* Pulau Bintang Kepulauan Riau sebagai sumber alumina. Metode alkali fusi dengan variasi rasio NaOH/RM (0,8; 1,0; 1,2; 1,4 dan 1;5) dilanjutkan dengan hidrolisis dilakukan untuk mengekstrak alumina dan silika terlarut dari *red mud*. Sintesis aluminosilikat mesopori dilakukan dengan rasio sintesis 1 SiO₂ : 0,0125 Al₂O₃ : 0,2 TPAOH : 38 H₂O. Sintesis dilakukan dengan metode hidrotermal pada suhu 80 °C selama 24 jam. Pembentukan mesopori dilakukan dengan penambahan CTABr (rasio SiO₂/CTABr = 3,85) sebagai agen pengarah struktur meso. Padatan aluminosilikat yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*), FTIR-piridin, XRD (*X-ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan adsorpsi-desorpsi nitrogen. Hasil XRD dan SEM memperlihatkan bahwa semua produk aluminosilikat mesopori yang dihasilkan merupakan padatan amorf dengan morfologi dan ukuran partikel tidak seragam. Profil adsorpsi-desorpsi nitrogen menunjukkan bahwa semua sampel aluminosilikat mesopori yang dihasilkan merupakan padatan mesopori, yang dikonfirmasi dengan distribusi pori tertinggi pada 3,05-17,70 nm. Luas permukaan mesopori dan volume pori terbesar diperoleh pada sampel ASM 0,8 (NaOH/*red mud* ratio = 0,8) yaitu sebesar 177,97 m²/g dan 1,09 cm³/g.

Kata kunci : *Red mud*, aluminosilikat mesopori, alkali fusi, CTABr

”Halaman ini sengaja dikosongkan”

Synthesis and Characterization of Mesoporous Aluminosilicates from Bintan's Red Mud as Alumina Source

Name : Putri Wulandari
NRP : 1414 201 039
Supervisor : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

ABSTRACT

In this study, mesoporous aluminosilicates had been synthesized using Bintan's red mud as alumina source. Alkali fusion method with an NaOH/red mud ratio (0,8; 1,0; 1,2; 1,4 and 1,5) followed by hydrolysis method was used to extract dissolved alumina and silica from red mud. Mesoporous aluminosilicates was synthesized with a molar ratio of $1\text{SiO}_2 : 0,0125\text{Al}_2\text{O}_3 : 0,2\text{TPAOH} : 38\text{H}_2\text{O}$, using hydrothermal method at 80 °C for 24 h. Formation of mesoporous structure by adding cetyltrimethylammonium bromide, CTABr ($\text{SiO}_2/\text{CTABr} = 3,85$) as the structure directing agent. Mesoporous aluminosilicate were characterized using FTIR spectroscopy (Fourier Transform Infra Red Spectroscopy), FTIR-pyridine, XRD (X-ray Diffraction), SEM (Scanning Electron Microscopy) and nitrogen adsorption-desorption. XRD and SEM result shows that all mesoporous aluminosilicates product is amorphous with low uniformity in terms of surface morphology and particle size. XRD and SEM results shows that all aluminosilicates produced are amorphous with uniformity in terms of surface morphology and particle size. Nitrogen adsorption-desorption profile show that all aluminosilicates product has a meso pore structure, confirmed by the highest pore distribution at 3,05-17,70 nm. The highest surface area and pore volume were obtained in ASM 0,8 (NaOH/red mud ratio = 0,8) i.e. 177,97 m²/g and 1,09 cm³/g, respectively.

Keywords : Red mud, mesoporous aluminosilicates, alkali fusion, CTABr

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Aluminasilika Mesopori dari *Red Mud* Pulau Bintan Sebagai Sumber Alumina”**.

Penulisan tesis ini dapat terselesaikan berkat adanya bantuan, dukungan dan dorongan dari beberapa pihak. Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama penulisan tesis ini, dan juga selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya,
2. Prof. Dr. Mardi Santoso selaku Kaprodi S2 Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya,
3. Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D selaku dosen wali, yang telah memberikan nasehat dan mengarahkan dalam perencanaan perkuliahan bagi penulis,
4. Kedua orang tua, Ibunda Fitri Fajarwati dan Ayahanda H. Dahlis Alim tercinta, kakak-kakak, adik-adik dan keponakan-keponakan tersayang serta seluruh keluarga besar yang senantiasa memberikan semangat, dukungan serta doa yang tak henti-hentinya,
5. “Kamu”, yang selalu setia mendengarkan keluh kesah dan omelan-omelan, terima kasih atas semua pembelajaran hidup yang diberikan, terima kasih karena selalu ada dengan segala perhatiannya,
6. Teman Seperjuangan Pra-S2 Kimia ITS, Keluarga “Kelas Nusantara” : Atul, Maya, Riri, Mimi, Eko, Ike, Ari, Bude, Pakde, Rahma, Pajo, Nina, Pak Zack, Pak Edi, Jopa, Ocha, Novi, Lena, Kk Ana, Erick, Lodwick, Putri, Bona, Steve, mama iel, terima kasih untuk kekompakan, “kegilaan”, dan keunikan-keunikan kita selama ini,

7. Arek-arek tim riset DPRG (Didik Prasetyoko Research's Group) sekaligus teman nge-lab dan galau bareng (Amalia, Echy, Memey, Omita, Lala, Upika, Juned, Yurike, Dawam, Vita) serta *Red Mud* Team (Kak Deni dan Mbak Is), yang senantiasa meluangkan waktu untuk diskusi dan *sharing*, terima kasih atas *support* dan kerjasamanya.
8. Teman-teman seperjuangan Prodi Pascasarjana kimia angkatan 2014 dan 2015 dan sahabat-sahabat yang telah memberikan banyak pembelajaran, masukan, dan motivasi selama menempuh masa perkuliahan maupun dalam penyelesaian penulisan tesis ini,
9. Serta semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian proposal tesis ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa tesis ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut.

Surabaya, Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Batasan Masalah	6
1.4 Tujuan Penelitian	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Bijih Bauksit	9
2.2 Limbah Bauksit (<i>Red Mud</i>)	10
2.2.1 Sifat, Komposisi Kimia dan Pengolahan <i>Red Mud</i>	11
2.2.2 Pemanfaatan <i>Red Mud</i>	15
2.3 Material Mesopori	18
2.4 Sintesis Aluminosilikat Mesopori	20
2.5 Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori	22
2.5.1 Spektroskopi FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>)	22
2.5.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	24
2.5.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	26
2.5.4 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen	28
2.5.5 Keasaman Permukaan	31

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Alat dan Bahan	35
3.1.1	Alat	35
3.1.2	Bahan	35
3.2	Prosedur Penelitian	35
3.2.1	Preparasi Sampel <i>Red Mud</i>	35
3.2.2	Penentuan Komposisi Sampel <i>Red Mud</i>	36
3.2.3	Reaksi Fusi Alkali <i>Red Mud</i> dan NaOH.....	36
3.2.4	Ekstraksi dan Pembuatan <i>Feed</i> Natrium-aluminat dan Natrium –silikat	36
3.2.5	Sintesis Aluminosilikat Mesopori.....	37
3.3	Karakterisasi Sampel <i>Red Mud</i> dan Produk Hasil Sintesis.....	37
3.3.1	Spektroskopi FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>).....	38
3.3.3	<i>X-Ray Flouresence</i> (XRF)	38
3.3.3	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	38
3.3.4	<i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis</i> (SEM-EDX)	38
3.3.5	Adsorpsi-desorpsi Nitrogen.....	39
3.3.6	Pertukaran Kation dan Uji Keasaman Pada Permukaan Produk Padatan dengan Metode Adsorpsi Piridin.....	39

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Preparasi dan Karakterisasi <i>Red Mud</i>	41
4.2	Reaksi Fusi Alkali <i>Red Mud</i> dan Ekstraksi Si dan Al	46
4.2.1	Reaksi Fusi <i>Red Mud</i> dengan NaOH	46
4.2.2	Ekstraksi dan Pembuatan <i>Feed</i> Natrium-aluminat dan Natrium-silikat.....	50
4.2.2.1	Ekstraksi Al dan Si Terlarut	50
4.2.2.2	Karakterisasi Residu Fusi	51
4.2.2.3	Pembuatan dan Karakterisasi Padatan <i>Feed</i> Natrium-aluminat dan Natrium-silikat	54
4.3	Sintesis dan Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori dari <i>Red Mud</i>	

4.3.1 Sintesis Aluminosilikat Mesopori	58
4.3.2 Karakterisasi Aluminosilikas Mesopori Hasil Sintesis	
4.3.2.1 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	60
4.3.2.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi	
<i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	62
4.3.2.3 Karakterisasi dengan <i>Scanning</i>	
<i>Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i>	
(SEM-EDX)	67
4.3.2.4 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen	72
4.3.2.5 Pertukaran Kation dan uji Keasaman Permukaan	
Sampel ASM	75
BAB V KESIMPULAN	
5.1 Kesimpulan.....	81
5.2 Saran	81
DAFTAR PUSTAKA	83
LAMPIRAN.....	93
BIODATA PENULIS.....	103

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema pengolahan bauksit dengan proses Bayer.....	10
Gambar 2.2	Penumpukan <i>Red Mud</i> di Australia.....	11
Gambar 2.3	Mikrograf SEM <i>Red Mud</i>	12
Gambar 2.4	Klasifikasi material berpori berdasarkan ukuran pori	18
Gambar 2.5	Skema metode <i>soft-templating</i> melalui dua strategi sintesis : (A) <i>cooperative self-assembly</i> dan (B) “ <i>true</i> ” <i>liquid-crystal templating</i>	20
Gambar 2.6	Spektra FTIR aluminosilikat mesopori amorf hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 12,24 dan 48 jam	24
Gambar 2.7	Hukum Bragg untuk difraksi sinar-X.....	25
Gambar 2.8	Difraktogram aluminosilikat mesopori (AMT) dan aluminosilikat mesopori amorf (AMT).....	26
Gambar 2.9	Mikrograf SEM sampel aluminosilikat yang disintering pada pada (a) 700, (b) 850 dan (c) 1400 °C	28
Gambar 2.10	Klasifikasi Adsorpsi Isoterm Menurut IUPAC	29
Gambar 2.11	Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ aluminosilikat dengan rasio CA/Al (a) CA-13, (b) CA-32, (c) CA-53 dan (d) CA-64.....	30
Gambar 2.12	Distribusi ukuran pori sampel aluminosilikat mesopori (a) CA-13, (b) CA-32, (c) CA-53 dan (d) CA-64.....	31
Gambar 2.13	Spektra FTIR piridin aluminosilikat mesopori amorf dari kaolin hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal	33
Gambar 4.1	Spektra XRF <i>red mud</i> Pulau Bintan, Kepulauan riau	42
Gambar 4.2	Difraktogram <i>anatase, quartz, boehmite, gibbsite, goehmite, hematite</i> dan <i>red mud</i>	44
Gambar 4.3	Spektra infra merah <i>red mud</i> Pulau Bintan	45
Gambar 4.4	Campuran <i>red mud</i> dan NaOH sebelum reaksi fusi dan massa fusi..	47
Gambar 4.5	Spektra XRF residu reaksi fusi (RRF) sampel <i>red mud</i> (Rasio NaOH/ <i>red mud</i> 1,0).....	48
Gambar 4.6	Grafik persentase pengurangan massa campuran NaOH/RM.....	50
Gambar 4.7	Padatan residu hasil pelarutan Al dan Si dari massa fusi (RF).....	51

Gambar 4.8	Difraktogram XRD <i>red mud</i> , RF0,8; RF 1,0; RF 1,2; RF 1,4 dan RF 1,5	53
Gambar 4.9	Filtrat hasil pelarutan Al dan Si dari massa fusi dan <i>feed</i> natrium aluminat-natrium silikat (FF)	54
Gambar 4.10	Spektra EDX Sampel FF 0,8 dan FF 1,0	55
Gambar 4.11	Spektra EDX Sampel FF 1,2 dan FF 1,4	56
Gambar 4.12	Spektra EDX Sampel FF 1,5	57
Gambar 4.13	Grafik persentase (%) Al dan Si dengan naiknya rasio NaOH/RM ..	58
Gambar 4.14	Difraktogram sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5	61
Gambar 4.15	Spektra infra merah ASM-SK 0,8; ASM-SK 1,0; ASM-SK 1,2; ASM-SK 1,4 dan ASM-SK 1,5	64
Gambar 4.16	Spektra infra merah ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5	65
Gambar 4.17	Mikrograf sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5	68
Gambar 4.18	Spektra EDX dan <i>mapping</i> unsur dalam sampel ASM 0,8 dan ASM 1,0	69
Gambar 4.19	Spektra EDX dan <i>mapping</i> unsur dalam sampel ASM 1,2 dan ASM 1,4	70
Gambar 4.20	Spektra EDX dan <i>mapping</i> unsur dalam sampel ASM 1,5	71
Gambar 4.21	Profil isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel aluminosilikat mesopori ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5	72
Gambar 4.22	Distribusi ukuran pori sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2 ; ASM 1,4 dan ASM 1,5	74
Gambar 4.23	Spektra adsorpsi piridin sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5	77

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi Utama <i>Red Mud</i> di Berbagai Negara	13
Tabel 2.2	Kandungan Senyawa <i>Red Mud</i> dari Pulau Bintan, Kepulauan Riau	14
Tabel 2.3	Pemanfaatan <i>Red Mud</i> di Berbagai Bidang.....	16
Tabel 2.4	Metode Sintesis Aluminosilikat Dari Berbagai Bahan Dasar	22
Tabel 3.1	Variasi Rasio Komposisi Fusi	36
Tabel 4.1	Komposisi Kimia <i>Red Mud</i> Pulau Bintan (Metode XRF).....	43
Tabel 4.2	Komposisi kimia residu fusi (RRF)	49
Tabel 4.3	Persentase pengurangan massa fusi dengan naiknya rasio NaOH/RM	49
Tabel 4.4	Kadar unsur dalam FF (hasil EDX).....	57
Tabel 4.5	Jenis vibrasi dan bilangan gelombang spektra FTIR sampel ASM-SK dan ASM	67
Tabel 4.6	Kadar unsur dalam ASM hasil sintesis	71
Tabel 4.7	Data luas permukaan, diameter pori dan volume pori sampel ASM	75
Tabel 4.8	Jumlah sisi asam Lewis dan asam Brønsted sampel ASM hasil sintesis	78

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian

A. Preparasi Sampel <i>Red Mud</i> (RM).....	93
B. Penentuan Komposisi Sampel <i>Red Mud</i> dengan XRF	93
C. Reaksi Fusi Alkali Sampel <i>Red Mud</i> dan NaOH.....	93
D. Ekstraksi dan Pembuatan <i>Feed</i> Na-aluminat dan Na-silikat	94
E. Sintesis Aluminosilikat Mesopori	95
F. Pertukaran Ion dan Uji Keasaman Produk Aluminosilikat Mesopori (ASM)	96

Lampiran 2 Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM

1. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 0,8.....	97
2. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 1,0.....	98
3. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 1,2.....	99
4. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 1,4.....	100
5. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 1,5.....	101

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bijih bauksit merupakan sumber daya alam yang dimanfaatkan untuk memproduksi alumunium. Seiring dengan perkembangan zaman, produksi alumunium di dunia semakin meningkat akibat dari tingginya penggunaan alumunium dalam kehidupan sehari-hari.

Di sisi lain, produksi alumunium yang tinggi dari bijih bauksit menghasilkan produk samping atau limbah berupa lumpur yang disebut sebagai *red mud*. Sekitar 35,0-40,0% dari bijih bauksit yang diolah menghasilkan limbah *red mud* berupa *slurry* yang bersifat basa (alkalinitas tinggi). Dari setiap proses pengolahan bijih bauksit dihasilkan 0,8-1,5 ton *red mud* per ton alumunium yang dihasilkan (Zhang dkk, 2011). Setiap tahunnya, sekitar 70 juta ton *red mud* dihasilkan di seluruh dunia. Dengan meningkatnya permintaan dunia akan alumunium, maka jumlah *red mud* yang dihasilkan sebagai produk samping pengolahan alumunium pun semakin meningkat, diperkirakan mencapai 4 miliar ton pada tahun 2015 (Wang dkk, 2013).

Red mud memiliki karakteristik seperti ukuran partikel yang sangat halus ($\leq 10,0 \mu\text{m}$) dan alkalinitas tinggi (pH 10,0-12,5) (Yang dkk, 1996). Pembuangan *red mud* dalam jumlah besar menyebabkan masalah lingkungan yang serius seperti kontaminasi tanah, pencemaran air tanah dan terbentuknya suspensi di perairan. Penumpukan *red mud* kering di sekitar pabrik pengolahan bauksit juga menyebabkan polusi debu yang juga merupakan masalah kesehatan yang serius bagi masyarakat di sekitarnya (Power dkk, 2011).

Salah satu upaya yang dapat dilakukan untuk mengatasi permasalahan lingkungan yang ditimbulkan oleh penumpukan *red mud* adalah dengan memanfaatkan *red mud* sebagai bahan dasar untuk sintesis material lain yang mempunyai daya guna. Beberapa penelitian telah dilakukan dengan memanfaatkan *red mud* sebagai katalis (Sushil dkk, 2008), bahan pembuatan katalis dan pendukung katalis (Kumar dkk, 2006), bahan dasar pembuatan material bangunan (Yang dkk, 1996), substrat anorganik (Gök dkk, 2007), sebagai

adsorben (Tor dkk, 2009 dan Gosh dkk, 2011), sebagai bahan dasar pembuatan keramik (Pontikes dkk, 2007), dan pengembangan zat pewarna dan cat (Pera dkk, 1997).

Red mud mengandung mineral-mineral utama seperti *hematite* (Fe_2O_3), *goethite* ($\alpha\text{-FeOOH}$), *boehmite* ($\gamma\text{-AlOOH}$), *quartz* (SiO_2), *sodalite* ($\text{Na}_4\text{Al}_3\text{Si}_3\text{O}_{12}\text{Cl}$) dan *gypsum* ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dan *anatase* (TiO_2). Selain itu, terdapat pula komponen minor yaitu *calcite* (CaCO_3), *whewellite* ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dan *gibbsite* ($\text{Al}(\text{OH})_3$).

Analisis kandungan *red mud* dari Pulau Bintan, Kepulauan Riau telah dilakukan oleh Ramdhani (2015). Komposisi yang dominan dalam *red mud* adalah Fe_2O_3 (44,65 %), Al_2O_3 (28,87 %), dan SiO_2 (20,20 %), dan sisanya berupa senyawa minor seperti TiO_2 , ZrO_2 , NiO , P_2O_5 dan lain-lain.

Kandungan alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) yang cukup tinggi pada *red mud* dapat dimanfaatkan untuk sintesis material aluminosilikat. Beberapa peneliti telah mengembangkan penelitian dengan menggunakan bahan-bahan alam dan limbah sebagai sumber alumina dan silika dalam sintesis material aluminasilikat. Bahan-bahan tersebut diantaranya *K-feldspar* (Miao dkk, 2005), abu sekam padi (Prasetyoko dkk, 2014), *natural halloysite* (Zhou dkk, 2013), dan kaolin (Qoniah dkk, 2015). Sintesis material aluminosilikat dengan menggunakan *red mud* sebagai sumber alumina dan silika sendiri belum pernah dilakukan sebelumnya.

Dalam sintesis material aluminosilikat dari *red mud*, *hematite* (Fe_2O_3) yang merupakan komponen terbanyak dalam *red mud* harus dipisahkan terlebih dahulu. Liu dkk (2009) melaporkan bahwa kandungan Fe_2O_3 pada *red mud* dapat dihilangkan dengan proses pembakaran langsung yang dilanjutkan dengan pemisahan secara magnetik. Pemisahan Fe_2O_3 dari *red mud* juga telah dilakukan oleh Ramdhani (2015), pemisahan dilakukan berdasarkan sifat fisis dimana diketahui bahwa berat jenis Fe_2O_3 lebih besar dibandingkan Al_2O_3 dan SiO_2 . Akan tetapi, metode pemisahan ini tidak efektif karena Fe_2O_3 belum terpisah seluruhnya sehingga proses ekstraksi alumina harus dilanjutkan dengan metode hidrometalurgi yang membutuhkan reagen kimia (HCl dan NaOH) dalam jumlah banyak. Metode lain yang dapat digunakan untuk memisahkan Fe_2O_3 dalam ekstraksi alumina dan silika dari *red mud* adalah dengan metode alkali fusi.

Prinsip reaksi alkali fusi adalah reaksi antara alumina dan silika dengan basa alkali NaOH pada suhu tinggi (sekitar 550-650 °C). Ketika proses pemanasan, alumina dan silika akan melebur bersama NaOH sehingga membentuk garam natrium aluminat dan natrium silikat yang mudah larut dalam air, sehingga lebih mudah dipisahkan (Yaping dkk, 2007)

Ekstraksi alumina dan silika dengan metode alkali fusi telah dilakukan oleh Wahyuni dan Sudarno (2008) untuk mengekstrak alumina dan silika dari abu layang batu bara Paiton yang kemudian digunakan untuk mensintesis zeolit A. Kondisi optimum untuk sintesis zeolit A dari abu layang batu bara Paiton dengan menggunakan metode alkali fusi adalah pada rasio komposisi NaOH/abu layang 1,4 dan suhu fusi 600 °C, dimana didapatkan ekstrak alumina dan silika terbanyak (kelarutan Si dan Al terbanyak). Belviso dkk (2015) juga telah berhasil mensintesis zeolit magnetik dari campuran *red mud* dan *fly ash* menggunakan metode alkali fusi dengan NaOH (rasio NaOH: *red mud-fly ash* 1,2) pada temperatur 600 °C untuk mengekstrak alumina dan silika dari campuran yang kemudian dilanjutkan dengan metode hidrotermal.

Material mesopori, khususnya aluminosilikat mesopori mempunyai aplikasi yang sangat luas baik di bidang industri, katalisis (katalis dan pendukung katalis), teknologi separasi material, polimerisasi maupun lingkungan (Xu dkk, 2011). Beberapa aplikasi material aluminosilikat mesopori yang telah dilaporkan yaitu sebagai adsorben logam (Cu^{2+}) dari air limbah (Haro-Del Rio dkk, 2012); sebagai katalis dalam proses *cracking* hidrokarbon (Roos dkk, 1995) dan sebagai katalis dalam reaksi alkilasi fenol (Xu dkk, 2011).

Sintesis material aluminosilikat mesopori telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti, baik dengan menggunakan bahan-bahan kimia murni maupun bahan alam dan limbah sebagai sumber alumina dan silika. Dewasa ini, telah banyak dikembangkan metode untuk sintesis aluminosilikat mesopori. Zhao dkk (2001) mensintesis aluminosilikat mesopori dengan menggunakan natrium aluminat dan silika koloidal (LUDOX) sebagai sumber alumina dan silika, dengan menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan metode hidrotermal. Aluminosilikat berpori hirarki juga telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel dilanjutkan metode hidrotermal oleh Hartati dkk (2014) menggunakan tetraetil

ortosilikat (TEOS) sebagai sumber silika dan natrium aluminat sebagai sumber alumina. Han dkk (2011) melaporkan telah mensintesis aluminasilikat mesopori dengan metode rekrystalisasi yang dilanjutkan dengan sol-gel. Sintesis aluminasilikat mesopori dari lempung *halloysite* juga telah berhasil dilakukan oleh Zhou dkk (2013) yang diawali dengan metode ekstraksi alkali (menggunakan larutan alkali natrium hidroksida, NaOH) dan dilanjutkan metode hidrotermal. Sun dkk (2015) melaporkan metode sintesis aluminasilikat mesopori dari lempung alam menggunakan metode alkali fusi dengan NaOH dan dilanjutkan metode sol-gel dan hidrotermal. Metode sintesis yang sama juga dilaporkan oleh Qoniah dkk (2015) untuk mensintesis aluminasilikat mesopori dengan menggunakan kaolin tanpa perlakuan awal (kalsinasi).

Dalam proses sintesis material mesopori, ada beberapa hal yang menentukan keberhasilan dan kualitas dari material yang dihasilkan. Salah satu faktor yang sangat mempengaruhi yaitu penggunaan surfaktan (agen pengarah struktur/pembentuk pori). Penggunaan surfaktan dalam proses sintesis berpengaruh terhadap ukuran pori yang terbentuk.

Terdapat 3 jenis surfaktan yang biasanya digunakan dalam proses sintesis material mesopori, yaitu surfaktan anionik, kationik dan non-ionik. Beberapa surfaktan yang telah digunakan dalam sintesis material mesopori diantaranya *Cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr), kopolimer *tri-block* (*Pluronic* 64L dan P84) (Pinnavaia dkk, 2012), Triton X-144 [$C_8Ph(PEO)_8$] (Pena dkk, 2001) dan Pluorik 123 (Niez dkk, 2005).

Cetyltrimethylammonium bromide (CTABr) merupakan jenis surfaktan kationik yang paling sering digunakan dalam mensintesis material aluminasilikat mesopori. Penggunaan CTABr sebagai bahan pembentuk mesopori pada sintesis aluminasilikat telah banyak dilaporkan oleh para peneliti. Hartati dkk (2012) menggunakan CTABr dalam sintesis aluminosilikat mesopori hirarki dengan rasio $SiO_2/CTABr$ 3,85. Material yang dihasilkan mempunyai luas permukaan spesifik $278,77 \text{ m}^2/g$ dan volume pori $0,44 \text{ cm}^3/g$. Selanjutnya, Qoniah dkk (2015) juga melaporkan sintesis aluminosilikat mesopori dengan menggunakan CTABr dengan rasio yang sama. CTABr ditambahkan secara perlahan ke dalam gel homogen (prekursor aluminosilikat) dan kemudian didiamkan selama 4 jam pada

suhu ruang. Luas permukaan spesifik dari aluminosilikat mesopori yang dihasilkan sebesar $375 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan volume mesopori $0,85 \text{ cm}^3/\text{g}$. Sun dkk (2015) melaporkan metode yang sedikit berbeda untuk mensintesis material aluminosilikat mesopori dari lempung alam dengan menggunakan CTABr sebagai agen perngarah struktur mesopori. Penambahan CTABr dilakukan dengan metode *liquid-phase transport*. CTABr terlebih dahulu dilarutkan dalam *deionized water* (DI) kemudian ditempatkan dalam wadah krusibel. Krusibel kemudian ditempatkan pada *holder* teflon di dalam autoclave berisi gel aluminosilikat. Gel aluminosilikat dipengaruhi oleh gaya gravitasi sehingga dapat mencegah migrasi komponen impurities ke dalam wadah krusibel. Metode *liquid-phase transport* ini digunakan untuk mengatasi masalah ketidakmurnian produk aluminosilikat mesopori yang dihasilkan, agar didapatkan produk akhir aluminosilikat mesopori dengan kemurnian tinggi.

Pada tahap akhir sintesis material mesopori dengan menggunakan surfaktan berupa templat organik, templat dapat dihilangkan dengan metode *leaching* menggunakan pelarut atau dengan metode kalsinasi. Metode *leaching* dilakukan menggunakan pelarut yang mempunyai kelarutan yang lebih tinggi dari templat. Dari kedua metode tersebut, metode kalsinasi merupakan metode yang paling banyak digunakan, karena metode kalsinasi sangat baik dalam mempertahankan porositas dari material mesopori yang dihasilkan (Dai dkk, 2014). Derewenski dkk (2002) melaporkan telah berhasil mensintesis aluminosilikat mesopori dengan menggunakan CTABr sebagai surfaktan. Material yang dihasilkan stabil secara termal dan tidak kehilangan mesoporositasnya selama kalsinasi pada $520 \text{ }^\circ\text{C}$.

Berdasarkan latar belakang yang sudah dijelaskan di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis material aluminosilikat mesopori yang diawali dengan metode alkali fusi untuk mengekstrak alumina dan silika dari *red mud*. Optimasi kondisi fusi dilakukan dengan variasi komposisi NaOH/*red mud*. Sintesis material aluminosilikat mesopori dilakukan dengan metode hidrotermal. Pembentukan mesopori dilakukan dengan penambahan surfaktan CTABr yang pada akhir proses sintesis akan dihilangkan dengan kalsinasi.

1.2 Rumusan Masalah

Produksi *red mud* sebagai produk samping pengolahan bijih bauksit untuk menghasilkan alumina setiap tahunnya mengalami peningkatan sehingga menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan. *Red mud* memiliki kandungan alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) yang cukup tinggi, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber alumina untuk mensintesis material aluminosilikat mesopori. Kandungan *hematite* (Fe_2O_3) yang tinggi pada *red mud* terlebih dahulu harus dihilangkan, agar alumina dan silika pada *red mud* dapat terekstrak maksimal. Adapun permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana metode yang tepat dalam memanfaatkan *red mud* untuk menghasilkan material aluminosilikat mesopori.

1.3 Batasan Masalah

Ruang lingkup penelitian ini adalah sintesis material aluminosilikat mesopori dengan batasan sebagai berikut :

1. Sintesis aluminosilikat menggunakan *red mud* Pulau Bintan sebagai sumber alumina
2. Pemisahan besi dan ekstraksi alumina dan silika dari *red mud* dilakukan dengan metode alkali fusi pada variasi komposisi NaOH/*red mud* 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 dan 1,5
3. Sintesis dilakukan dengan metode hidrotermal pada suhu 80 °C selama 24 jam dan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr) ditambahkan sebagai agen pengarah struktur mesopori
4. Produk aluminosilikat mesopori dikarakterisasi dengan spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*), FTIR-piridin, XRD (*X-ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan adsorpsi-desorpsi nitrogen

1.4 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah mensintesis material aluminosilikat mesopori dengan memanfaatkan *red mud* dari Pulau Bintan Kepulauan Riau sebagai sumber alumina.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang sumber terbaru dalam bidang sintesis material khususnya aluminosilikat mesopori dan juga meningkatkan nilai guna limbah bauksit (*red mud*) dari Bintan Kepulauan Riau.

”Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 2

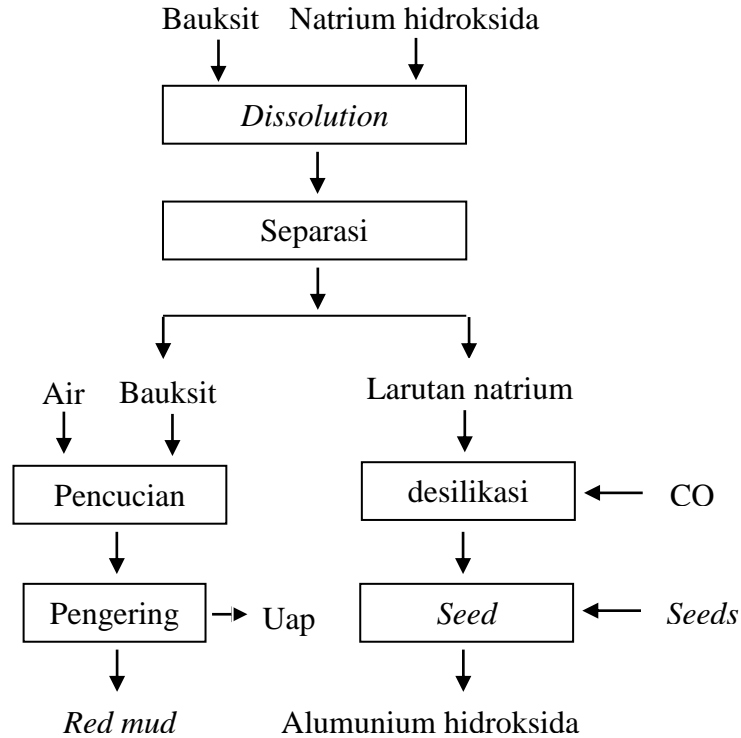
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bijih Bauksit

Bijih bauksit mengandung aluminium hidroksida dalam persentase besar dan karena itu bauksit digunakan untuk produksi alumina (Al_2O_3) melalui proses Bayer, yang didasarkan pada reaksi dengan natrium hidroksida (NaOH) menggunakan suhu dan tekanan tinggi (Brunori, 2004). Bijih bauksit terdiri dari campuran mineral-mineral yang kaya akan aluminium oksida terhidrasi seperti *gibbsite* $\text{Al}(\text{OH})_3$, *boehmite* $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$ dan *diaspore* $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ dalam jumlah besar yang berasosiasi dengan oksida besi *goethite* dan *hematite*, kaolin, dan sejumlah kecil *anatase* (TiO_2). Proses pemurnian alumina dari bijih bauksit berbeda-beda bergantung pada komposisi bauksitnya. Proses Bayer adalah metode yang paling sering digunakan untuk pengolahan bijih bauksit dengan kandungan silika yang rendah (Liu dkk, 2011). Pada proses Bayer, dilakukan *digest* pada bauksit dengan pencucian menggunakan larutan NaOH panas (suhu $106\text{-}204\text{ }^\circ\text{C}$ dan pada tekanan $1\text{-}6\text{ atm}$). Penggunaan larutan NaOH panas ini bertujuan untuk mengubah aluminium menjadi aluminium hidroksida $\text{Al}(\text{OH})_4$ (Rai dkk, 2012). Komponen lain pada bauksit seperti silika tidak larut dan membentuk *red mud* setelah penyaringan larutan (Kelessidis dkk, 2007). Metode Bayer merupakan metode paling ekonomis yang digunakan untuk pemurnian bijih bauksit dengan kandungan Fe_2O_3 yang tinggi.

Alumina juga dapat diproduksi dari bijih bauksit dengan beberapa metode lain, seperti metode *Lime Sinter process* menggunakan kapur; metode *Deville Pechiney process* menggunakan natrium karbonat dan metode *Serpeck process* menggunakan suhu tinggi dengan karbon dan nitrogen. Dalam *sintering process*, bijih bauksit dihancurkan dan dicampur dengan kapur dan soda kaustik, campuran kemudian disintering pada suhu tinggi (sekitar $1200\text{ }^\circ\text{C}$) untuk membentuk larutan natrium aluminat dengan penambahan air atau larutan alkali encer. Metode *sintering process* merupakan metode yang tepat digunakan untuk pemurnian bijih bauksit dengan rasio alumina/silika $3\text{-}6$. Kombinasi metode Bayer dan metode

sintering process juga dapat digunakan untuk bijih bauksit dengan rasio alumina/silika $> 4,5$.



Gambar 2.1 Skema pengolahan bauksit dengan proses Bayer (Ma dkk, 2009)

Indonesia merupakan salah satu negara di dunia yang memproduksi alumina dari penambangan bijih bauksit. Bauksit di Indonesia dapat ditemukan di Pulau Bintan dan sekitarnya, Pulau Bangka dan Kalimantan Barat. Menurut data dari Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM), beberapa tempat penambangan bauksit di Indonesia yaitu Sumatra Utara (Kota Pinang), Riau (Pulau Bulan, Pulau Bintan, Pulau Lobam Kepulauan Riau, Kijang, Galang, Wacopek, Tanah Merah dan Senggarang), Kalimantan Barat (Tayan Menukung, Sandai, Pantus, Balai Berkuah, Kendawangan dan Munggu Besar), dan Bangka Belitung (Sigembir).

2.2 Limbah Bauksit (*Red Mud*)

Proses pengolahan bauksit untuk produksi alumina menghasilkan produk samping berupa limbah lumpur (tanah) padat berwarna coklat kemerahan yang disebut sebagai *red mud*. Dari setiap proses pengolahan bijih bauksit dihasilkan

0.8-1.5 ton *red mud* per ton alumunium yang dihasilkan (Zhang dkk, 2011). Sebagai limbah padat , *red mud* biasanya dibuang di danau lumpur dalam bentuk *slury*, berupa tumpukan di kolam lumpur kering di dekat pabrik alumina atau dibuang langsung melalui pipa ke dalam perairan (laut). Pembuangan *red mud* dalam jumlah besar ke lingkungan dapat menyebabkan permasalahan lingkungan yang serius, seperti kontaminasi tanah, pencemaran air tanah dan terbentuknya suspensi partikel halus di perairan. Selain itu, penyimpanan *red mud* kering juga dapat menyebabkan polusi debu yang merupakan masalah kesehatan yang serius bagi masyarakat di sekitar kolam penyimpanan *red mud* (Power dkk, 2011)

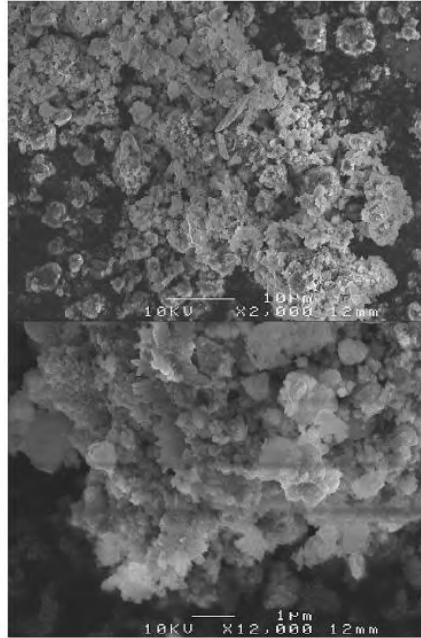


Gambar 2.2 Penumpukan red mud di Australia (Fergusson, 2014)

2.2.1 Sifat, Komposisi Kimia dan Pengolahan *Red Mud*

Red mud merupakan limbah padat berupa lumpur berwarna coklat kemerahan, dimana warna kemerahan pada *red mud* ini disebabkan oleh adanya kandungan besi yang tinggi (Sushil dkk, 2007). Kandungan besi pada *red mud* dalam bentuk oksida (Fe_2O_3) dapat mencapai 60% dari massa *red mud*. Secara umum, *red mud* merupakan material yang sangat baik dalam hal distribusi ukuran partikel. *Red mud* memiliki ukuran partikel rata-rata $< 10 \mu\text{m}$ dengan luas permukaan spesifik (BET) sekitar $10\text{-}25 \text{ m}^2/\text{g}$. *Red mud* mengandung berbagai partikel dengan ukuran dan bentuk yang berbeda dan juga memiliki permukaan

yang berpori. Gambar 2.2 memperlihatkan profil SEM dari *red mud* (Wang dkk, 2008)



Gambar 2.3 Mikrograf SEM *red mud* (Wang, 2008)

Red mud memiliki alkalinitas tinggi, dalam bentuk kering dengan pH berkisar antara 10-12,5 (Yang dkk, 2009) sedangkan dalam bentuk *slurry* alkalinitas *red mud* lebih tinggi ($\text{pH} > 13$) yang disebabkan oleh adanya kandungan NaOH dan Na_2CO_3 (1-6%, wt/wt) dalam bentuk Na_2O (Sahu dkk, 2011).

Secara umum, fasa mineral utama dalam *red mud* dari proses Bayer adalah *gibbsite* ($\text{Al}(\text{OH})_3$), *boehmite* ($\gamma - \text{AlOOH}$), *hematite* (Fe_2O_3), *goethite* (FeO-OH), *quartz* (SiO_2), *anatase* (TiO_2), *rutile* (TiO_2), dan *calcite* (CaCO_3). Sedikit berbeda, *red mud* yang diolah melalui proses sintering memiliki kandungan mineral utama seperti $\beta\text{-}2\text{CaO.SiO}_2$, *calcite* dan *aragonite* (CaCO_3), *hematite* (Fe_2O_3), *gibbsite* ($\text{Al}(\text{OH})_3$) dan *perovskite* (CaTiO_3). Kandungan mineral dalam *red mud* merupakan residu mineral dari bijih bauksit, sehingga kandungan mineral *red mud* dapat berbeda-beda bergantung kepada proses pengolahan dan jenis bijih bauksit yang diolah (Sutar dkk, 2014)

Analisis kimia *red mud* memperlihatkan bahwa *red mud* mengandung 6 komponen utama yaitu besi, aluminium, silikon, natrium, kalsium dan titanium. Selain komponen utama tersebut, *red mud* juga mengandung komponen minor yaitu K, Cr, V, Ni, Ba, Cu, Mn, Pb, dan Zn. Besi oksida merupakan komponen yang terbanyak hingga 60%, diikuti dengan alumina dan silika, natrium, titanium dan silikat. *Red mud* yang berasal dari India sedikit berbeda karena memiliki kandungan titanium oksida yang lebih tinggi dari alumina (Wang, 2008). Variasi komposisi kimia *red mud* dunia di masing-masing negara berbeda.

Tabel 2.1 Komposisi Utama *Red mud* di beberapa negara di dunia

Negara	Komposisi utama %				
	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Na ₂ O
China	6,85	7,29	13,85	2,45	2,73
USA	30,40	16,20	11,14	10,11	2,00
India	20,26	19,60	6,74	28,00	8,09
Hungaria	38,45	15,20	10,15	4,60	8,12
Jamaika	50,90	14,20	3,40	6,87	3,18
Suriname	24,81	19,00	11,90	12,15	9,29
Jerman	38,75	20,00	13,00	5,50	8,16

Indonesia merupakan salah satu negara di dunia dengan aktifitas penambangan dan pengolahan bauksit cukup tinggi. Salah satu penambangan bauksit yang aktif dengan proses penambangan dan produksi alumina di Indonesia terletak di Pulau Bintan, Kepulauan Riau. Sejauh ini, limbah *red mud* yang dihasilkan di Pulau Bintan, Kepulauan Riau belum diolah dan dimanfaatkan dengan baik. Ramdhani (2015) melaporkan telah melakukan analisis kimia terhadap sampel *red mud* Pulau Bintan. Kandungan besi oksida, alumina dan silika pada *red mud* masing-masing 44,659%; 28,870%; dan 20,209%. Kandungan alumina yang cukup tinggi pada sampel *red mud* tersebut dimanfaatkan untuk mensintesis material alumina mesopori.

Tabel 2.2 Kandungan Senyawa *Red mud* dari Pulau Bintan, Kepulauan Riau

Komposisi	Berat (%)
Fe ₂ O ₃	44,659
Al ₂ O ₃	28,870
SiO ₂	20,209
TiO ₂	3,026
ZrO ₂	1,294
NiO	0,617
P ₂ O ₅	0,508
K ₂ O	0,368
CaO	0,279
Cr ₂ O ₃	0,101
V ₂ O ₅	0,070

Berdasarkan alkalinitas yang tinggi dan sifat kimia dan mineralogi dari *red mud*, maka *red mud* diklasifikasikan sebagai limbah beracun (Hind dkk, 1999) yang harus diolah terlebih dahulu sebelum dibuang ke lingkungan. Proses penetralan *red mud* sebelum dibuang ke lingkungan akan mengurangi dampak polusi terhadap lingkungan. Beberapa metode yang digunakan untuk menetralkan *red mud* hingga saat ini adalah penetralan dengan asam, pengaliran gas CO₂, penetralan dengan air laut, metode *bioleaching* dan *sintering*. Metode *bioleaching* merupakan ekstraksi logam dari bahan mentahnya menggunakan bakteri misalnya ekstraksi besi dengan menggunakan bakteri pengoksidasi besi dan sulfur seperti *Acidithiobasillus ferrooxidans* dan *Acidibacillus thiooxidans* (Wang dkk, 2008)

Metode penyimpanan *red mud* secara garis besar dapat dibagi menjadi dua jenis yakni penyimpanan basah dan penyimpanan kering. Pada penyimpanan basah, *red mud* dialirkan ke dalam sebuah kolam sebagai *slurry* dan kemudian disimpan setelah pengendapan. Berbeda dengan penyimpanan kering yang melibatkan perpindahan *desiccative red mud* ke dalam kolam, dimana terdapat *red mud* yang telah terakumulasi akibat panas dan kekeringan. Secara garis besar metode penyimpanan basah membutuhkan biaya yang lebih besar dibandingkan penyimpanan kering.

2.2.2 Pemanfaatan *Red Mud*

Dewasa ini telah banyak dikembangkan teknologi pemanfaatan *red mud* guna mengatasi permasalahan lingkungan yang ditimbulkan oleh *red mud*. Sejak tahun 1950-an, para ilmuwan telah melakukan proyek penelitian yang mengeksplorasi pembuangan dan pemanfaatan *red mud*, berdasarkan sifat fisik dan kimia yang unik dari *red mud* (Wang dkk, 2008).

Beberapa peneliti menggunakan *red mud* dan mengubah *red mud* menjadi material lain sebelum digunakan. Pemanfaatan *red mud* dapat dilakukan dengan mengambil komponen yang dominan dari *red mud* untuk digunakan sebagai sumber bahan baku dalam pembuatan suatu produk atau material tertentu (Ramdhani, 2015). *Red mud* memiliki kadar besi yang tinggi sehingga besi pada *red mud* dapat dipisahkan dan dimanfaatkan. Beberapa metode yang dapat digunakan dalam memisahkan besi dari *red mud* yakni metode pelelehan, metode pemisahan secara magnetik dan metode ekstraksi *leaching*. Selain itu, *red mud* juga memiliki kadar aluminium dan natrium yang cukup tinggi. Zhong dkk (2008) memisahkan Al_2O_3 dan Na_2O dalam *red mud* dengan metode pelelehan garam, dimana diperoleh Al_2O_3 sebesar 88%. Setelah proses dealuminisasi *red mud* ditambahkan larutan NaOH untuk mendapatkan Na_2O dari *red mud*.

Penelitian yang terus dikembangkan saat ini dengan memanfaatkan *red mud* dalam mengatasi masalah pencemaran lingkungan. *Red mud* secara langsung dapat dimanfaatkan sebagai material bahan bangunan dan konstruksi. Sedangkan setelah dilakukan proses pengolahan lebih lanjut, *red mud* memiliki banyak manfaat lainnya (Liu dkk, 2014).

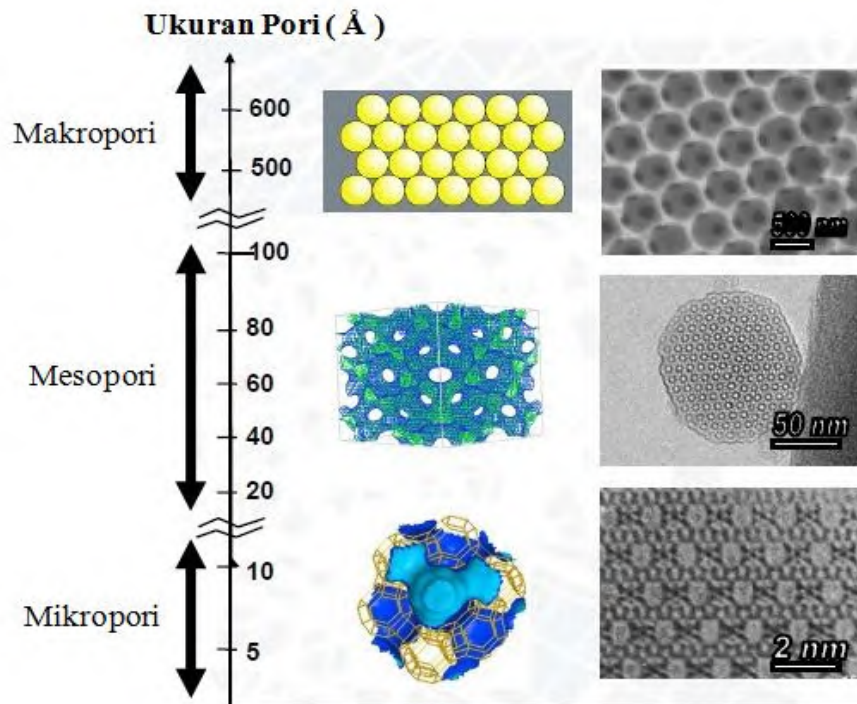
Tabel 2.3 Pemanfaatan *Red Mud* di Berbagai Bidang

No.	Bidang	Pemanfaatan	Literatur
1	Katalisis	Sebagai katalis dalam proses produksi biodiesel	Liu dkk, 2013
		<i>Red mud</i> terkarbonasi sebagai katalis dalam proses <i>cracking</i> hidrokarbon	Pulford dkk, 2012
		Sebagai katalis untuk reaksi hidrogenasi, hidroklorinasi dan oksidasi hidrokarbon	Karimi dkk, 2010; Sushil dkk, 2008; Balakrishna dkk, 2009; Oliveira dkk, 2011
		<i>Red mud</i> sebagai katalis pada konversi minyak bekas dan plastik bekas menjadi bahan bakar.	Cakici dkk, 2004
2	Pengelohan air dan air limbah	<i>Sintered red mud</i> untuk proses defluoridasi air	Guocheng dkk, 2012
		<i>Red mud</i> terkarbonasi sebagai adsorben dalam proses <i>clean up air</i>	Pulford dkk, 2012
		<i>Red mud</i> teraktivasi untuk adsorpsi fosfat dari air	Couillard, 1982
		Adsorben untuk mengadsorpsi ion-ion logam berat seperti Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+}	Vaclavikova dkk, 2005; Kalkan dkk, 2004; Santona dkk, 2006
		Granular <i>red mud</i> untuk menghilangkan flor dari air	Tor dkk, 2009
3	Material bangunan	<i>Red mud</i> sebagai material dasar dalam pembuatan semen, keramik, keramik dekoratif dan kaca	Kalkan, 2006; Vangelatos dkk, 2009; Pontikes dkk, 2007; Nevin dkk, 2000
		Sebagai bahan dasar produksi batu bata tahan api, batu bata dekoratif dan batu bata-abu layang	Xing dkk, 1993; Yang dkk, 1996; Zhang dkk, 2000

		Sebagai bahan dasar produksi kaca dari campuran <i>red mud-fly ash</i> dan produksi material kaca dekoratif	Yang dkk, 2004; Liang dkk, 1996
4	Material pengisi (<i>filler</i>)	Sebagai bahan dasar untuk <i>road base material</i>	Qi dkk, 2005
		Aplikasi dalam konstruksi penambangan bauksit : campuran <i>red mud</i> , abu layang dan air (<i>red mud paste cemented filling mining</i>)	Yang dkk, 1996
		<i>Red mud</i> sebagai <i>filler</i> dalam pembuatan PVC	Nan dkk, 2010
5	Pengendalian polusi (lingkungan)	<i>Red mud</i> sebagai adsorben untuk menghilangkan fosfat, pewarna dan klorofenol	Huang dkk, 2008
		<i>Red mud</i> dapat secara signifikan mengurangi Cd dan Zn pada keadaan penukaran atau tahap efektif dalam tanah.	Gao dkk, 2008

2.3 Material Mesopori

Menurut definisi *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), material berpori dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelompok yaitu material mikropori dengan diameter pori < 2 nm, material mesopori dengan diameter pori mulai dari 2-50 nm, dan material makropori dengan diameter pori > 50 nm (Li dan Zhao, 2013)



Gambar 2.4 Klasifikasi material berpori berdasarkan ukuran pori

Material mesopori memiliki pori berukuran nanometer dalam jumlah besar sehingga dicirikan dengan luas permukaan yang tinggi. Material mesopori dapat diaplikasikan pada berbagai bidang : penukar ion, separasi, katalis, sensor, template untuk *carbon nanotube*, sistem *drug delivery* dalam bidang kedokteran, dan pemurnian material. Karena luas permukaan yang sangat tinggi, material mesopori memiliki kemampuan yang sangat baik untuk mengadsorpsi dan berinteraksi dengan atom, ion dan molekul pada permukaannya.

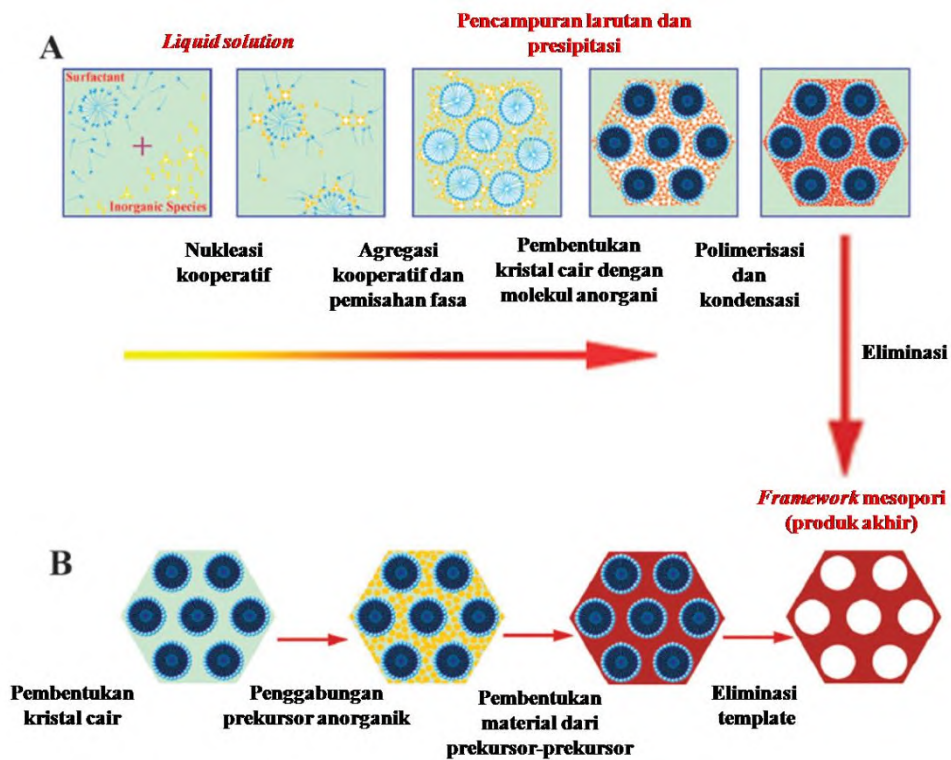
Beberapa peneliti telah melaporkan metode sintesis material silika mesopori dan menyarankan beberapa mekanisme yang berbeda untuk menghasilkan struktur

mesopori hasil sintesis dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, sebagai berikut (Naik dan Ghosh, 2009) :

- Starting material yang digunakan
- Agen pengarah struktur (surfaktan) yang digunakan
- Parameter reaksi seperti pH, temperatur, pelarut

Material mesopori pertama kali disintesis dengan menggunakan templat/surfaktan oleh *The Mobile Research Group* pada tahun 1992 (Kresge dkk, 1992). Sejak saat itu, beberapa kelompok peneliti berhasil mensintesis berbagai jenis struktur dan morfologi dari material mesopori. Beberapa sifat dan karakteristik material mesopori yang umumnya disintesis adalah distribusi ukuran pori yang luas, luas permukaan yang besar ($\sim 1000 \text{ m}^2/\text{g}$), *channel* pori yang besar, stabilitas termal dan struktur yang baik, porositas yang tinggi dan kemudahan dalam membuat pori yang saling terhubung dengan kondisi sintesis yang mudah dan penggunaan surfaktan (Lu dkk, 2009).

Metode templat telah banyak digunakan untuk sintesis material mesopori. Templat bekerja saat kristalisasi material mesopori dan hilang saat kalsinasi. Mesopori yang terbentuk oleh templat tidak mempengaruhi komposisi framework dan pemilihan templat dapat disesuaikan untuk memperoleh volume, bentuk, dan konektivitas pori. Templat terdiri dari *hard-template* (misalnya dengan karbon, resin, polistiren) untuk material yang relatif rigid dan *soft-template* menggunakan misel dari molekul surfaktan atau polimer kationik hidrofilik (Cejka, Corma, dan Zones, 2010). Molekul surfaktan akan membentuk misel dalam larutan dan sebagai templat pembentuk struktur meso yang menghasilkan distribusi ukuran mesopori yang seragam (Serrano dkk., 2012).



Gambar 2.5 Skema metode *soft-templating* melalui dua strategi sintesis : (A) *cooperative self-assembly* dan (B) “*true*” *liquid-crystal templating*

2.4 Sintesis Aluminosilikat Mesopori

Material aluminosilikat mesopori konvensional biasanya disintesis menggunakan sumber silika organik yang mahal dan beracun, seperti TMOS (tetrametil ortosilikat) atau TEOS (tetraetil ortosilikat) dan sodium aluminat atau sodium sulfat sebagai sumber alumina (Sun, 2014). Beberapa peneliti telah melakukan beberapa upaya untuk mengembangkan penggunaan prekursor nontoksik, seperti silika koloid (Amama dkk, 2005), silika amorf (Gaydhankar dkk, 2006) dan silika *fumed* (Luan dkk, 1995).

Dewasa ini juga telah banyak dikembangkan sintesis material aluminosilikat mesopori dengan menggunakan sumber aluminosilikat dari alam. Beberapa bahan alam yang telah digunakan untuk mensintesis aluminosilikat yaitu kaolin (Qoniah, 2015); *attapulgite* (Yang dkk, 2010); *halloysite* (Zhou dkk, 2013); *saponite* (Linssen dkk, 2002); *volclay* (Adjdir dkk, 2009); lempung alam (sun dkk, 2015); abu sekam padi (Simanjuntak dkk, 2013); *K-feldspar* (Miao dkk, 2005).

Metode sintesis material aluminosilikat mesopori juga telah banyak dikembangkan. Metode yang paling umum digunakan yaitu metode sol-gel dan hidrotermal. Zapata dkk (2011) mensintesis aluminosilikat amorf dengan metode sol-gel dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silika. TEOS terlebih dahulu dilarutkan dalam 2-butanol. Aluminium tri-*sec*-butoksida (T*sec*BuAl) sebagai sumber alumina kemudian ditambahkan diikuti dengan penambahan NaOH. Gel yang dihasilkan kemudian direfluks pada 80 °C dan produk yang dihasilkan kemudian difiltrasi dan produk padatan di keringkan dan dikalsinasi pada 250 °C selama 24 jam. Produk aluminosilikat amorf yang dihasilkan kemudian diaplikasikan sebagai adsorben dalam proses adsorpsi bahan pewarna organik.

Metode hidrotermal merupakan metode pembuatan kristal yang tergantung pada kelarutan mineral dalam air panas di bawah kondisi tekanan tinggi. Sistem hidrotermal sesuai untuk pertumbuhan kristal dengan kualitas yang baik dengan komposisi yang dapat dikontrol (Byrappa, 2007). Hal penting yang perlu diperhatikan dalam sintesis material dengan menggunakan metode hidrotermal yaitu temperatur, tekanan, pelarut yang digunakan dan stoikiometri reaksi (Ismunandar, 2004). Kelebihan metode hidrotermal dibandingkan metode lain yaitu material yang dihasilkan memiliki kemurnian yang tinggi, distribusi ukuran partikel yang baik, keseragaman ukuran partikel dan juga efektifitas dari segi waktu dan kemudahan pengerjaan (Somiya dan Roy, 2000).

Zhou dkk (2013) menggunakan metode hidrotermal untuk mensintesis aluminosilikat mesopori dari *halloysite*. Reaksi hidrotermal dilakukan menggunakan wadah teflon yang ditempatkan di dalam *autoclave stainless steel* dan dilakukan reaksi hidrotermal pada temperatur 90 °C selama 24 jam. Metode lain yang dapat digunakan untuk mensintesis aluminosilikat mesopori yaitu dengan metode elektrokimia (Simanjuntak dkk, 2013); metode *liquid-phase transport* (Sun dkk, 2015); rekristalisasi (Han dkk, 2011).

Tabel 2.4 Metode sintesis aluminosilikat dari berbagai bahan dasar

Sumber Alumina dan Silika	Surfaktan	Metode	Kondisi optimum	Referensi
Natrium aluminat, Fumed silica	CTAOH	Kristalisasi hidrotermal	Hidrotermal pada suhu 135 °C, 24 jam	Xia dan Mokaya, 2006
Alumunium isopropoksida, TEOS	Pluronic P123	Hidrotermal	Suhu hidrotermal 100 °C selama 24 jam	Li dkk, 2010
Alumunium <i>sec-butoksida</i> , TEOS	CTABr	Sol-gel dan <i>cationic surfactant route</i>	Waktu aging 48 jam dan suhu kalsinasi 520 °C	Derewinski dkk, 2002
Zeolit Na-A	TMAOH	Metode <i>Template-assisted</i>	Rasio Si/Al = 7	Tanaka dkk, 2008
Natrium aluminat, LUDOX	CTABr	Sol-gel	Waktu <i>aging</i> 3 hari	Zhao dkk, 2001
<i>K-feldspar</i>	CTABr	Hidrotermal	Suhu hidrotermal 130 °C selama 60 jam; pH 10,5	Miao dkk, 2005
Logam alumunium, abu sekam padi	-	Metode elektrokimia	Waktu <i>aging</i> 24 jam, voltase 6 V	Simanjuntak dkk, 2013
SBA-15 dan natrium aluminat	TPABr	Rekristalisasi SBA dan sol-gel	<i>Aging</i> 2 hari	Luo dkk, 2008

2.5 Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori

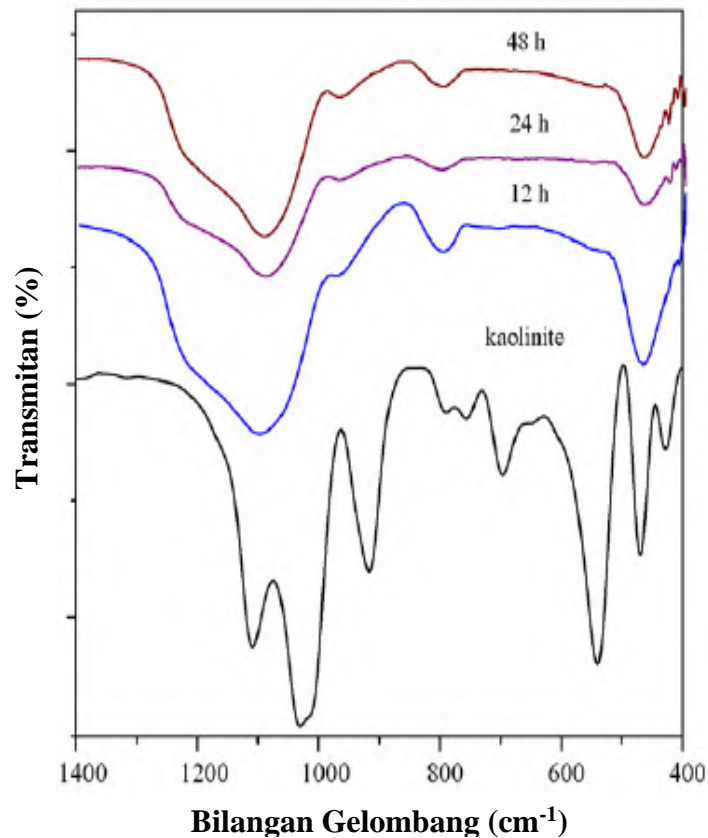
2.5.1 Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektroskopi FTIR merupakan spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi campuran, dan memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul dan gugus fungsi suatu senyawa (Prasetyoko dkk, 2016). Sampel yang digunakan dalam analisa IR (*Infra Red*) dapat berbentuk padat, cair maupun gas. Ketika sampel diletakkan dalam berkas radiasi IR, sampel akan mengabsorpsi radiasi pada frekuensi yang sesuai dengan frekuensi vibrasional molekular dan meneruskan seluruh frekuensi yang lain. Spektrometer IR mengukur frekuensi dari radiasi yang terabsorb, dan plot hasil dari energi terabsorb terhadap frekuensi dikenal sebagai spektra IR dari material yang dianalisis. Analisa dengan metode ini didasarkan bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Identifikasi senyawa dapat dilakukan karena perbedaan struktur

kimia material akan memberikan karakteristik vibrasi dan menghasilkan spektra IR yang unik. Pengukuran FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) standar berlangsung pada range 4000-400 cm^{-1} ((Silverstein dkk., 2005), tetapi dapat pula mencapai $\sim 50 \text{ cm}^{-1}$ dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik, dan detektor. Keuntungan dari metode FTIR yaitu radiasi sumber sinar yang lebih tinggi, perbandingan sinyal/ *noise* ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran, dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi dengan spektrometer dispersif cahaya konvensional (Sibilia, 1996).

Karakterisasi material dengan spektroskopi FTIR menghasilkan data yang dapat mendukung atau memperkuat data yang diperoleh dari metode karakterisasi lain. Misalnya, struktur suatu material yang telah ditentukan dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) akan lebih terpercaya bila didukung dengan karakterisasi menggunakan FTIR (Prasetyoko dkk, 2016)

Qoniah dkk (2015) melakukan karakterisasi dengan spektroskopi FTIR pada material aluminosilikat mesopori yang disintesis dari kaolin, dengan mengamati transformasi dari kaolin menjadi kerangka aluminosilikat mesopori. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu hidrotermal 12, 24 dan 48 jam. Spektra IR produk aluminosilikat yang dihasilkan dari proses hidrotermal 12 jam dari sintesis menunjukkan bahwa puncak berhubungan dengan kaolinit telah menghilang bersama-sama dengan munculnya puncak pada pita serapan 1090, 796, dan 470 cm^{-1} yang merupakan karakteristik dari kerangka material *silica-based*. Menurut Flanigen (1976), vibrasi tekuk ikatan O-T-O ditandai dengan munculnya puncak pada daerah sekitar 470 cm^{-1} . Puncak yang lebar pada daerah sekitar 1090 cm^{-1} dan 796 cm^{-1} masing-masing menunjukkan ikatan vibrasi internal ulur Si-O-Si dan Si-O-Al yaitu asimetri dan simetri. Puncak bahu pada pita serapan 1220 cm^{-1} mengindikasikan *stretching* asimetri eksternal Si-O-Si dan puncak pada 960 cm^{-1} merupakan serapan khas dari terminal gugus silanol (Si - OH) pada permukaan dinding mesopori. Hasil spektra IR aluminosilikat mesopori tidak mengalami perubahan yang berarti dengan bertambahnya waktu hidrotermal menjadi 24 dan 48 jam, sehingga dapat disimpulkan bahwa kerangka aluminosilikat telah sepenuhnya terbentuk pada waktu kristalisasi hidrotermal 12 jam.



Gambar 2.6 Spektra FTIR aluminosilikat mesopori amorf hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 12,24 dan 48 jam (Qoniah dkk, 2015)

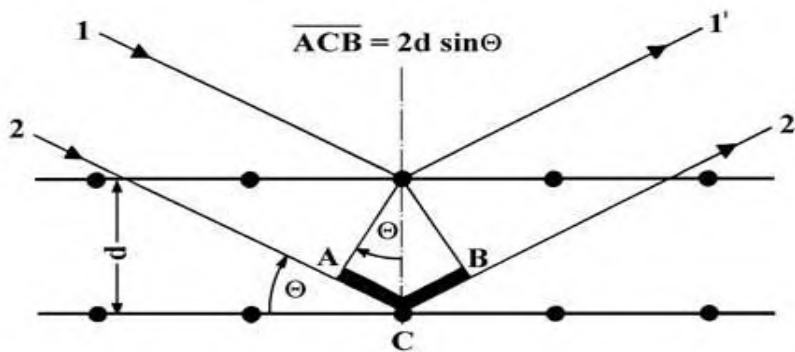
2.5.2 X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur, komposisi, dan tingkat kristalinitas material. Beberapa aplikasinya adalah mengidentifikasi sampel berdasarkan puncak kristalinitas dan pengukuran kisi kristal. Sampel dapat berupa serbuk, padatan, film atau pita (Sibilia, 1996).

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (2.21)$$

dengan n adalah orde sinar (bilangan bulat, mulai dari 1), λ adalah panjang gelombang dari berkas sinar (sinar X), d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

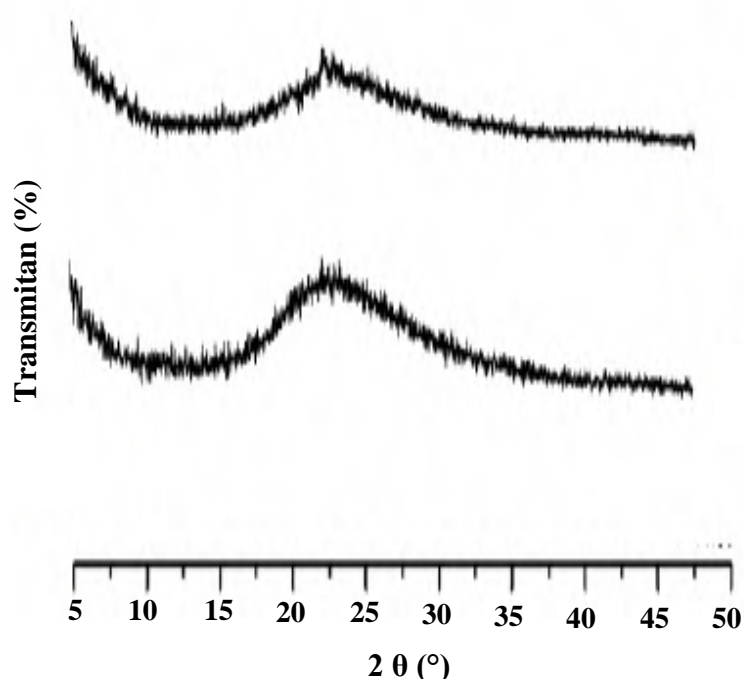


Gambar 2.7 Hukum Bragg untuk difraksi sinar-X (West, 1984)

Pola difraksi sinar-X material kristalin adalah khas, sesuai dengan struktur kristal serta atom-atom penyusunnya. Material kristalin memiliki atom-atom penyusun yang tersusun sedemikian rupa sehingga bentuknya menyerupai bidang-bidang dengan jarak antar bidang yang tertentu dan tiap atom tersebut dapat memantulkan berkas sinar-X. Berbeda dengan material amorf, dimana atom-atom pada material amorf tersusun secara acak. Oleh karena itu, hanya material yang bersifat kristalin saja yang dapat menghasilkan pola difraksi yang menunjukkan struktur kristalnya, sedangkan fasa amorf tidak (Prasetyoko, 2016). Bentuk pola difraksi sinar-X oleh bidang kisi kristalin dideteksi dengan memposisikan sumber sinar-X, sampel, dan detektor secara benar, sehingga pola difraksi yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas yang bervariasi sepanjang nilai sudut 2θ . Tingginya intensitas yang terdeteksi bergantung pada jumlah atom atau ion, dan distribusinya pada material sampel yang dikarakterisasi. Pola difraksi yang dihasilkan bersifat khas dan karakteristik, bergantung pada kisi kristal, parameter sel, dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan (West, 1984).

Difraktogram material aluminosilikat mesopori dan aluminosilikat mesopori amorf yang disintesis dengan menggunakan kombinasi agen pengarah struktur tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH) dan setiltrimetilamonium bromida (CTABr) sebagai agen pengarah struktur mesopori ditampilkan pada gambar 2.7 (Prasetyoko dkk, 2014). Sintesis aluminosilikat mesopori (AAM) menggunakan

TPAOH dan CTABr, sedangkan pada sintesis aluminosilikat mesopori amorf (AAM-T) penggunaan TPAOH digantikan dengan NaOH. Berdasarkan pola difraktogram tersebut, dapat dilihat bahwa penambahan TPAOH pada campuran sintesis material aluminosilikat tidak mengubah karakteristik amorf dari material aluminosilikat. Pola difraksi AAM dan AAM-T memperlihatkan pola seperti puncak yang melebar pada $2\theta = 20-30^\circ$ yang mengindikasikan bahwa aluminosilikat yang terbentuk adalah amorf.



Gambar 2.8 Difraktogram aluminosilikat mesopori (AMT) dan aluminosilikat mesopori amorf (AMT) (Hartati dkk, 2014)

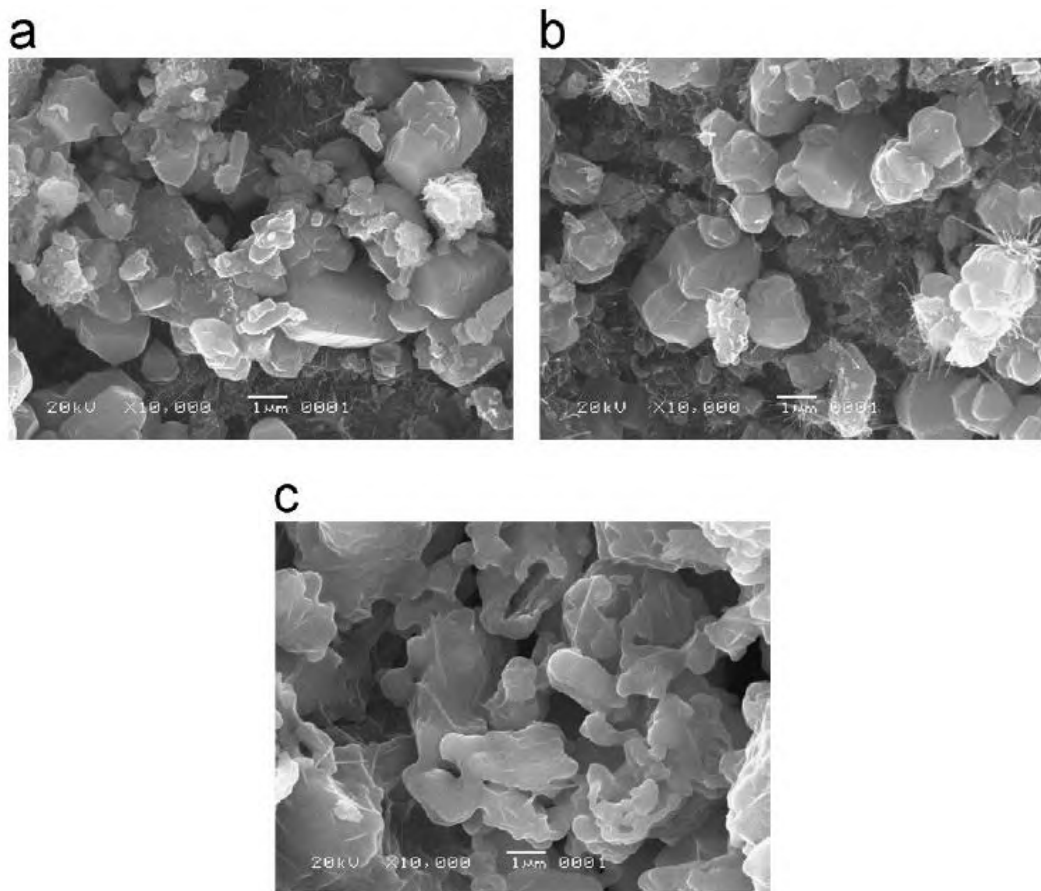
2.5.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan suatu instrumen yang digunakan sebagai pencitraan material berdasarkan prinsip kerja mikroskopi. Teknik analisis SEM menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya. SEM menggunakan *electron beam* berenergi tinggi sebagai sumber sinar dan kemudian difokuskan oleh medan elektromagnetik sebagai lensanya untuk kemudian ditumbukkan pada permukaan sampel dan menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan spesimen padat. Sinyal yang berasal dari interaksi antara elektron dan sampel mengungkapkan informasi

tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur) sampel (Dunlap, 1997). Aplikasi utama dari SEM adalah untuk melihat material menggunakan perbesaran yang maksimum dan memberikan informasi tentang morfologi, ukuran, dan komposisi dari permukaan padatan.

Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *energy dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-ray. EDX digunakan untuk mendapatkan komposisi unsure yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 2014).

Gambar morfologi SEM sampel aluminosilikat yang disintesis dari abu sekam padi dan logam aluminium dengan metode elektrokimia ditampilkan pada Gambar 2.8. Sintering dilakukan pada sampel aluminosilikat dengan variasi temperatur 700, 850 dan 1400 ° C. Berdasarkan mikrograf tersebut, dapat dilihat bahwa dengan adanya kenaikan temperatur sintering dari 700 menjadi 850 °C, dihasilkan *grains* dengan ukuran yang lebih besar dan bentuk yang berbeda, hal ini menunjukkan bahwa peningkatan suhu mengintensifkan aglomerasi partikel dan memisahkan butiran partikel. Mikrostruktur sampel yang disintering pada 1400 °C memperlihatkan butiran yang sangat seragam dengan permukaan yang halus tanpa batas antar butiran yang jelas. Permukaan butiran yang sangat halus mengindikasikan bahwa pada temperatur tersebut *quartz* telah diubah menjadi silica cair yang menembus agregat alumina.

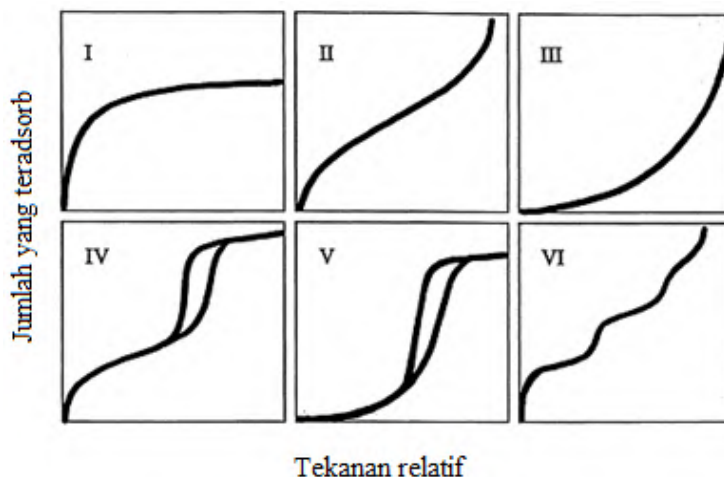


Gambar 2.9 Mikrograf SEM sampel aluminosilikat yang disintering pada pada (a) 700, (b) 850 dan (c) 1400 °C (Simanjuntak dkk, 2013)

2.5.4 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Adsorpsi gas nitrogen bertujuan untuk menentukan luas permukaan spesifik dan ukuran pori padatan katalis yang didasarkan pada teori BET (Brunauer, Emmet, Teller). Persamaan tersebut didasarkan pada asumsi-asumsi yaitu terjadi adsorpsi banyak lapis bahkan pada tekanan rendah, tidak terjadi interaksi antar molekul yang teradsorpsi, nilai kecepatan adsorpsi sama dengan kecepatan desorpsi, padatan memiliki permukaan homogen yaitu memiliki keadaan energi yang sama. Secara umum penentuan luas tersebut dilakukan melalui adsorpsi fisika gas atau dengan adsorpsi kimia dengan menggunakan larutan. Luas permukaan diukur dengan menghitung jumlah molekul yang menempel pada *monolayer*. Dari hasil adsorpsi nitrogen ini dihasilkan kurva adsorpsi isotherm.

Kurva ini memiliki berbagai tipe, yaitu tipe I-VI seperti terlihat pada Gambar 2.10.

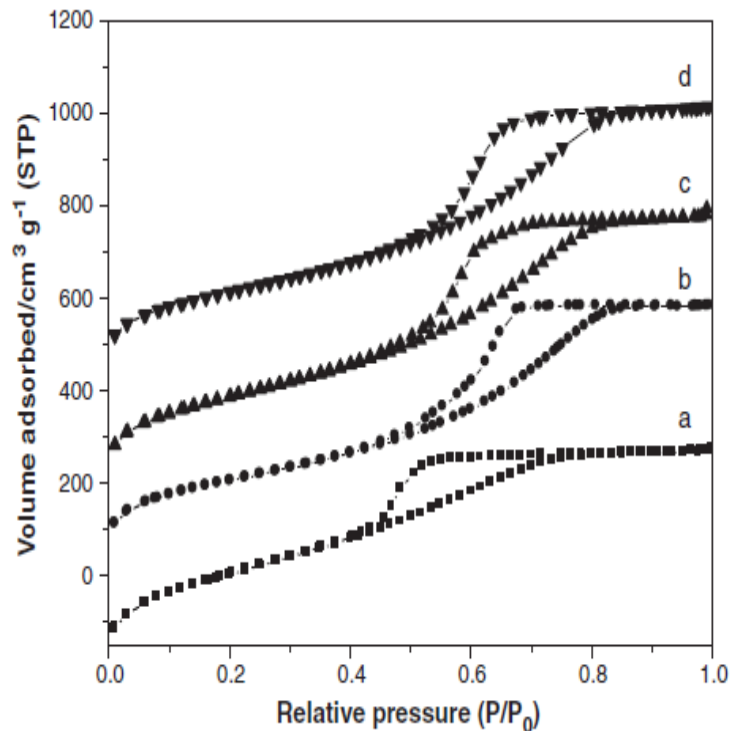


Gambar 2.10 Klasifikasi Adsorpsi Isoterm Menurut IUPAC

Berdasarkan gambar tersebut, tipe I merupakan tipe yang khas untuk padatan mikropori dan adsorpsi isoterm kimia. Tipe II dan III merupakan padatan yang tak berpori atau padatan yang mempunyai pori makro. Tipe IV merupakan padatan yang mempunyai pori meso, sedangkan tipe V terjadi apabila interaksi antara molekul nitrogen lebih kuat dibandingkan dengan nitrogen dengan padatan. Tipe VI merupakan padatan tak berpori yang mempunyai permukaan seragam. Dibawah suhu kritis dari adsorbat, pada umumnya adsorpsi terjadi pada tahapan *multilayer*. Adanya pori pada permukaan padatan akan memberikan efek pembatasan jumlah lapisan pada adsorbat dan terjadi fenomena kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler ini menyebabkan terjadinya histeresis (Adamson, 1997).

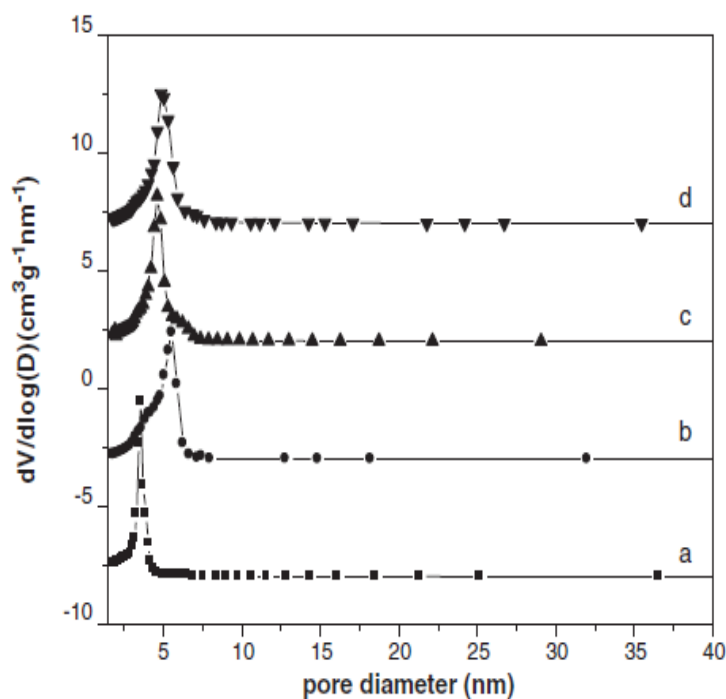
Gambar 2.10 menunjukkan profil isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel aluminosilikat mesopori yang disintesis menggunakan asam citrat (CA) dengan variasi rasio CA/Al sebagai agen pembentuk pori. Berdasarkan kurva adsorpsi-desorpsi tersebut, dapat dilihat bahwa semua isoterm merupakan tipe IV, yang merupakan karakteristik material mesopori (IUPAC). *Loop* histeresis yang terbentuk merupakan tipe H2. Histeresis *loop* bergeser ke arah P/P_0 yang lebih tinggi dengan meningkatnya rasio molar CA/Al dari 13 ke 32, yang

mengidentifikasi bahwa diameter pori sampel meningkat dengan bertambahnya rasio molar Ca/Al.



Gambar 2.11 Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ aluminosilikat dengan rasio CA/Al (a) CA-13, (b) CA-32, (c) CA-53 dan (d) CA-64 (Xu dkk, 2011)

Distribusi ukuran pori sampel aluminosilikat ditampilkan pada gambar 2.11. Dari kurva distribusi ukuran pori tersebut, dapat dilihat bahwa semua sampel aluminosilikat mesopori (CA-13, CA-32, CA-53 dan CA-64) menunjukkan adanya puncak yang sempit. Selain itu, puncak bergeser ke arah ukuran diameter pori relatif yang lebih besar dengan meningkatnya rasio molar dari 13 ke 32. Namun, diameter pori tidak mengalami perubahan setelah rasio molar ditingkatkan dari 32 ke 53 dan 64.



Gambar 2.12 Distribusi ukuran pori sampel aluminosilikat mesopori (a) CA-13, (b) CA-32, (c) CA-53 dan (d) CA-64 (Xu dkk, 2011)

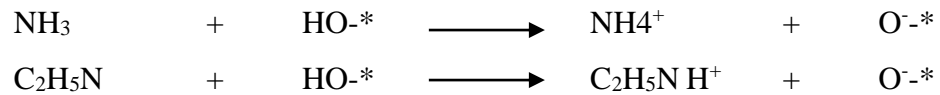
2.5.5 Keasaman Permukaan

Keasaman suatu katalis merupakan salah satu sifat penting yang berkaitan dengan kemampuan katalitiknya. Tujuan pengukuran keasaman adalah untuk mengetahui sifat keasaman dari permukaan padatan, dimana keasaman permukaan suatu padatan dapat bersifat asam Lewis dan atau asam Brønsted (Murthy dkk,2005). Jenis keasaman tersebut dapat dipelajari dengan menggunakan adsorpsi molekul *probe* pada permukaan katalis. Molekul *probe* yang digunakan adalah piridin (NH_3). Interaksi antara molekul *probe* pada permukaan katalis kemudian dimonitor dengan teknik spektroskopi infra merah (FT-IR).

Interaksi antara molekul *probe* dengan sisi asam Brønsted pada permukaan akan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1540-1545 cm^{-1} , sedangkan interaksi antara molekul *probe* dengan sisi asam Lewis pada permukaan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar 1440-1452 cm^{-1} (Planton dan Thomson, 2003).

Mekanisme pengikatan molekul *probe* dengan sisi asam pada permukaan terjadi dalam tiga tahapan (Muhajirah, 2011) :

1. Molekul teradsorp, terprotonasi oleh proton yang berasal dari gugus hidroksil permukaan, molekul ini menunjukkan sisi asam Brønsted permukaan, seperti pada persamaan reaksi berikut :

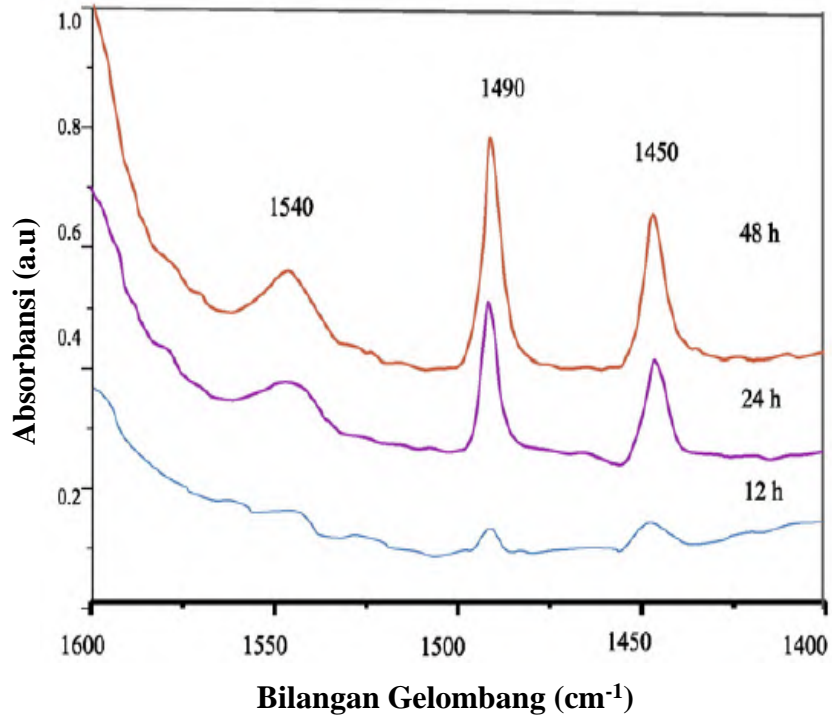


2. Atom nitrogen memberikan pasangan elektron bebas kepada kation dari oksida pada permukaan, sehingga berperan sebagai asam Lewis.
3. Ikatan hidrogen antara molekul *probe* dengan sisi asam permukaan. Interaksi ini sangat lemah, sehingga tidak digunakan untuk menentukan keasaman permukaan.

Pada prinsipnya, karakterisasi keasaman permukaan katalis dengan spektroskopi FT-IR diamati melalui pengamatan perubahan intensitas dan frekuensi piridin setelah diadsorpsi oleh gugus fungsi yang berhubungan pada permukaan katalis. Semakin banyak piridin yang teradsorp, intensitas yang muncul semakin tinggi pula, sehingga katalis semakin menunjukkan sifat keasamannya (Berhault dkk, 1998).

Teknik adsorpsi piridin sangat berguna untuk mengetahui keasaman material silikat berpori meso. Gambar 2.13 menampilkan spektra FTIR adsorpsi piridin sampel aluminosilikat mesopori amorf yang disintesis secara langsung dari kaolin sebagai *starting material* (Qoniah dkk, 2015). Dalam penelitian tersebut, Qoniah dkk (2015) melaporkan adanya pengaruh waktu hidrotermal terhadap jumlah sisi asam Lewis dan sisi asam Brønsted pada material aluminosilikat mesopori amorf yang dihasilkan. Hasil analisa FTIR adsorpsi piridin memperlihatkan adanya sisi asam sisi asam Lewis dan sisi asam Brønsted yang ditandai dengan adanya puncak serapan pada 1540 dan 1450 cm^{-1} . Intensitas puncak tersebut meningkat dengan naiknya waktu hidrotermal dari 12 , 24 dan 48 jam. Puncak yang muncul pada daerah bilangan gelombang 1490 cm^{-1} pada semua sampel merupakan karakteristik untuk kedua jenis asam Brønsted dan asam Lewis (keduanya). Jumlah sisi asam Brønsted meningkat dari 0,07 menjadi 0,31 dan 0,60 mmol/g dengan naiknya waktu hidrotermal dari 12 ke 24 dan 48 jam. Hal tersebut

membuktikan bahwa metode hidrotermal sangat krusial untuk pembentukan struktur mesopori dan menaikkan jumlah sisi asam permukaan pada suatu material.



Gambar 2.13 Spektra FTIR adsorpsi piridin aluminosilikat mesopori amorf dari kaolin hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 12,24 dan 48 jam (Qoniah dkk, 2015)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *furnace*, *tubular furnace*, oven, *milling*, mortar, ayakan 200 mesh, *stainless steel crucible*, *boats crucible*, timbangan analitik, *hotplate*, botol polietilen, *magnetic stirrer*, desikator, labu ukur, pipet volumetrik, pipet tetes, indikator pH universal, kertas saring biasa dan *whatman 42*, pompa vakum, corong *buchner*, corong biasa, labu erlenmeyer, kaca arloji, *beaker glass*, spatula.

Sampel dan produk sintesis dikarakterisasi dengan instrumen *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy (FTIR)*, *X-ray Fluorence (XRF)*, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)*, dan adsorpsi-desorpsi nitrogen.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *red mud* (lumpur residu bauksit) yang berasal dari Bintan Provinsi Kepulauan Riau, natrium hidroksida (NaOH), LUDOX (SiO₂, Aldrich, 30%), *tetrapropylammonium hydroxide* (TPAOH, 1 L= 1,00 kg, 40 %wt *solution in water*), aqua DM, *Cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr, C₁₉H₄₂BrN, Applichem, 99%), amonium asetat (CH₃CO₂NH₄, Merck, 98%), piridin (Merck), dan gas nitrogen.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi Sampel *Red Mud*

Sampel *red mud* (residu bauksit) dari Bintan, Provinsi Kepulauan Riau yang masih berupa bongkahan dan butiran-butiran kasar, terlebih dahulu dihaluskan menjadi butiran-butiran halus dengan ukuran yang lebih kecil dengan menggunakan *milling*. Butiran-butiran halus tersebut kemudian dihaluskan lagi dengan menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh untuk mendapatkan sampel *red mud* dengan keseragaman ukuran. Sampel *red mud*

kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 105 °C selama 4 jam untuk menghilangkan kadar airnya.

3.2.2 Penentuan Komposisi Sampel *Red Mud*

Sampel *red mud* berukuran 200 mesh diambil secukupnya (kurang lebih 1 gram) kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumentasi XRF (*X-Ray Fluorecence*) untuk mengetahui komposisi sampel *red mud*.

3.2.3 Reaksi Fusi Alkali *Red Mud* dan NaOH

Sampel *red mud* yang telah dihaluskan dan NaOH dengan perbandingan tertentu dicampur hingga homogen dan dimasukkan ke dalam krusibel *stainless steel*. Campuran kemudian dimasukkan ke dalam *furnace* dan dilakukan reaksi fusi pada suhu 600 °C selama 2 jam. Dilakukan variasi komposisi *red mud* dan NaOH (NaOH/RM) dengan rasio seperti pada tabel berikut :

Tabel 3.1 Variasi Rasio Komposisi Fusi

No.	Rasio NaOH / RM	Massa <i>Red Mud</i> (RM) dan NaOH (gr)	
		<i>Red Mud</i> (RM)	NaOH
1	0,8	15	12
2	1,0	15	15
3	1,2	15	18
4	1,4	15	21
5	1,5	15	22,5

Produk fusi yang dihasilkan kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang untuk mengetahui massa fusi.

3.2.4 Ekstraksi dan Pembuatan *Feed Natrium-Aluminat* dan *Natrium-Silikat*

Produk fusi yang dihasilkan dari proses sebelumnya digerus kemudian dicampurkan dengan 127,5 ml aqua DM. Campuran dimasukkan ke dalam botol polietilen kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 24 jam pada suhu ruang untuk mendapatkan Si dan Al terlarut. Campuran kemudian difiltrasi untuk mendapatkan filtrat (larutan sumber Si dan Al) dan residu.

Filtrat kemudian diuapkan dan dikeringkan untuk mendapatkan padatan natrium-aluminat dan natrium-silikat. Padatan kemudian dianalisis dengan

menggunakan instrumentasi SEM-EDX untuk mengetahui komposisi Al dan Si. Data yang didapatkan digunakan sebagai acuan dalam penentuan rasio mol sintesis aluminosilikat mesopori.

Residu dikeringkan pada temperatur 105 °C selama 24 jam kemudian ditimbang. Residu kering diambil sebanyak 1 gram kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan instrumentasi XRF untuk mengetahui komposisinya.

3.2.5 Sintesis Aluminosilikat Mesopori

Sintesis aluminosilikat mesopori dari *red mud* dilakukan menggunakan metode penelitian Hartati dan Prasetyoko (2012) dengan rasio komposisi molar 1 SiO₂ : 0,0125 Al₂O₃ : 0,2 TPAOH : 38 H₂O.

Sebanyak 0,94 gram padatan filtrat fusi (sumber Al₂O₃) dimasukkan ke dalam botol polietilen, kemudian sebanyak 39,99 gram LUDOX (sumber SiO₂) ditambahkan secara perlahan dan disertai dengan pengadukan kuat agar gel yang terbentuk tidak menggumpal. Gel kemudian distirer selama 30 menit, kemudian 20,33 gram TPAOH dan 96,60 akuades ditambahkan ke dalam campuran gel dan stirer dilanjutkan selama 15 jam pada temperatur ruang. Campuran kemudian di masukkan ke dalam oven dan dipanaskan pada temperatur 80 °C selama 24 jam untuk reaksi hidrotermal. Selanjutnya, setelah campuran dingin, sebanyak 18,93 gram CTABr (rasio molar SiO₂/CTABr = 3,85) ditambahkan secara perlahan dan distirer selama 30 menit. Campuran kemudian di-*aging* selama 4 jam pada temperatur ruang. Padatan yang terbentuk dicuci dengan akuades sampai pH netral dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam. Padatan kering dikalsinasi pada suhu 550 °C (2 °C/menit) dengan aliran N₂ selama 1 jam dilanjutkan dengan aliran udara selama 6 jam.

3.3 Karakterisasi Sampel *Red Mud* dan Produk Hasil Sintesis

Untuk mengkarakterisasi sampel *red mud* dan produk hasil sintesis, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan beberapa instrumen seperti *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR), *X-ray Fluorence* (XRF), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX), dan adsorpsi-desorpsi nitrogen.

3.3.1 Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Sampel red mud, padatan filtrat fusi, produk aluminosilikat mesopori hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR dan diukur dengan teknik *pellet* KBr menggunakan spektrofotometer infra merah pada bilangan gelombang 400-1400 cm^{-1} . Preparasi sampel dilakukan melalui pencampuran produk dengan KBr dengan komposisi sampel 1% terhadap total campuran.

3.3.2 X-ray Fluorescence (XRF)

Untuk mengetahui komposisi dan persentasi setiap komponen yang terkandung di dalam sampel *red mud* dan padatan filtrat fusi, sebanyak 1 gram sampel *red mud* diletakkan di atas *sample holder* kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan instrumentasi XRF.

3.3.3 X-ray Diffraction (XRD)

Sampel *red mud*, padatan filtrat fusi, padatan residu fusi, produk aluminosilikat mesopori hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, fasa kristal dan kristalinitasnya. Sebanyak 0,5 gram sampel ditempatkan pada *sample holder* kemudian ditembak dengan sinar X dengan sumber sinar $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA dilakukan pada rentang sudut 2θ antara $2-90^\circ$ (Yang dkk, 2013).

3.3.4 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX)

Produk padatan aluminosilikat mesopori yang didapatkan dari hasil sintesis dikarakterisasi dengan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan dan kandungan serta persebaran unsur yang terdapat dalam padatan. Padatan yang akan dikarakterisasi diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan proses *coating* dengan Pd/Au selama 15 menit pada tekanan 6×10^{-2} mBar, proses *coating* dilakukan untuk meningkatkan sifat konduktivitas dari sampel. Selanjutnya, dilakukan pemotretan dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil foto

SEM dianalisa menggunakan EDX sehingga menghasilkan foto dengan kandungan serta persebaran unsur-unsurnya.

3.3.5 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen diamati dengan menggunakan instrumen Quantachrom eCorporation (Nova-1200). Hal yang perlu dilakukan sebelum analisis ini adalah sampel sebanyak 0,2 gram di vakum selama 3 jam pada 300 °C kemudian dialiri gas Nitrogen pada 77 K. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) dihitung dengan persamaan BET (Brunauer-Emmet-Teller), sedangkan distribusi ukuran pori (*pore size distribution/PSD*) dianalisis menggunakan metode BJH (Barret-Joiner-Halenda).

3.3.6 Pertukaran Kation dan Uji Keasaman Pada Permukaan Produk Padatan Dengan Metode Adsorpsi Piridin

Untuk mengetahui keasaman permukaan pada padatan hasil sintesis, digunakan metode adsorpsi piridin yang dimonitor dengan spektrofotometer FTIR. Sebelum dilakukan uji keasaman, terlebih dahulu dilakukan pertukaran kation pada produk. Sebanyak 0,5 gram padatan hasil sintesis direfluks dengan menggunakan 20 mL larutan amonium asetat 0,5 M pada suhu 60 °C selama 3 jam. Padatan selanjutnya dikeringkan pada suhu 110 °C selama 12 jam dan dikalsinasi suhu 550 °C selama 1 jam dalam suasana N_2 lalu dilanjutkan dalam udara selama 6 jam.

Untuk uji keasaman dengan metode adsorpsi piridin, diambil sebanyak 10-15 mg padatan dan dihaluskan dengan mortar agats, kemudian padatan ditabur pada permukaan cetakan pelet dan ditutup hingga rapat. Cetakan pelet diletakkan pada alat penekan dengan dongkrak tanpa vakum. Pelet yang dihasilkan kemudian diletakkan pada tempat pelet berupa cincin baja dan kemudian dimasukkan ke dalam tabung gelas tahan panas dan dipanaskan pada suhu 400 °C selama 4 jam dalam *tubular furnace* dengan dialiri N_2 . Pelet di dalam tabung didinginkan sehingga mencapai suhu kamar (untuk mempercepat pendinginan dapat dilakukan dengan cara menarik tabung dari *tubular furnace* secara perlahan).

Sebanyak 2 tetes piridin ditambahkan di dekat pelet dalam suasana N_2 setelah tabung dingin, dan setelah tetesan piridin kering, gas N_2 dimatikan lalu kedua lubang ditutup selama 1 jam agar piridin teradsorpsi. Tabung berisi pelet

dimasukkan kembali ke dalam *tubular furnace* sebelum desorpsi. Desorpsi piridin dilakukan pada 150 °C selama 3 jam dalam suasana N₂. Spektra infra merah direkam pada daerah bilangan gelombang 2000-1400 cm⁻¹ setelah proses desorpsi piridin pada pelet dilakukan.

Jumlah sisi asam Brönsted atau Lewis pada padatan dihitung persamaan Emeis (1993), yaitu

$$\text{Jumlah piridin } (\mu\text{mol/g}) = \frac{B \times L}{k \times g}$$

Dimana

B = luas puncak, ditentukan dengan perangkat lunak Origin dari spektra adsorpsi piridin (cm⁻¹)

L = luas permukaan sampel (0,785 cm²)

k = koefisien adsorpsi piridin (cm μmol⁻¹), Brönsted = 1,88 dan Lewis = 1,42

g = massa sampel (g)

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

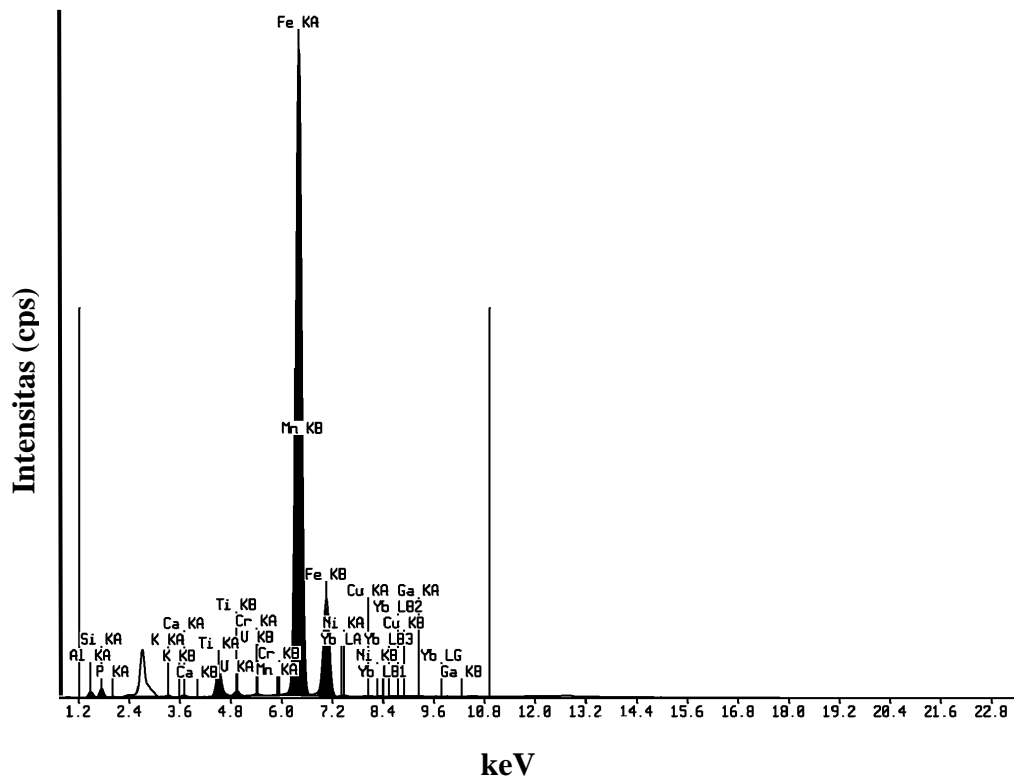
Pada bab ini akan dipaparkan hasil dan pembahasan dari penelitian yang telah dilakukan, meliputi preparasi dan karakterisasi sampel *red mud*, reaksi alkali fusi dan pembentukan *feed* natrium-aluminosilikat, sintesis aluminosilikat mesopori dan karakterisasi aluminosilikat mesopori hasil sintesis. Optimasi kondisi ekstraksi melalui reaksi alkali fusi dilakukan dengan variasi rasio komposisi NaOH/*red mud* 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; dan 1,5. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik XRD, spektroskopi FTIR, adsorpsi-piridin, SEM-EDX dan adsorpsi-desorpsi nitrogen.

4.1 Preparasi dan Karakterisasi *Red Mud*

Sampel *red mud* yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari kolam pembuangan *red mud* di Pulau Bintan, Kepulauan Riau. Sampel *red mud* yang masih berupa gumpalan-gumpalan kering terlebih dahulu di hancurkan menjadi partikel dengan ukuran lebih kecil dan kemudian dihaluskan dengan *grinder*. Sampel *red mud* yang telah halus kemudian diayak dengan ayakan 200 mesh. Tujuan pengayakan dengan ukuran 200 mesh yaitu agar partikel sampel *red mud* yang digunakan mempunyai keseragaman ukuran dan untuk memaksimalkan kontak antara *red mud* dengan NaOH saat dilakukan reaksi fusi pada tahapan selanjutnya. Sampel *red mud* dikeringkan pada suhu 105 °C untuk menghilangkan air yang terikat secara fisik dalam sampel *red mud*.

Karakterisasi awal perlu dilakukan untuk mengetahui fasa dan komposisi kimia sampel *red mud*. Hal ini dikarenakan kandungan senyawa dalam *red mud* berbeda-beda bergantung pada sumber bauksit, daerah asal bauksit dan teknik pengolahannya (Liu dkk, 2009). Pada penelitian ini, sampel *red mud* dikarakterisasi menggunakan instrumentasi XRF, XRD dan spektroskopi IR.

Analisis komposisi kimia sampel *red mud* dilakukan dengan instrumentasi XRF dan diperoleh hasil berupa spektra seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Spektra XRF *Red Mud* Pulau Bintan, Kepulauan Riau

Berdasarkan hasil XRF, diketahui bahwa kandungan dominan dalam sampel *red mud* yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa oksida besi (Fe_2O_3), alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2), serta sisanya merupakan senyawa minor seperti TiO_2 , P_2O_5 , K_2O , CaO , CuO , V_2O_5 , dan lain-lain. Kadar senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel *red mud* Pulau Bintan dapat dilihat pada Tabel 4.1.

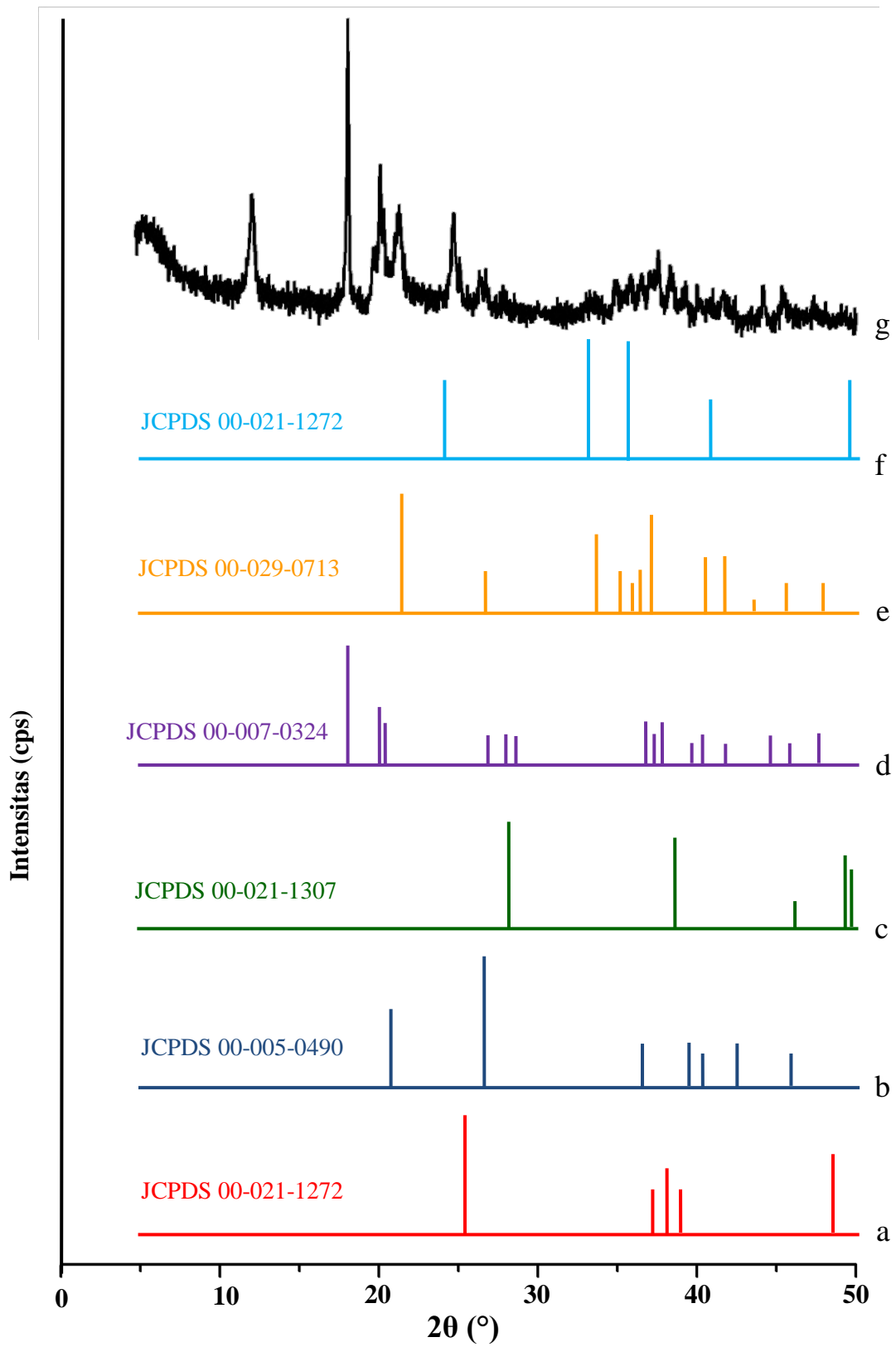
Berdasarkan data pada tabel tersebut, dapat dilihat bahwa Fe_2O_3 merupakan komponen utama dengan persentasi paling besar yaitu mencapai 48,89%. Adanya kandungan besi yang tinggi pada *red mud* ini menyebabkan tampilan fisik *red mud* berwarna coklat kemerahan (Sushil dkk, 2007). Kadar alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) mencapai 29% dan 18,10%. Hasil ini tidak jauh berbeda dengan hasil analisis komposisi kimia *red mud* Pulau Bintan pada penelitian sebelumnya, yaitu dengan kadar Fe_2O_3 44,66%, Al_2O_3 28,87% dan SiO_2 20,21% (Ramdhani, 2015).

Tabel 4.1 Komposisi Kimia *Red Mud* Pulau Bintan (Metode XRF)

Komposisi	Berat (%)
Fe ₂ O ₃	48,89
Al ₂ O ₃	29,00
SiO ₂	18,10
TiO ₂	2,67
P ₂ O ₅	0,55
K ₂ O	0,26
CaO	0,25
NiO	0,09
CuO	0,08
Cr ₂ O ₃	0,08
V ₂ O ₅	0,06
MnO	0,04

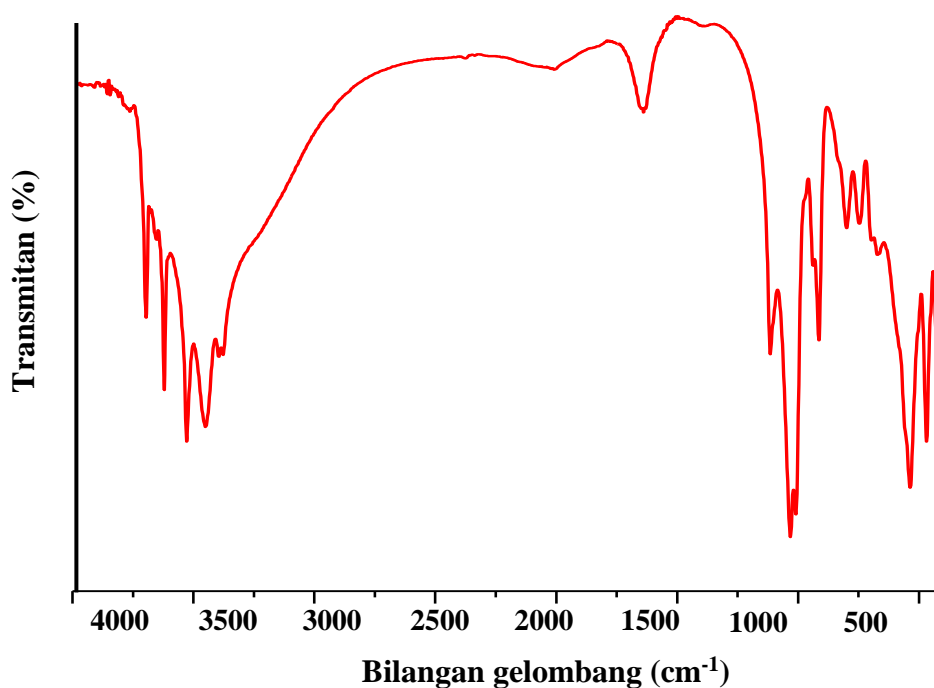
Kandungan fasa mineral sampel *red mud* dianalisis menggunakan teknik XRD. Pola difraktogram XRD sampel *red mud* ditunjukkan pada Gambar 4.2. Pola XRD yang didapatkan digunakan untuk mengidentifikasi fasa mineral dalam sampel *red mud*. Identifikasi dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi dengan standar menggunakan *software X'pert HighScore Plus*. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa fasa mineral yang ada dalam sampel *red mud* adalah *hematite* (Fe₂O₃), *goethite* (FeOOH), *gibbsite* (Al(OH)₃), *boehmite* (γ -AlO(OH)), *quartz* (SiO₂), dan *anatase* (TiO₂).

Mineral *hematite* (Fe₂O₃) ditandai dengan adanya puncak difraksi pada $2\theta = 24,81$ dan $35,94^\circ$, sesuai dengan JCPDS 00-033-0664. Puncak difraksi untuk *goethite* (JCPDS 00-029-0713) terdapat pada $2\theta = 21,46^\circ$ dan $34,94^\circ$. *Gibbsite* (JCPDS 00-007-0324) memiliki puncak difraksi pada $2\theta = 18,24^\circ$; $20,50^\circ$; dan $45,41^\circ$. *Boehmite* memiliki puncak difraksi pada $2\theta = 38,40^\circ$ (JCPDS 00-021-1307). Puncak difraksi untuk *quartz* (JCPDS 00-005-0490) terdapat pada $2\theta = 26,49^\circ$ dan $36,57^\circ$. Puncak difraksi untuk *anatase* (JCPDS 00-021-1272) terdapat pada $2\theta = 25,22^\circ$. Selain mineral-mineral tersebut, terdeteksi adanya mineral lain ditandai dengan munculnya puncak difraksi pada $2\theta = 12,82^\circ$ yang merupakan puncak difraksi khas untuk mineral aluminium silikat (*mullite*) (Sushil dan Batra, 2011).



Gambar 4.2 Difraktogram (a) *Anatase* (b) *Quartz* (c) *Boehmite* (d) *Gibbsite* (e) *Goethite* (f) *Hematite* (g) *Red mud*

Karakterisasi dengan spektroskopi FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis ikatan yang ada dalam sampel *red mud*. Spektra infra merah sampel *red mud* ditunjukkan pada gambar 4.3. Berdasarkan gambar 4.3 tersebut, dapat dilihat bahwa terdapat beberapa puncak yang muncul pada spektrum infra merah sampel *red mud*. Puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3450, 3527 dan 3620 cm^{-1} merupakan puncak serapan khas untuk vibrasi ulur -OH , sedangkan puncak serapan pada bilangan gelombang 1639 cm^{-1} merupakan puncak serapan khas untuk vibrasi tekuk -OH (Sushil dan Batra, 2012). Puncak serapan khas untuk vibrasi tekuk Si-O-Si, Si-O-Al dan Si-O-Fe muncul pada daerah bilangan gelombang 1008, 1031 dan 1114 cm^{-1} . Vibrasi ulur Si-O pada tetrahedral SiO_4 memunculkan puncak serapan pada bilangan gelombang 746, 798 dan 914 cm^{-1} (Liu dkk, 2011). Puncak serapan pada bilangan gelombang 468 dan 563 cm^{-1} merupakan puncak serapan khas untuk vibrasi ulur Fe-O, sedangkan pada 673 cm^{-1} merupakan puncak serapan khas untuk vibrasi ulur Al-O (Gök dkk, 2007). Vibrasi tekuk T-O (dengan T = Al dan Si) ditandai dengan munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang 428 cm^{-1} .



Gambar 4.3 Spektra Infra Merah *Red Mud* Pulau Bintan

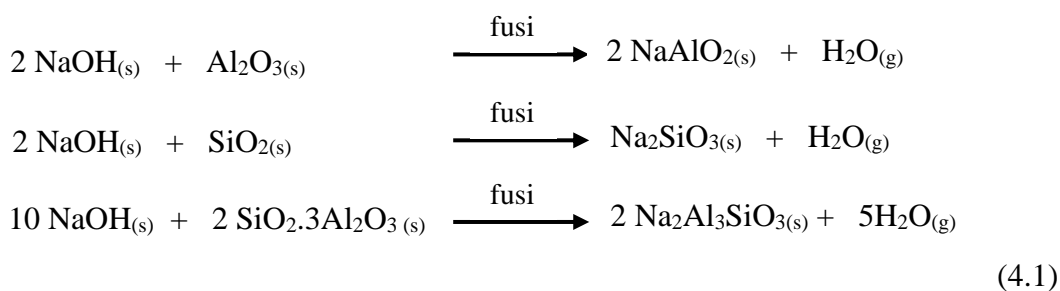
Berdasarkan hasil analisis spektra infra merah sampel *red mud* tersebut diketahui bahwa gugus fungsi dan ikatan yang terdapat pada sampel *red mud* pulau Bintang yaitu -OH, Si-O-Si, Si-O, Al-O dan Fe-O. Hal tersebut memperkuat hasil karakterisasi dengan XRF, yang mana diketahui bahwa unsur Fe, Al dan Si merupakan komponen yang dominan dalam sampel *red mud* Pulau Bintang.

4.2 Reaksi Fusi Alkali *Red Mud* dan Ekstraksi Si dan Al

4.2.1 Reaksi Fusi *Red Mud* dengan NaOH

Alkali fusi merupakan metode konvensional untuk mendekomposisi material yang mengandung silika atau aluminium dengan menggunakan basa/alkali dan dilakukan pada suhu tinggi (Setyaningsih, 2015). Tujuan dilakukan alkali fusi adalah untuk menguraikan dan mengaktivasi komponen SiO₂ dan Al₂O₃ dalam *red mud* menjadi bentuk garam yang mempunyai kelarutan lebih tinggi dalam air.

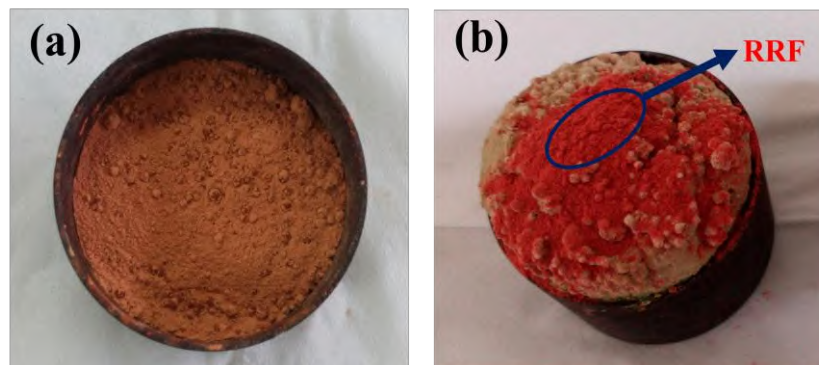
Dalam penelitian ini digunakan natrium hidroksida (NaOH) sebagai sumber alkali. NaOH berfungsi sebagai mineralizer yang dapat meningkatkan kelarutan dengan membentuk garam natrium silikat dan natrium aluminat (Belviso dkk, 2013). Reaksi fusi komponen SiO₂ dan Al₂O₃ dengan NaOH adalah sebagai berikut (Ojha dkk, 2004) :



Alkali fusi pada penelitian ini dilakukan dengan mencampurkan *red mud* dan NaOH pada beberapa variasi rasio (NaOH/*red mud*) seperti pada tabel 3.1. Campuran dimasukkan ke dalam krusibel *stainless steel* kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 600 °C selama 2 jam. Tujuan penggunaan krusibel *stainless steel* sebagai wadah reaksi adalah untuk menghindari kontaminasi reaktan dengan

wadah reaksi. Selain itu, krusibel *stainless steel* mempunyai kestabilan tinggi dan kuat terhadap pemanasan pada suhu tinggi (Sudarno, 2008).

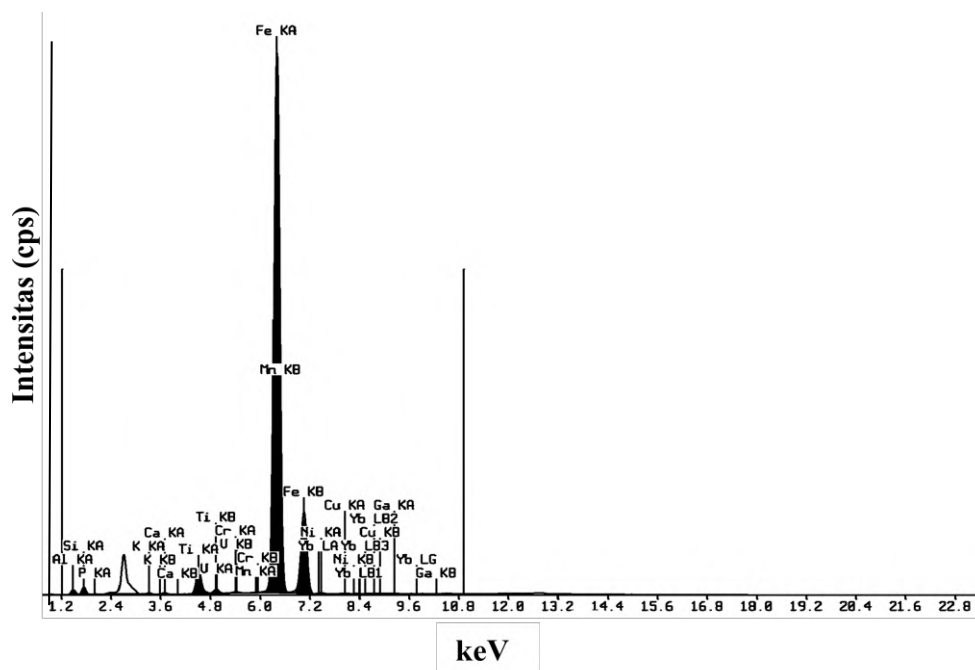
Produk hasil fusi (massa fusi) yang didapatkan pada penelitian ini berupa padatan berwarna kehijauan dengan serbuk berwarna kecoklatan pada bagian atas wadah reaksi. Terbentuknya padatan berwarna kehijauan tersebut menunjukkan bahwa komponen *red mud* dan NaOH telah melebur dan membentuk garam alkali. Warna hijau yang terbentuk disebabkan oleh adanya komponen besi pada *red mud* yang mengalami perubahan bilangan oksidasi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Ketika didinginkan, maka massa fusi akan kembali teroksidasi Fe^{3+} menjadi yang berwarna coklat kemerahan, seperti yang dilaporkan oleh Wahyuni (2008). Massa fusi yang dihasilkan didinginkan dalam desikator untuk menghindari kontak dengan uap air. Massa fusi yang dihasilkan bersifat higroskopis sehingga akan sangat cepat bereaksi dengan uap air.



Gambar 4.4 Campuran *red mud* dan NaOH sebelum reaksi fusi (a) dan massa fusi (b)

Padatan berupa serbuk berwarna coklat kemerahan yang terbentuk pada bagian atas wadah reaksi setelah dilakukan reaksi fusi merupakan komponen dalam *red mud* yang tidak bereaksi dan tidak melebur dengan NaOH. Serbuk coklat kemerahan tersebut yang kemudian disebut sebagai residu reaksi fusi (RRF) diambil sedikit dan dikarakterisasi dengan XRF untuk mengetahui komposisinya (digunakan sampel dengan rasio fusi NaOH/RM 1,0). Spektra XRF untuk RRF ditampilkan pada gambar 4.5. Berdasarkan hasil analisis dengan XRF tersebut, dapat dilihat bahwa komponen dominan dalam RRF sama seperti

komponen pada sampel awal *red mud*, yaitu Fe_2O_3 , Al_2O_3 dan SiO_2 . Selain ketiga komponen tersebut, RRF juga masih memiliki kandungan senyawa-senyawa minor yang sama dengan yang terkandung dalam sampel *red mud* awal, yaitu TiO_2 , P_2O_5 , K_2O , CaO , CuO , V_2O_5 dan NiO .



Gambar 4.5 Spektre XRF Residu Reaksi Fusi (RRF) Sampel *Red Mud* (Rasio NaOH/Red Mud 1,0)

Kadar senyawa-senyawa yang terkandung dalam RRF ditampilkan pada tabel 4.2. Kadar senyawa dominan dalam RRF kemudian dibandingkan dengan kadar senyawa dominan dalam sampel *red mud* awal. Fe_2O_3 merupakan komponen terbanyak dalam RRF dengan kadar 51,46%. Jika dibandingkan dengan kadar Fe_2O_3 pada sampel *red mud* awal yaitu sebesar 48,89% maka dapat disimpulkan bahwa persentase Fe_2O_3 dalam RRF meningkat dengan adanya reaksi fusi. Kadar Fe_2O_3 yang lebih tinggi pada RRF ditandai dengan ciri fisik yang dapat diamati langsung, dimana RRF memiliki warna coklat kemerahan lebih pekat dibandingkan sampel *red mud* awal. Kadar Al_2O_3 dan SiO_2 dalam RRF menurun jika dibandingkan dengan kadar pada sampel *red mud* awal. Persentase Al_2O_3 dalam RRF sebesar 27% (pada sampel *red mud* awal 29%), sedangkan persentase SiO_2 dalam RRF sebesar 17,3% (pada sampel *red mud* awal 18,1%).

Berkurangnya kadar Al_2O_3 dan SiO_2 dalam RRF menandakan bahwa komponen Al_2O_3 dan SiO_2 telah teraktivasi dan melebur bersama NaOH saat reaksi fusi dilakukan.

Tabel 4.2 Komposisi Kimia Residu Reaksi Fusi (RRF)

Komposisi	Berat (%)
Fe_2O_3	51,46
Al_2O_3	27,00
SiO_2	17,30
TiO_2	2,47
P_2O_5	0,54
K_2O	0,41
CaO	0,25
NiO	0,15
CuO	0,08
Cr_2O_3	0,09
V_2O_5	0,06

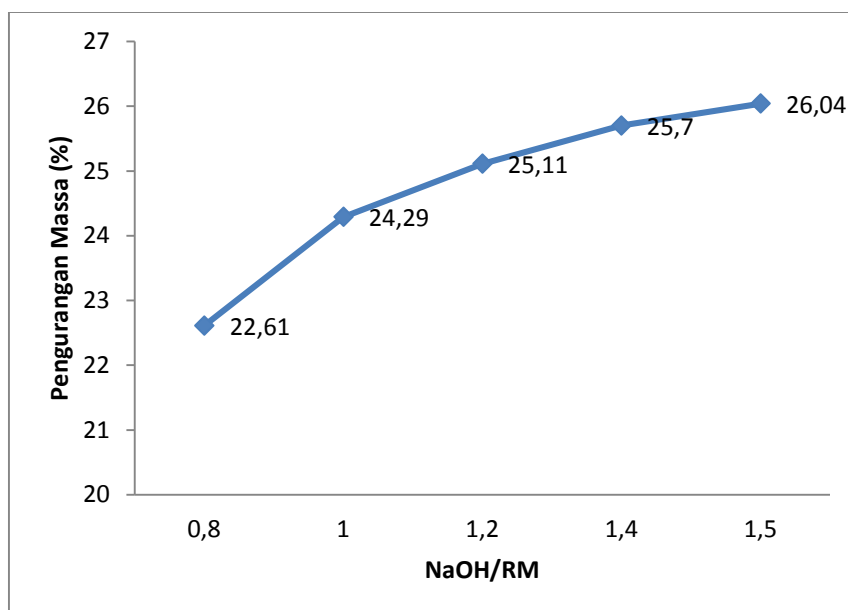
Selama reaksi fusi berlangsung, campuran leburan antara *red mud* (RM) dan NaOH mengalami pengurangan massa sehingga massa fusi yang didapatkan beratnya menjadi berkurang. Hal ini terjadi karena pada suhu yang tinggi, molekul air yang berada pada campuran RM dan NaOH mengalami dekomposisi massa (Wahyuni, 2008). Persentase pengurangan massa fusi dengan naiknya rasio NaOH/RM ditampilkan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Persentase Pengurangan Massa Fusi dengan Naiknya Rasio NaOH/RM

Rasio NaOH/RM	Massa Awal Campuran (gr)		Pengurangan Massa (%)
	NaOH	RM	
0,8	12	15	22,61
1,0	15	15	24,29
1,2	18	15	25,11
1,4	21	15	25,70
1,5	22,5	15	26,04

Berdasarkan data pada tabel tersebut, dapat dilihat bahwa persentase pengurangan massa campuran meningkat dengan bertambahnya jumlah NaOH

yang digunakan. Persentase paling besar teramati pada rasio NaOH/RM 1,5. Hal ini dapat terjadi karena semakin banyak NaOH yang digunakan, semakin banyak garam yang terbentuk dan semakin banyak H₂O yang teruapkan, sesuai dengan persamaan reaksi (4.1). Pengurangan massa fusi yang terjadi sebagai akibat dari lepasnya H₂O dari campuran melalui penguapan (Sudarno, 2008).



Gambar 4.6 Grafik Persentase Pengurangan Massa Campuran NaOH/RM

4.2.2 Ekstraksi dan Pembuatan *Feed* Natrium-Aluminat dan Natrium-Silikat

4.2.2.1 Ekstraksi Al dan Si Terlarut dari Massa Fusi

Ekstraksi Al dan Si terlarut dalam massa fusi dilakukan dengan melarutkan massa fusi dalam aqua DM. Massa fusi yang didapatkan dari proses sebelumnya ditimbang terlebih dahulu, kemudian dihaluskan dan dimasukkan ke dalam botol polietilen dan ditambahkan 127,5 mL aqua DM. Pemilihan botol polietilen sebagai wadah reaksi untuk menghindari pemakaian wadah berbahan kaca, sehingga pada proses pelarutan tidak ada komponen Si yang terlarut dari sumber lain (wadah kaca). Campuran kemudian di *stirrer* dengan kecepatan 500 rpm selama 24 jam pada suhu ruang.

Massa fusi yang didapatkan dari proses reaksi fusi mengandung garam sodium metasilikat (Na_2SiO_3) dan sodium aluminat (NaAlO_2), seperti pada persamaan reaksi (4.1). Kedua garam tersebut mempunyai sifat mudah larut dalam air pada suhu rendah, sehingga dilakukan proses pelarutan massa fusi dengan aqua DM untuk mengekstrak Si dan Al terlarut. Campuran hasil pelarutan kemudian difiltrasi sehingga diperoleh filtrat dan residu.

4.2.2.2 Karakterisasi Residu Fusi

Residu yang didapatkan kemudian dikeringkan pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam, kemudian dianalisis dengan XRD untuk mengetahui kandungan fasanya.



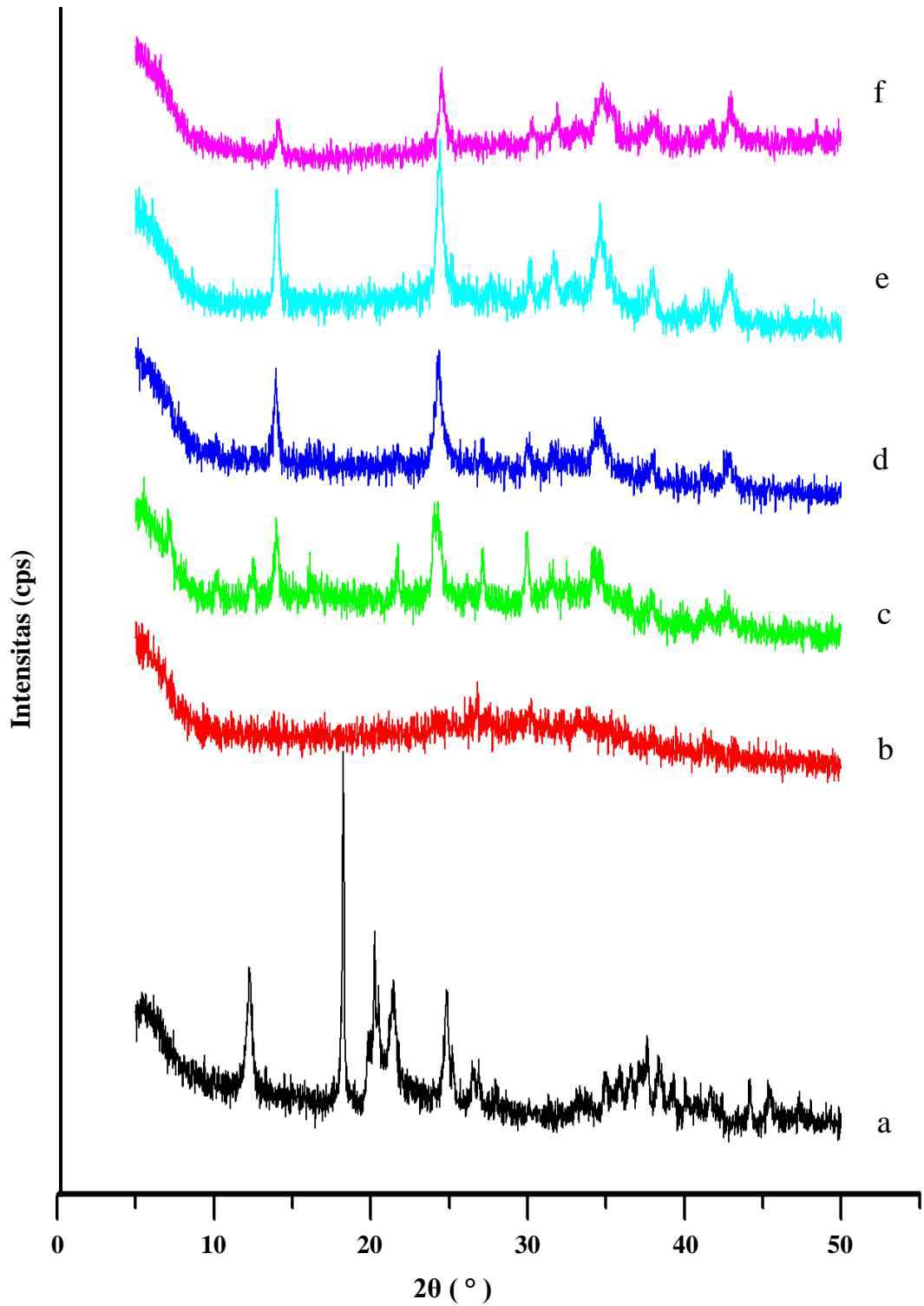
Gambar 4.7 Padatan residu hasil pelarutan Al dan Si dari massa fusi (RF)

Hasil karakterisasi XRD residu (RF) untuk sampel dengan rasio fusi NaOH/RM 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 dan 1,5 ditampilkan pada gambar 4.8. Pola difraktogram XRD sampel memperlihatkan kemiripan, kecuali pada pola difraktogram sampel dengan rasio NaOH/RM 0,8. Berdasarkan difraktogram tersebut, dapat dilihat bahwa secara umum telah terjadi perubahan komposisi pada *red mud* dengan adanya proses fusi dan proses ekstraksi Al dan Si pada *red mud*. Hal ini ditandai dengan hilangnya beberapa puncak khas dari sampel *red mud* awal disertai dengan munculnya puncak baru pada pola difraktogram sampel RF. Pola difraktogram sampel RF 0,8 (Gambar 4.8 b) menunjukkan adanya *hump* pada daerah $2\theta = 15\text{-}40^\circ$, yang menandakan keberadaan fasa amorf (Kumar, 2013)

untuk *quartz* (JCPDS 00-005-0490) dan *corundum*/ Al_2O_3 (JCPDS 00-042-1468), dengan munculnya puncak kecil yang teramati pada $2\theta = 26,47^\circ$ dan pada $2\theta = 37,47^\circ$.

Pola difraktogram sampel RF 1,0; 1,2; 1,4 dan 1,5 memperlihatkan kemiripan, dengan munculnya puncak-puncak utama pada daerah 2θ sekitar $13,98$; $24,46$; $34,74$; $38,35$; dan $42,98^\circ$ yang masing-masing merupakan puncak difraksi untuk natrium aluminosilikat, *hematite*, *goethite*, dan *anatase*. Puncak difraksi *hematite* dan *goethite* yang muncul pada 2θ sekitar $24,46^\circ$ dan $34,74^\circ$ intensitasnya naik dengan naiknya rasio NaOH/RM dari 1,0 ke 1,4 dan kembali mengalami penurunan ketika rasio NaOH/RM dinaikkan menjadi 1,5. *Hematite* (Fe_2O_3) dan *goethite* (FeOOH) merupakan senyawa besi oksida yang tidak dapat larut dalam air. *Hematite* dalam sampel *red mud* pulau Bintan merupakan komponen paling dominan dengan kadar paling tinggi dibandingkan dengan komponen lain. Dengan dilakukannya reaksi fusi dan ekstraksi massa fusi diharapkan komponen Fe_2O_3 dalam *red mud* tidak ikut melarut, sehingga Al dan Si dapat terekstrak dari *red mud*. *Anatase* (TiO_2) yang memunculkan puncak difraksi pada daerah 2θ sekitar $42,98^\circ$ merupakan komponen yang tidak ikut melarut, sehingga masih tersisa pada RF.

Berdasarkan hasil XRD sampel RF tersebut, secara keseluruhan dapat diamati bahwa intensitas fasa amorf yang dihasilkan menurun dengan meningkatnya rasio NaOH/RM yang digunakan. Hal ini ditandai dengan menurunnya intensitas *hump* pada pola difraktogram sampel RF 1,0; 1,2; 1,4 dan 1,5. Menurunnya intensitas amorf diikuti dengan munculnya puncak baru dengan intensitas yang semakin meningkat dengan bertambahnya rasio NaOH/RM. Penurunan fasa amorf dalam RF disebabkan karena pada rasio NaOH/RM yang lebih tinggi, fasa amorf (SiO_2 dan Al_2O_3) telah mulai melarut (Hidayati, 2008). Semakin tinggi rasio NaOH/RM (semakin banyak NaOH yang digunakan, maka semakin banyak SiO_2 dan Al_2O_3 amorf yang larut sehingga persentase komponen-komponen lain dalam *red mud* yang tidak larut pun semakin meningkat.



Gambar 4.8 Difraktogram XRD (a) *red mud*; (b) RF 0,8; (c) RF 1,0; (d) RF 1,2; (e) RF 1,4 dan (f) RF 1,5

4.2.2.3 Pembuatan dan Karakterisasi Padatan *Feed* Natrium-aluminat dan Natrium Silikat

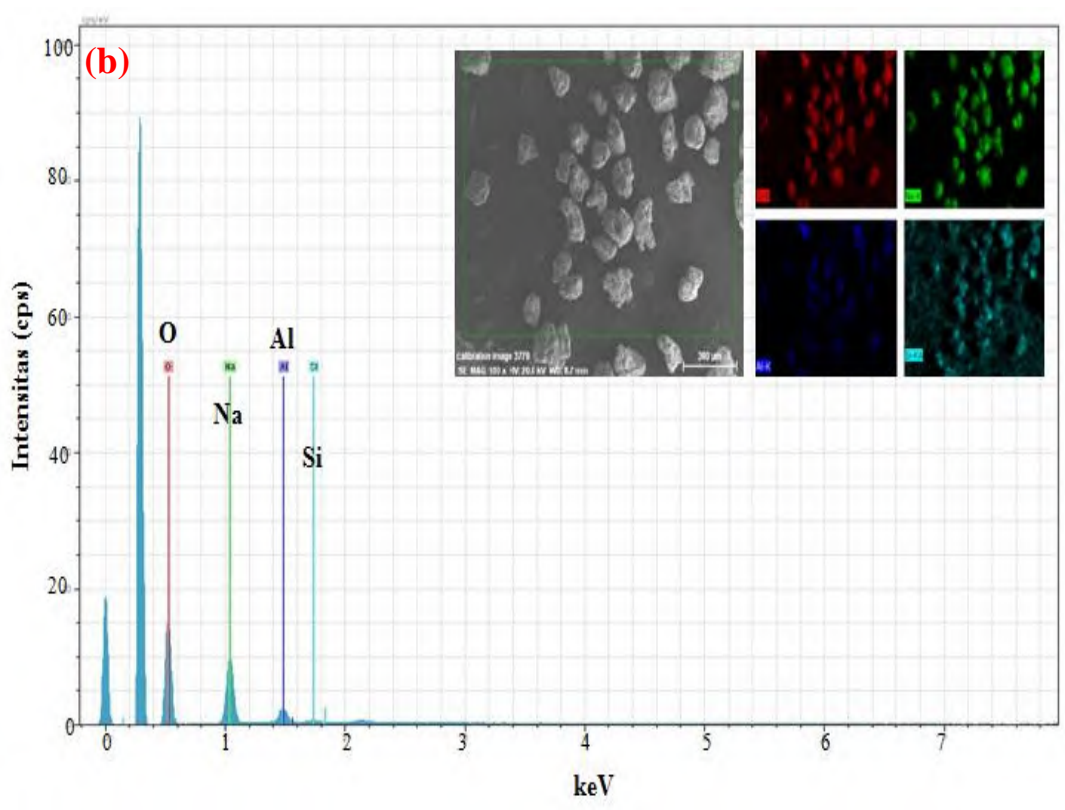
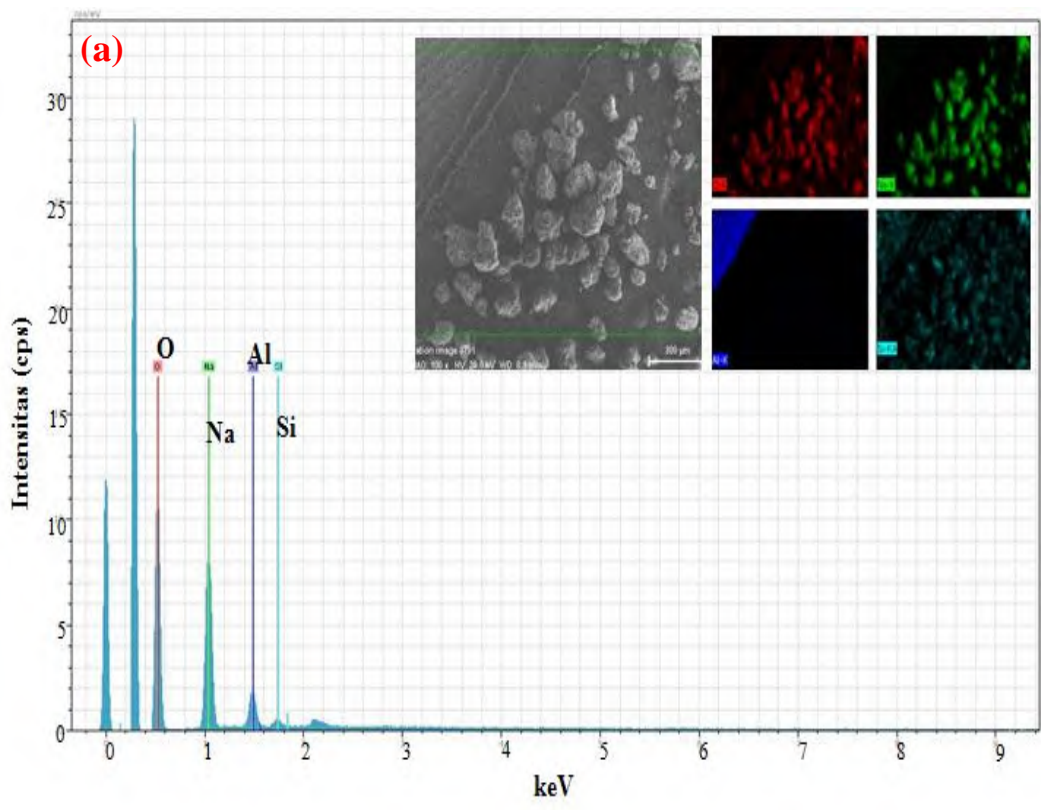
Filtrat yang dihasilkan dari proses pelarutan massa fusi berupa larutan berwarna kuning bening yang mengandung Al dan Si terlarut. Filtrat diuapkan dan dikeringkan hingga diperoleh padatan *feed* natrium silikat natrium aluminat (FF). Padatan *feed* natrium silikat natrium aluminat kemudian dikarakterisasi dengan EDX untuk mengetahui komposisi Al, Si dan Na dan dijadikan acuan dalam menghitung rasio sintesis pada proses selanjutnya.

(a)

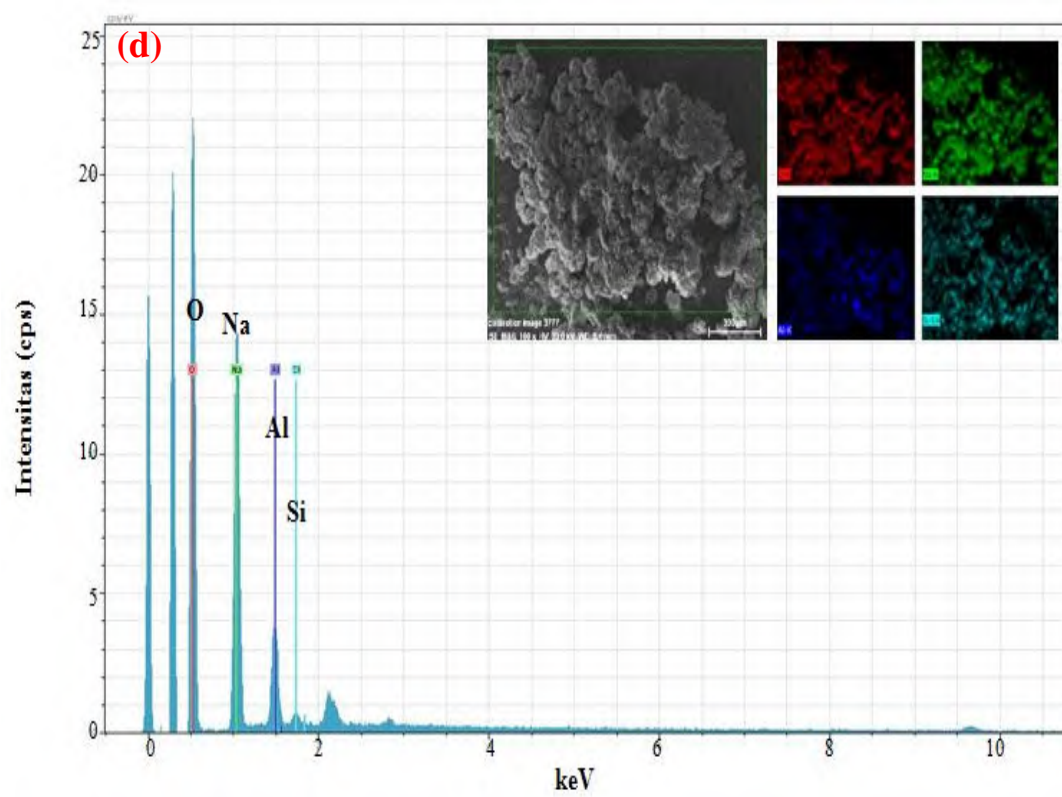
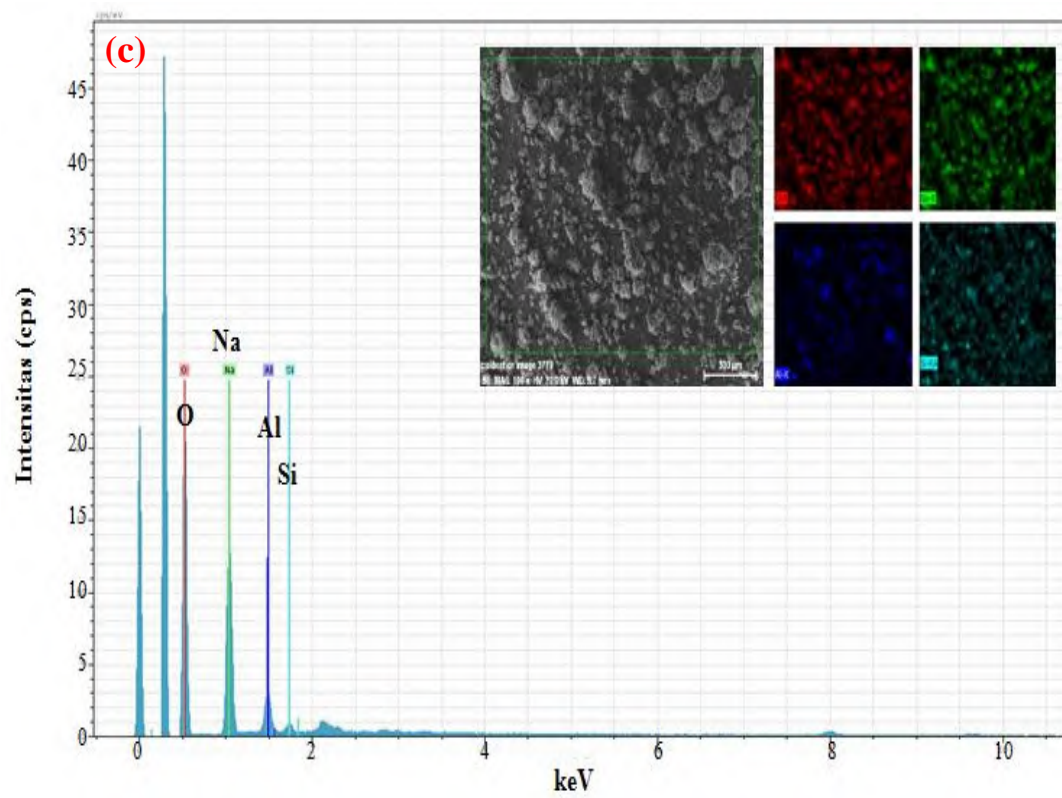
(b)

Gambar 4.9 (a) Filtrat hasil pelarutan Al dan Si dari massa fusi dan (b) padatan *feed* natrium aluminat-natrium silikat (FF)

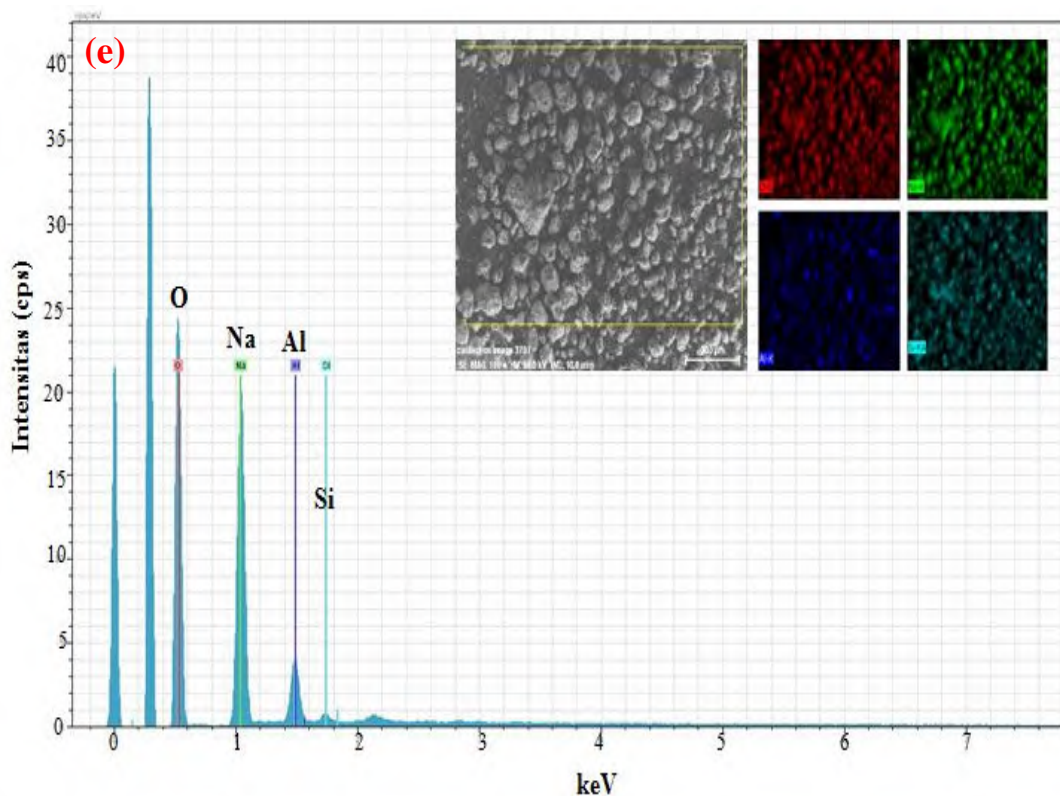
Spektra EDX sampel FF ditunjukkan pada Gambar 4.10, 4.11 dan 4.12. Kandungan unsur-unsur pada FF (dalam %wt) ditampilkan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.10 Spektra EDX Sampel (a) FF 0,8 dan (b) FF 1,0



Gambar 4.11 Spektra EDX Sampel (c) FF 1,2 dan (d) FF 1,4



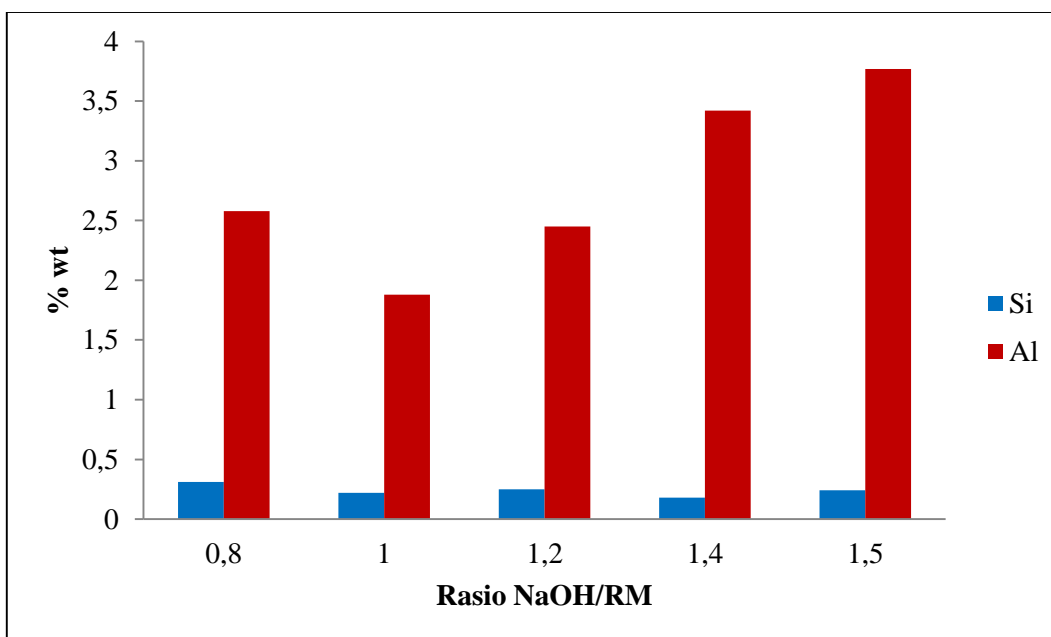
Gambar 4.12 Spektra EDX Sampel (e) FF 1,5

Tabel 4.4 Kadar Unsur dalam FF (Hasil EDX)

Rasio Fusi (NaOH/RM)	Kadar Unsur (%wt)		
	Na	Al	Si
FF 0,8	18,68	2,58	0,31
FF 1,0	13,76	1,88	0,22
FF 1,2	17,01	2,45	0,25
FF 1,4	18,21	3,42	0,18
FF 1,5	26,26	3,77	0,24

Berdasarkan hasil EDX tersebut dapat dilihat bahwa sampel FF mengandung unsur-unsur Al, Si, Na, dan O. Tidak terdeteksi adanya unsur lain dalam FF. Hal ini mengindikasikan bahwa proses reaksi fusi *red mud* dan juga ekstraksi Al dan Si terlarut dari massa fusi telah berhasil dilakukan. Persentase unsur Al dalam FF secara keseluruhan meningkat dengan naiknya rasio NaOH/RM, mengindikasikan bahwa dengan bertambahnya jumlah NaOH yang digunakan maka semakin banyak Al yang dapat larut dan terekstrak dari *red mud*.

Persentase Si mengalami penurunan dan kenaikan dengan naiknya rasio NaOH/RM. Persentase Al dalam FF lebih banyak dibandingkan Si, hal ini dikarenakan garam alumina (NaAlO_2) lebih mudah larut dibandingkan garam silikat (Na_2SiO_3) (Wahyuni, 2008).



Gambar 4.13 Grafik Persentase (%) Al dan Si dengan Naiknya Rasio NaOH/RM

4.3 Sintesis dan Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori dari *Red Mud*

4.3.1 Sintesis Aluminosilikat Mesopori

Proses selanjutnya adalah sintesis aluminosilikat mesopori dari *feed* natrium aluminat-natrium silikat yang dihasilkan dari proses sebelumnya. Berdasarkan hasil EDX sampel FF (*feed* natrium aluminat-natrium silikat), diperoleh data kadar Al dan Si dalam sampel FF. Data kadar Al dan Si tersebut digunakan untuk menentukan rasio molar sintesis aluminosilikat mesopori. Sintesis aluminosilikat mesopori pada penelitian ini mengacu pada metode sintesis aluminosilikat oleh Hartati dan Prasetyoko (2014) dengan rasio komposisi molar 1 SiO_2 : 0,0125 Al_2O_3 : 0,2 TPAOH : 38 H_2O . Pembentukan mesopori mengacu pada metode penelitian Qoniah (2015) dengan menggunakan surfaktan kationik *cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr).

Kandungan Al dalam FF lebih banyak dibandingkan kandungan Si (berdasarkan hasil EDX). Oleh sebab itu dilakukan penambahan Si dari sumber lain untuk mencukupi kebutuhan Si sehingga memenuhi komposisi molar sintesis yang diinginkan ($1 \text{ SiO}_2 : 0,0125 \text{ Al}_2\text{O}_3$). Dalam penelitian ini digunakan silika koloid (LUDOX) sebagai sumber silika. Bahan lain yang digunakan adalah TPAOH sebagai agen pengarah struktur, aqua DM sebagai sumber H₂O dan CTABr sebagai agen pengarah struktur mesopori.

Proses sintesis diawali dengan mencampurkan padatan *feed* natrium aluminat-natrium silikat dengan LUDOX dalam botol polietilen. Pencampuran dilakukan dengan menambahkan LUDOX ke dalam botol polietilen secara perlahan dan disertai dengan pengadukan kuat agar gel putih yang terbentuk tidak menggumpal. Aqua DM ditambahkan ke dalam campuran secara perlahan dan diaduk selama 30 menit. Dalam hal ini aqua DM berperan sebagai pelarut untuk meningkatkan pencampuran dan perpindahan material (Byrappa dan Yoshimura, 2013), mengubah sifat fisik/kimia reaktan dan produk, serta mempercepat reaksi (Johnson dan Arshad, 2014). TPAOH kemudian ditambahkan ke dalam campuran gel dan stirer dilanjutkan selama 15 jam pada suhu ruang.

Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 80 °C selama 24 jam. Proses tersebut terjadi secara kontinyu diawali dengan reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi larutan jenuh membentuk ikatan Si-O-Al. Selama proses hidrotermal terjadi pembentukan jaringan ikatan Si-O-Al amorf yang mengandung air dan menghasilkan kluster aluminosilikat yang berukuran nano (nanokristal) (Cundy dan Cox, 2005). Setelah proses hidrotermal, proses kristalisasi dihentikan dengan mendinginkan wadah reaksi (botol polietilen) dengan menggunakan air mengalir. Pendinginan mendadak ini dilakukan untuk mencegah terbentuknya kristal aluminosilikat yang sempurna dengan ukuran lebih besar dan ukuran pori yang lebih kecil (Hamid, 2015). Keadaan ini dihindari karena dapat mempersulit penggabungan partikel-partikel tersebut dalam proses pembentukan mesopori yang dibantu oleh templat CTABr pada proses selanjutnya.

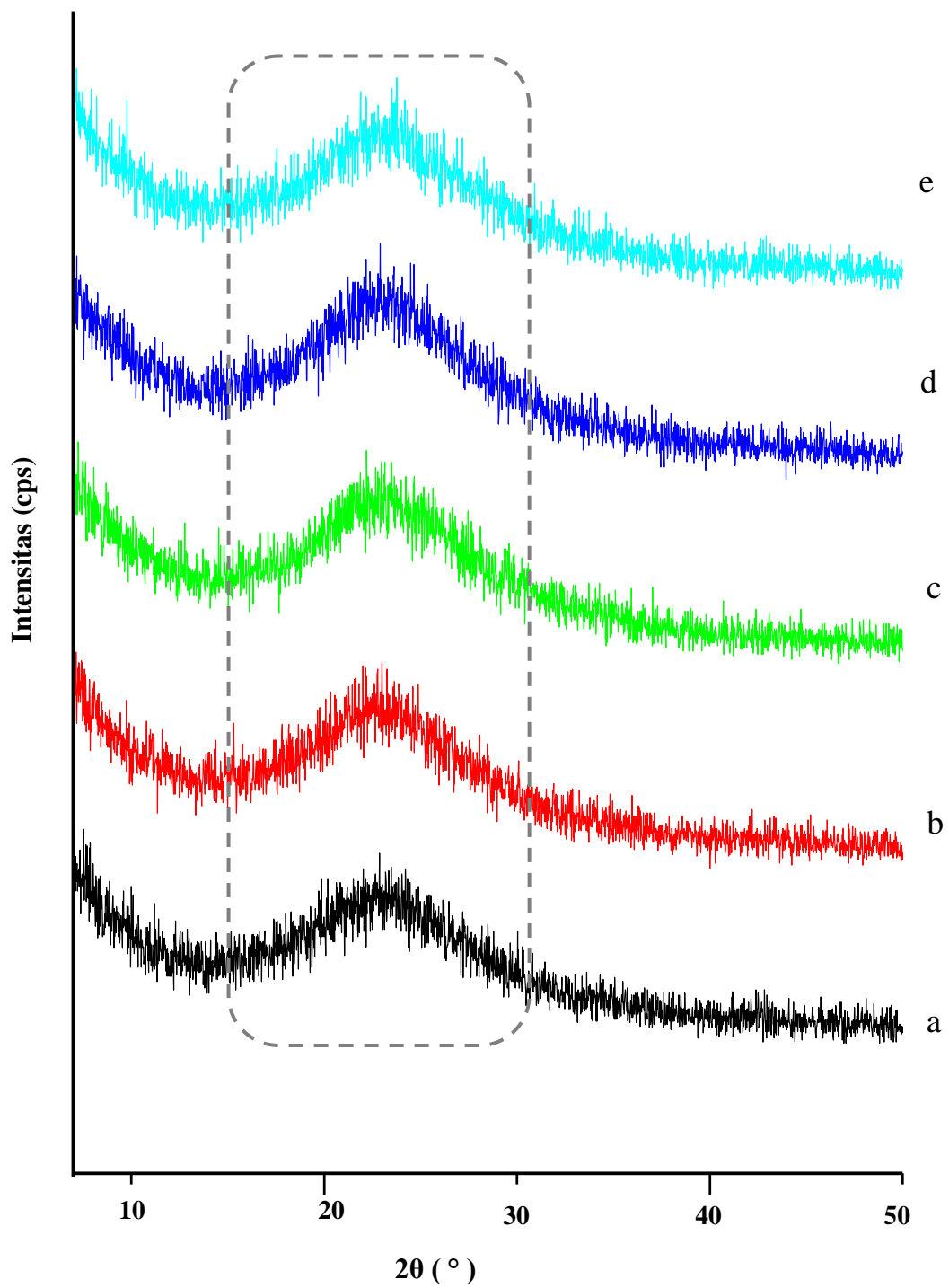
Pembentukan mesopori dilakukan dengan menambahkan surfaktan (CTABr) ke dalam gel putih yang dihasilkan. CTABr (rasio molar SiO₂/CTABr = 3,85) ditambahkan secara perlahan dan distirer selama 30 menit. Campuran

kemudian di-*aging* selama 4 jam pada temperatur ruang. Proses *aging* dilakukan untuk proses kristalisasi tahap kedua melalui penataan struktur dan pembentukan misel yang menyebabkan terbentuknya mesopori pada padatan. Padatan yang dihasilkan kemudian dicuci dengan aqua DM hingga pH netral, dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar air. Pengerinan dilakukan pada suhu rendah agar air keluar secara perlahan sehingga tidak merusak struktur mesopori yang terbentuk karena kerangka Si-O-Al yang masih sangat rapuh (Perego dan Villa, 1997). Padatan yang terbentuk kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 1 jam dengan kenaikan suhu 2°C/menit menggunakan aliran gas nitrogen agar dekomposisi templat berlangsung perlahan sehingga tidak merusak struktur kerangka dan memperkuat pembentukan ikatan aluminosilikat (Si-O-Al) yang rapuh (Bérubé dan Kaliaguine, 2008). Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam pada udara bebas untuk menghilangkan templat organik (karbon) dan menguatkan jaringan Si-O-Al. Liu dkk. (2006), mengemukakan bahwa proses dekomposisi CTAB berlangsung dalam tiga tahapan yaitu pelepasan molekul amonia pada suhu 200-320 °C yang merupakan hasil dari dekomposisi parsial CTABr, pemutusan struktur *template* CTAB pada suhu 320 °C, dan penghilangan CTAB dari kerangka padatan pada suhu 395 °C. Padatan yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan teknik karakterisasi XRD, spektroskopi FTIR, adsorpsi-piridin, SEM-EDX dan adsorpsi-desorpsi nitrogen.

4.3.2 Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis

4.3.2.1 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan teknik XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa padatan hasil sintesis. Pada penelitian ini dilakukan analisis XRD pada sudut 2θ antara 5° - 50. Pola difraktogram sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5 dapat dilihat pada Gambar 4.12



Gambar 4.14 Difraktogram Sampel (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4 dan (e) ASM 1,5

Berdasarkan pola difraktogram tersebut dapat dilihat bahwa semua sampel memperlihatkan adanya *hump* (gundukan) pada daerah $2\theta = 15-30^\circ$ dan tidak terdeteksi adanya puncak pada semua difraktogram. Menurut Xu dkk (2011) adanya *hump* pada daerah $2\theta = 15-30^\circ$ menandakan adanya fasa amorf dari suatu padatan, sehingga dapat disimpulkan bahwa semua sampel ASM yang dihasilkan merupakan padatan amorf. Pola difraktogram ASM yang didapatkan sama dengan pola difraktogram material aluminosilikat mesopori yang dilaporkan oleh Qoniah dkk (2015) dan Hartati dkk (2014).

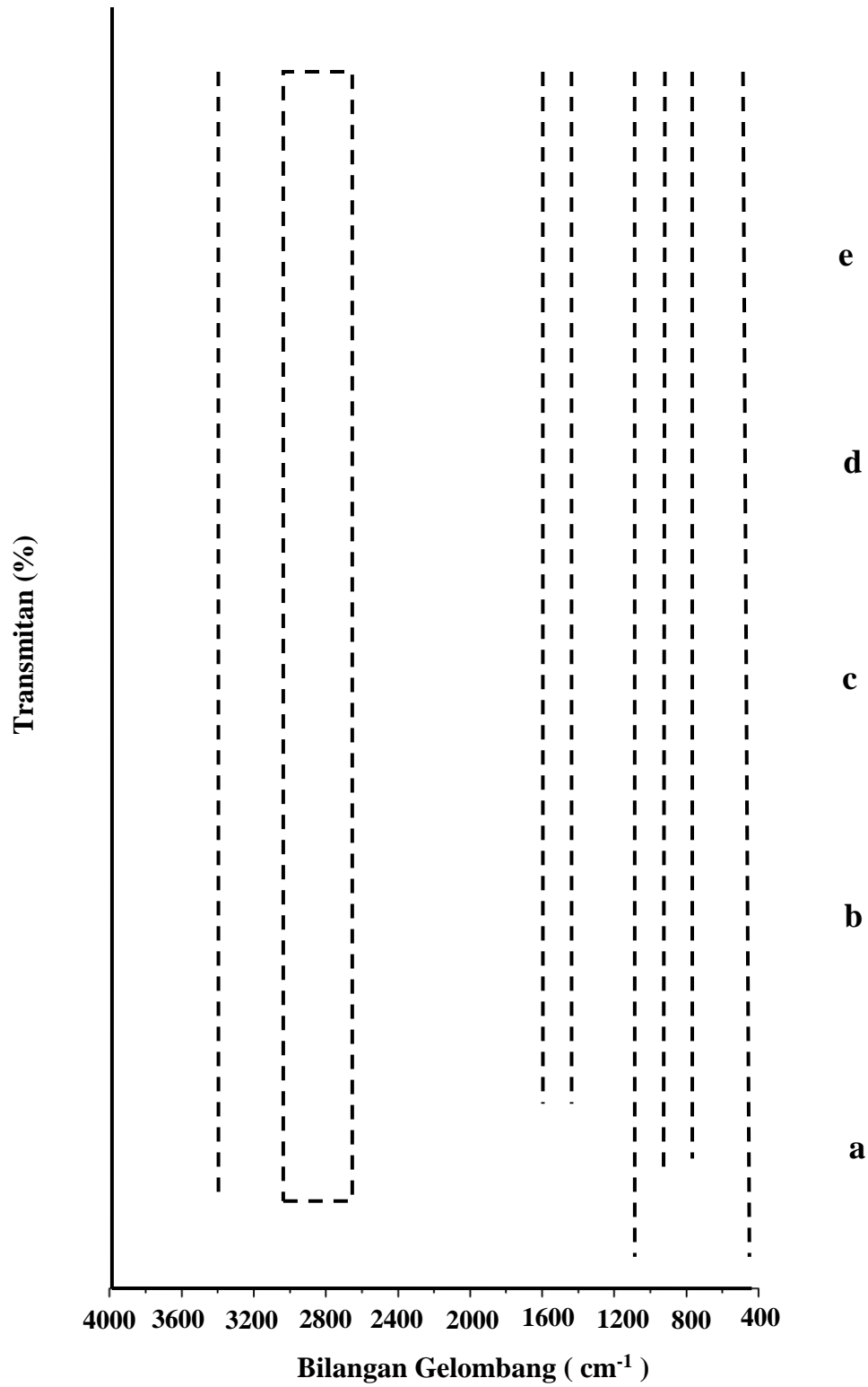
4.3.2.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi infra merah atau spektroskopi *fourier transform infrared* (FTIR) merupakan metode analisis yang dapat digunakan untuk identifikasi jenis senyawa berdasarkan spektra absorpsi sinar infra merahnya. Metode ini dapat digunakan untuk menentukan jenis ikatan yang terbentuk serta menentukan gugus-gugus fungsional yang terdapat pada suatu senyawa (Sibillia, 1996). Pada penelitian ini, karakterisasi dengan teknik FTIR digunakan untuk mengetahui puncak karakteristik dari sampel aluminosilikat amorf sebelum kalsinasi (ASM-SK) dan setelah kalsinasi (ASM). Kajian interaksi *template* CTABr dengan dinding mesopori serta kajian tentang terbentuknya mesopori pada padatan hasil sintesis juga dilakukan dengan menggunakan karakterisasi dengan teknik IR. Spektra IR padatan hasil sintesis sebelum kalsinasi (ASM-SK) dan sampel setelah dikalsinasi (ASM) ditunjukkan pada gambar 4.15 dan gambar 4.16.

Berdasarkan spektra IR sampel hasil sintesis sebelum kalsinasi (ASM-SK) pada gambar 4.15, dapat dilihat bahwa pola puncak dari semua sampel ASM-SK (ASM-SK 0,8; ASM-SK 1,0; ASM-SK 1,2; ASM-SK 1,4; dan ASM-SK 1,5) hampir sama. Semua sampel ASM-SK menunjukkan adanya puncak serapan yang melebar pada bilangan gelombang 3450 cm^{-1} yang merupakan puncak karakteristik dari vibrasi ulur -OH (vibrasi ulur -OH pada molekul air dan -OH pada gugus silanol) dan juga puncak pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} yang merupakan puncak karakteristik dari vibrasi tekuk gugus -OH yang berasal dari air yang terabsorb (Nakamoto, 1978).

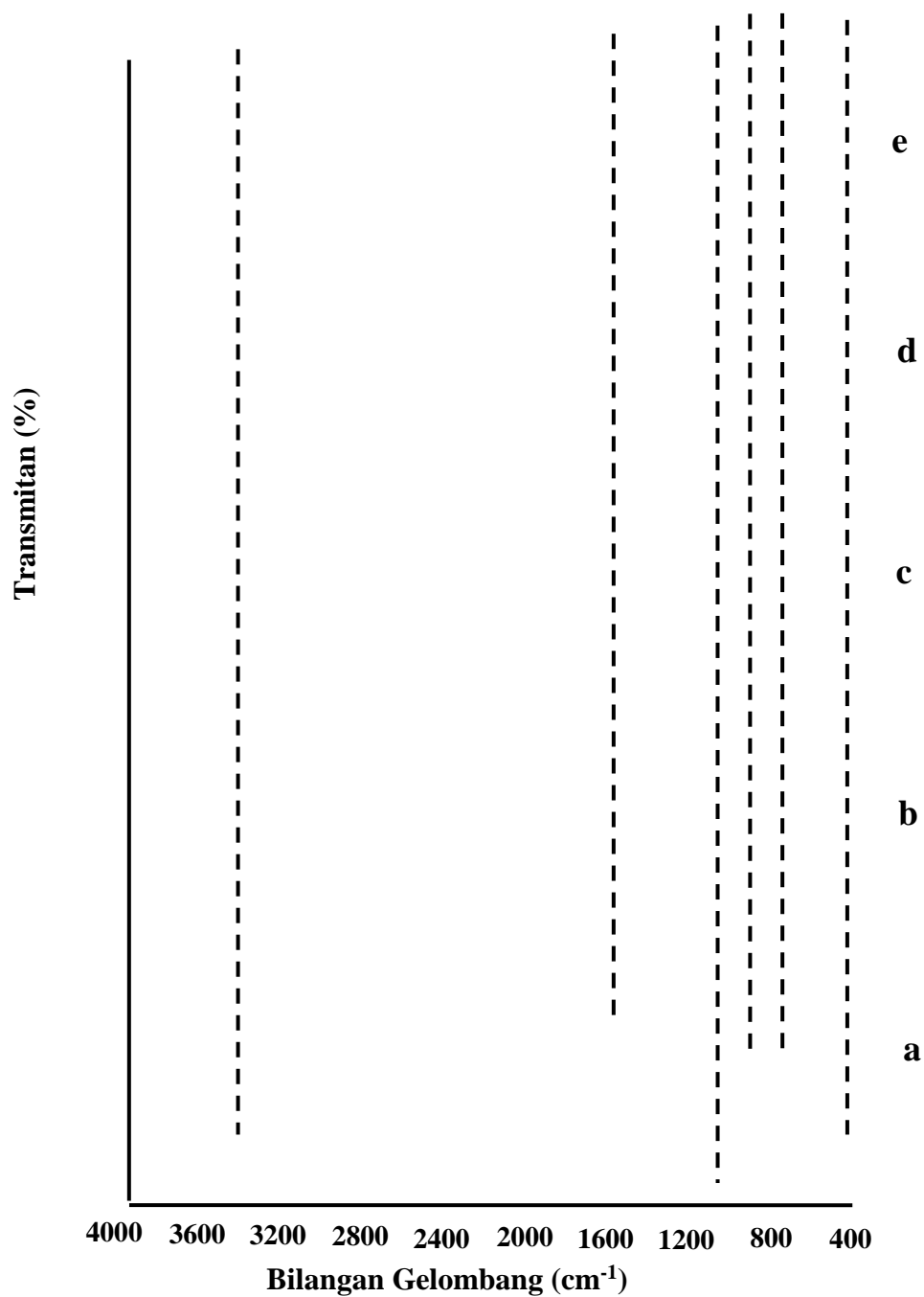
Karakteristik surfaktan CTABr pada padatan hasil sintesis ditandai dengan munculnya puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 2920 dan 2850 cm^{-1} merupakan puncak serapan khas untuk vibrasi ulur simetris C-H pada $-\text{CH}_2-$ dan vibrasi ulur asimetris C-H pada N-CH_3 dari molekul CTABr yang digunakan. Hal ini sesuai dengan penelitian Alba dkk (1996) yang mengemukakan bahwa serapan inframerah di daerah 3000-2850 cm^{-1} merupakan karakteristik vibrasi rantai alkil ($-\text{CH}_2-$) dari molekul CTABr. Selain itu, spektra IR sampel ASM juga menunjukkan adanya puncak serapan khas dari surfaktan CTABr ($\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}(\text{CH})_3\text{Br}$) pada bilangan gelombang 962, 912 dan 725 cm^{-1} . Puncak serapan pada *bilangan gelombang di daerah sekitar 962 dan 912 cm^{-1}* merupakan ikatan ulur dari C-N^+ , sedangkan puncak pada 725 cm^{-1} adalah vibrasi dari metilen CH_2 ($\delta(\text{CH}_2)_r$, *methylene rocking vibrations*). Hasil ini sesuai dengan hasil karakterisasi dari template CTABr yang telah dilakukan oleh Qoniah dkk (2015).

Spektra IR sampel padatan sebelum kalsinasi tersebut juga memperlihatkan munculnya puncak-puncak pada daerah bilangan gelombang 1103, 794 dan 462 cm^{-1} pada semua sampel ASM-SK. Serapan kuat pada daerah bilangan gelombang 1103 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetri internal Si-O-Si. Puncak serapan pada 794 merupakan vibrasi ulur asimetri internal Si-O-Al (Li dan Wu, 2003). Menurut Tao dkk (2003), puncak serapan pada 794 cm^{-1} merupakan puncak serapan yang khas untuk bahan yang mengandung silika (*silica based material*) yang dikaitkan dengan struktur tetrahedra internal sensitif (vibrasi ulur simetris internal). Puncak pada daerah bilangan gelombang 462 cm^{-1} *menunjukkan vibrasi tekuk ikatan O-T-O (Flanigen dkk., 1976). Puncak ini juga menunjukkan material dengan kandungan silika yang tinggi (Liu dkk., 2012).*



Gambar 4.15 Spektra Infra Merah (a) ASM-SK 0,8; (b) ASM-SK 1,0; (c) ASM-SK 1,2; (d) ASM-SK 1,4; dan (e) ASM-SK 1,5

Spektra IR sampel hasil sintesis yang telah dikalsinasi ditampilkan pada gambar 4.16. Spektra IR untuk semua sampel memperlihatkan kemiripan dengan munculnya puncak-puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3450, 1630, 1103, 960, 790 dan 470 cm^{-1} .



Gambar 4.16 Spektra Infra Merah (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4 dan (e) ASM 1,5

Sama halnya dengan spektra IR sampel sebelum kalsinasi (ASM-SK), spektra IR sampel ASM (setelah kalsinasi) juga memperlihatkan adanya puncak serapan yang melebar pada daerah bilangan gelombang 3450 cm^{-1} dan juga pada 1630 cm^{-1} , yang merupakan puncak karakteristik vibrasi ulur dan vibrasi tekuk gugus -OH yang berasal dari molekul air yang terabsorb. Puncak serapan pada $1103, 960, 790$ dan 470 cm^{-1} yang muncul pada spektra sampel ASM merupakan puncak karakteristik untuk material aluminosilikat. Puncak dengan serapan kuat pada 1103 cm^{-1} yang juga muncul pada spektra IR sampel sebelum dikalsinasi, merupakan puncak serapan vibrasi ulur asimetri internal Si-O-Si. Puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 790 dan 470 cm^{-1} masing-masing menunjukkan vibrasi ulur asimetri internal Si-O-Al dan *vibrasi tekuk ikatan O-T-O* (Flanigen dkk., 1976).

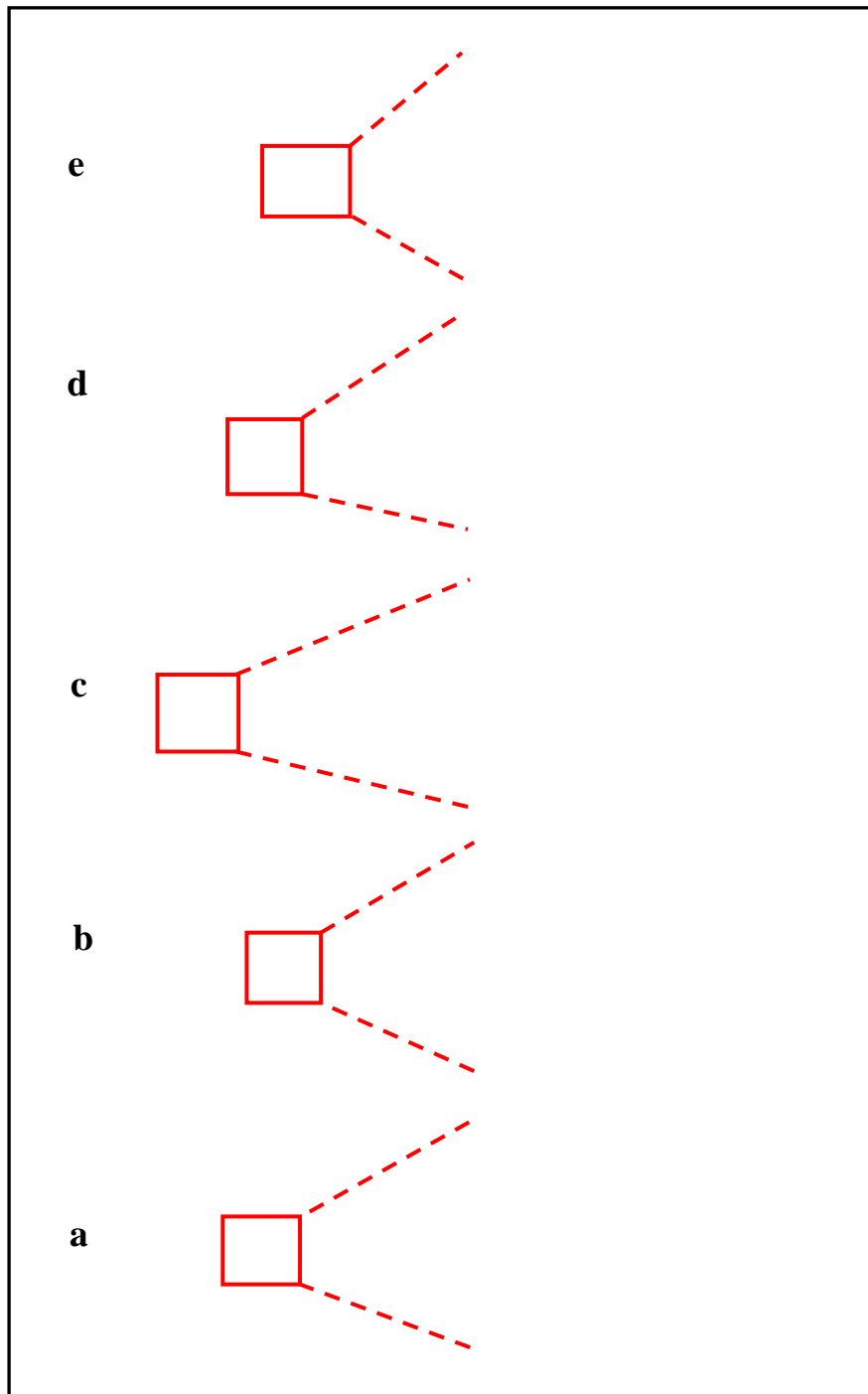
Pembentukan mesopori pada padatan ASM hasil sintesis setelah kalsinasi ditandai dengan adanya puncak yang melebar dengan intensitas yang rendah pada daerah bilangan gelombang 960 cm^{-1} . Menurut Lesthaeghe dkk (2008), puncak di daerah sekitar 960 cm^{-1} merupakan karakteristik untuk vibrasi gugus silanol (Si-OH) pada permukaan dinding mesopori, sebagai salah satu indikasi adanya struktur mesopori. Pada spektra IR sampel ASM-SK sebelum kalsinasi, puncak pada 960 cm^{-1} tidak teramati karena tertutupi oleh adanya puncak pada daerah bilangan gelombang 960 cm^{-1} yang merupakan puncak khas dari CTABr. Hal ini dapat terjadi karena pada sampel yang belum dikalsinasi, masih tertutupi oleh templat CTABr secara fisik (Qoniah, 2015). Berdasarkan hasil tersebut, maka dapat disimpulkan bahwa dengan dilakukan kalsinasi, templat CTABr telah lepas dari padatan sehingga terbentuk struktur mesopori pada padatan ASM hasil sintesis.

Tabel 4.5 Jenis Vibrasi dan bilangan gelombang spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi (ASM-SK) dan sampel sesudah kalsinasi (ASM)

Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang Sampel (cm ⁻¹)	
	Sebelum Kalsinasi (ASM-SK)	Setelah Kalsinasi (ASM)
Vibrasi ulur –OH	3450	3450
Vibrasi tekuk –OH	1635	1630
Vibrasi ulur simetris dan asimetris C-H pada -CH ₂ - dan N-CH ₃ (CTABr)	2920 ; 2850 ; 752	-
Vibrasi ulur dari C-N ⁺ (CTABr)	962 ; 912	-
Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si	1103	1103
Vibrasi tekuk Si-OH	-	960
Vibrasi ulur asimetri Si-O-Al	794	790
Vibrasi tekuk O-T-O (T=Si dan Al)	462	470

4.3.2.3 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

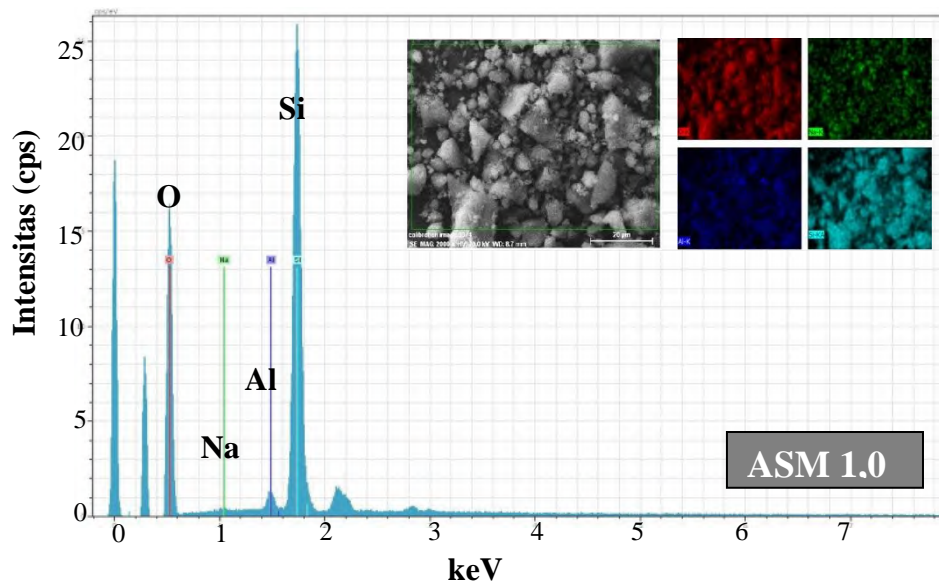
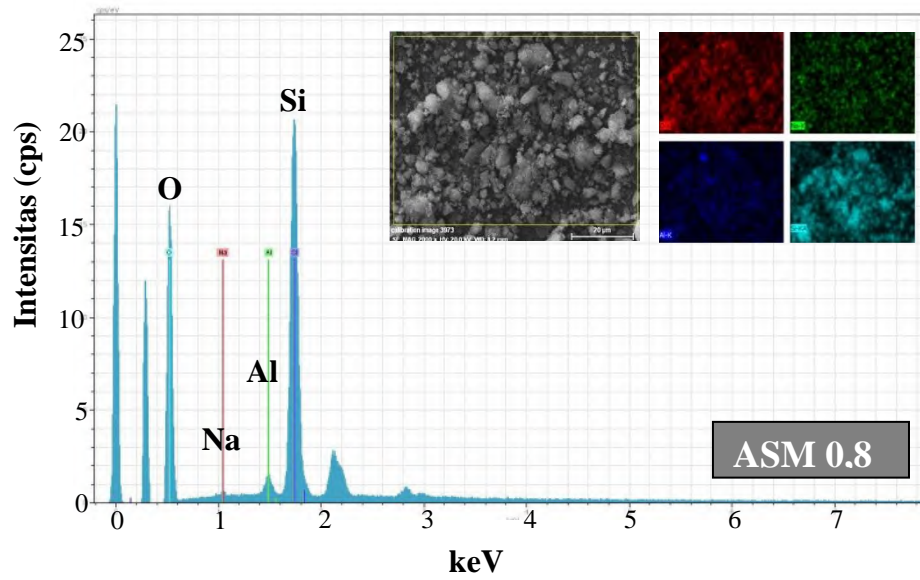
Morfologi permukaan padatan aluminosilikat hasil sintesis (ASM) diamati dengan menggunakan teknik karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sedangkan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat pada padatan aluminosilikat digunakan *Energy Dispersive X-ray* (EDX). Mikrograf sampel ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5 ditampilkan pada Gambar 4.15. Secara umum, dapat dilihat bahwa morfologi semua sampel padatan aluminosilikat mesopori hasil sintesis hampir sama, dimana morfologinya seperti bongkahan dengan bentuk dan ukuran yang tidak seragam.



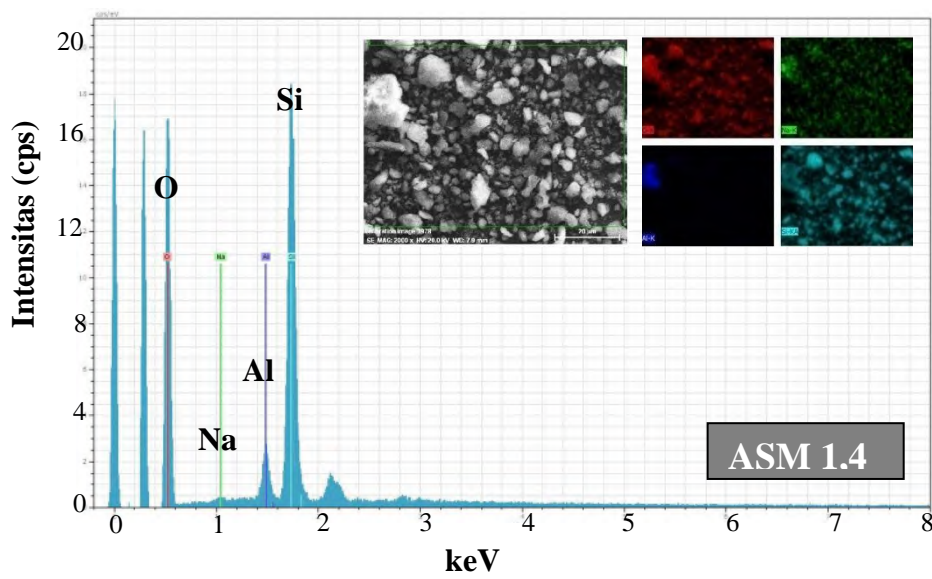
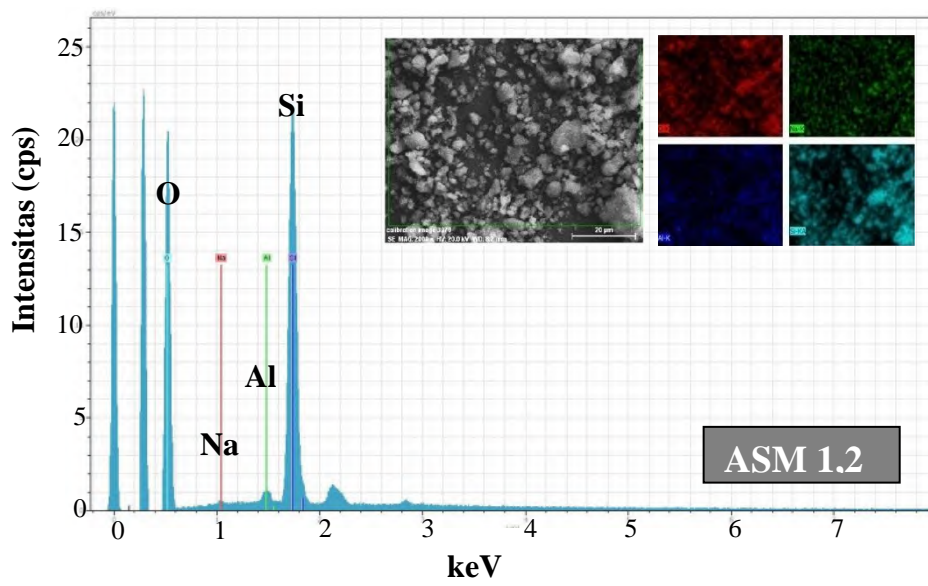
Gambar 4.17 Mikrograf Sampel (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4 dan (e) ASM 1,5

Spektra EDX dari sampel ASM (ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5) ditampilkan pada Gambar 4.18, 4.19 dan 4.20. Hasil Karakterisasi

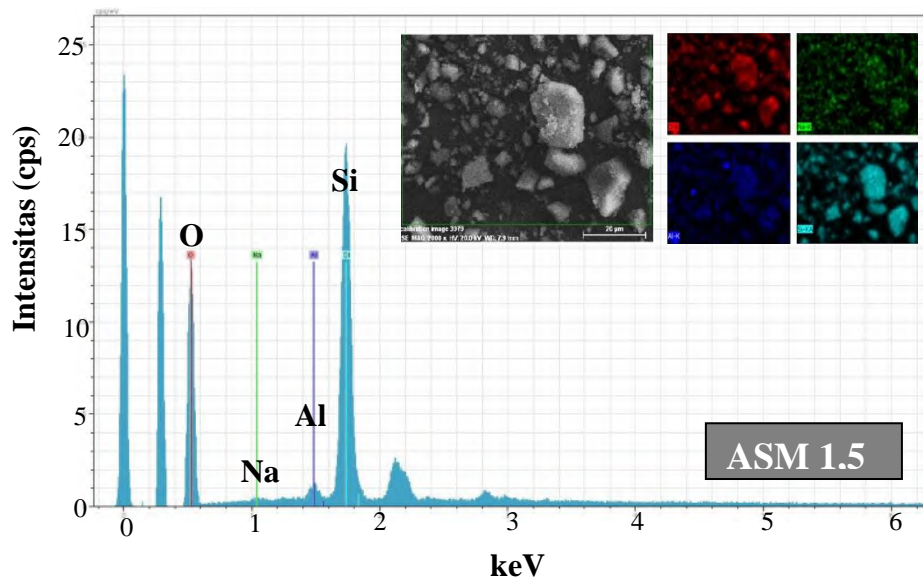
EDX dari masing-masing sampel menunjukkan seperti yang diharapkan yaitu komposisi tertinggi terdiri dari Si, O, Al dan Na.



Gambar 4.18 Spektra EDX dan *Mapping* Unsur dalam Sampel ASM 0,8 dan ASM 1,0



Gambar 4.19 Spektra EDX dan *Mapping* Unsur dalam Sampel ASM 1,2 dan ASM 1,4



Gambar 4.20 Spektra EDX dan *Mapping* Unsur dalam Sampel ASM 1,5

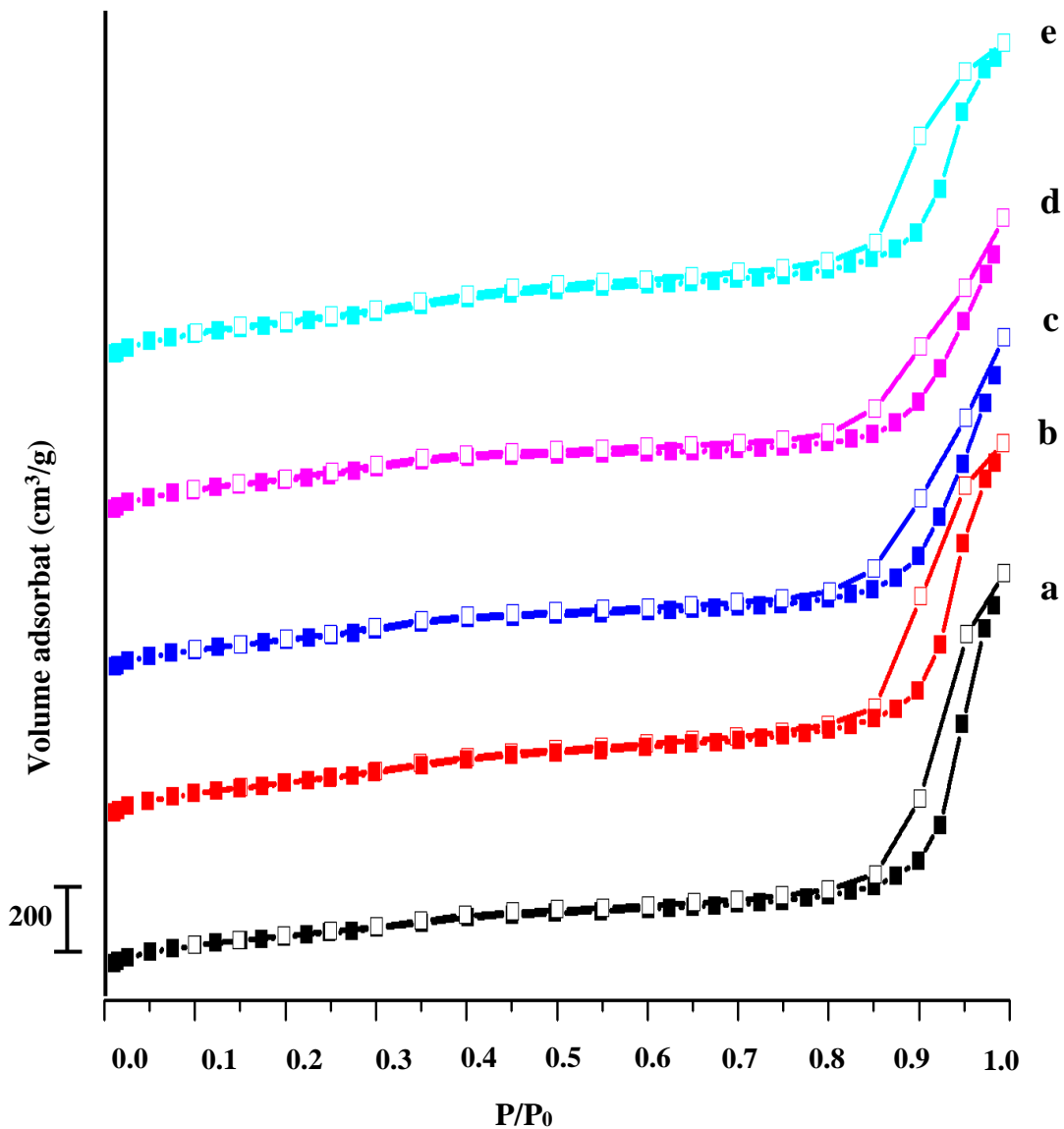
Hasil Spektrum EDX juga menunjukkan bahwa sampel ASM hasil sintesis tersebut terdiri atas unsur-unsur yang digunakan sebagai prekursornya yaitu Si dan Al. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada unsur lain yang terbentuk selama proses sintesis, selain itu tidak terdeteksi adanya unsur lain dengan kadar unsur yang relatif tinggi yang mengindikasikan bahwa tidak adanya pengotor dalam sampel hasil sintesis. Komposisi unsur-unsur yang terdapat pada sampel ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.6 Kadar Unsur dalam ASM Hasil Sintesis

Sampel	Kadar Unsur (% Berat)			
	Si	Al	Na	O
ASM 0,8	12,01	0,73	0,54	86,72
ASM 1,0	19,74	0,90	0,49	78,86
ASM 1,2	14,27	0,64	0,56	84,52
ASM 1,4	12,15	1,79	0,35	85,71
ASM 1,5	10,19	0,40	0,19	89,21

4.3.2.4 Adsorpsi Desorpsi Nitrogen

Adsorpsi nitrogen merupakan adsorpsi fisik yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu padatan (Haber dkk, 1995). Luas permukaan spesifik diamati dengan metode BET (S_{BET}), sedangkan distribusi ukuran pori ditentukan dengan metode BJH (Storck dkk., 1998). Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen semua sampel ASM (ASM 0,8; ASM 1,0; ASM 1,2; ASM 1,4 dan ASM 1,5) ditunjukkan pada Gambar 4.21.



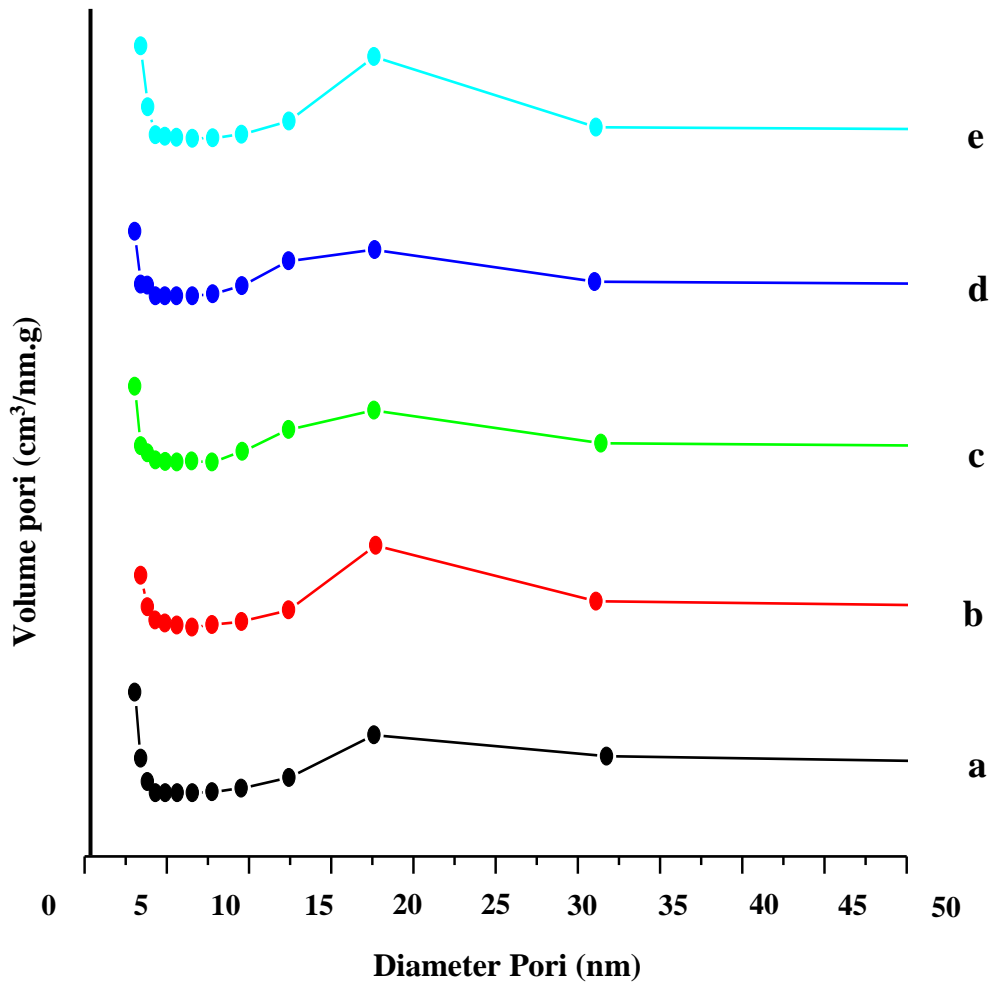
Gambar 4.21 Profil Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen Sampel aluminosilikat mesopori (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4 dan (e) ASM 1,5

Isoterm adsorpsi-desorpsi semua sampel aluminosilikat mesopori menunjukkan pola yang hampir sama, dimana pada tekanan relatif yang rendah (P/P_0 0-0,3), pola isoterm naik, yang mengindikasikan terjadinya adsorpsi molekul nitrogen dalam jumlah yang rendah. Pada P/P_0 sampai 0,3 molekul nitrogen yang teradsorp memenuhi permukaan padatan sehingga membentuk lapisan tunggal *monolayer* (Chorkendorff dk, 2003). Pada P/P_0 yang lebih tinggi ($P/P_0 > 0,3$), yaitu pada tekanan relatif P/P_0 sekitar 0,35-0,99, terjadi penambahan volume molekul nitrogen yang teradsorp, yang mengindikasikan terjadinya pengisian mesopori dan terbentuknya lapisan *multilayer*.

Pada kurva isoterm pada Gambar 4.21 tersebut juga dapat teramati adanya *loop* histeresis pada semua sampel ASM. *Loop* histeresis terjadi saat desorpsi pada tekanan relatif P/P_0 0,4 sampai 1,0. Histeresis yang terbentuk dikarenakan pada tekanan relatif P/P_0 yang sama, jumlah nitrogen yang terdesorpsi lebih sedikit daripada yang teradsorpsi dan menyebabkan kondensasi kapiler pada mesopori. Fenomena kondensasi kapiler disebabkan karena adanya pori pada permukaan padatan yang memberikan efek pembatasan jumlah lapisan pada adsorbat (Adamson, 1990). *Loop* histeresis yang terbentuk pada kurva isoterm semua sampel ASM menunjukkan pola histeresis yang hampir sama. Menurut Jin dkk (2008), fenomena pola histeresis yang terjadi bukan merupakan akibat dari adanya pori berukuran meso pada padatan, tetapi karena terdapat ruang antar partikel yang terbentuk oleh partikel dengan ukuran nanometer.

Berdasarkan pola adsorpsi dan desorpsi pada Gambar 4.20, dapat disimpulkan bahwa semua sampel ASM menunjukkan profil isoterm tipe IV yang mengindikasikan bahwa material aluminosilikat mesopori (ASM) yang dihasilkan memiliki karakteristik padatan berpori meso dengan ukuran 2-50 nm (didukung dengan data pada tabel 4.6). Isoterm tipe IV yang terbentuk pada kurva isoterm semua sampel tersebut disebabkan oleh adanya kondensasi kapiler pada dinding mesopori (Mukti dkk, 2011). Terbentuknya mesopori pada padatan sampel dikonfirmasi menggunakan data distribusi ukuran pori dengan metode BJH.

Data distribusi ukuran pori semua sampel ASM ditentukan dengan metode BJH (Barret, Joiner, Halenda) ditunjukkan pada Gambar 4.22. Metode BJH digunakan untuk mengetahui distribusi pori berukuran meso.



Gambar 4.22 Distribusi Ukuran Pori Sampel (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4; (e) ASM 1,5

Berdasarkan gambar tersebut terlihat bahwa distribusi ukuran pori semua sampel aluminosilikat mesopori yang dihasilkan memiliki pola yang hampir sama. Berdasarkan grafik distribusi ukuran pori semua sampel, diamati adanya puncak bimodal yang menunjukkan keberadaan dua kelompok ukuran pori yaitu masing-masing berada pada rentang diameter pori sekitar 3,05-3,42 nm dan 17,60-17,70

nm. Hasil ini menunjukkan bahwa diameter pori sampel aluminosilikat yang dihasilkan berada pada rentang ukuran mesopori (2-50 nm), sehingga sampel aluminosilikat yang dihasilkan merupakan padatan mesopori. Menurut Beck dkk. (1992), material dengan ukuran diameter mesopori memiliki ukuran 2-50 nm dan merupakan ciri dari material aluminosilikat.

Tabel 4.6 menampilkan luas permukaan (BET), diameter pori, dan volume mesopori dari sampel aluminosilikat yang dihasilkan. Berdasarkan data pada tabel tersebut, dapat dilihat bahwa luas permukaan sampel aluminosilikat mesopori yang dihasilkan berada pada rentang 362,55 sampai 445,71 m²/g. Diameter pori dari semua sampel aluminosilikat yang dihasilkan berada pada rentang 3,05 sampai 17,70 nm dengan volume pori berkisar antara 0,97 hingga 1,09 cm³/g.

Tabel 4.7 Data Luas Permukaan, Diameter Pori dan Volume Pori Sampel ASM

Sampel	S _{BET} (m ² /g)	S _{meso} (m ² /g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cm ³ /g)
ASM 0,8	371,08	177,94	3,05 ; 17,60	1,09
ASM 1,0	400,34	175,31	3,41 ; 17,70	1,04
ASM 1,2	362,55	147,68	3,06 ; 17,60	0,93
ASM 1,4	418,02	129,84	3,05 ; 17,65	0,85
ASM 1,5	445,71	176,44	3,42 ; 17,61	0,97

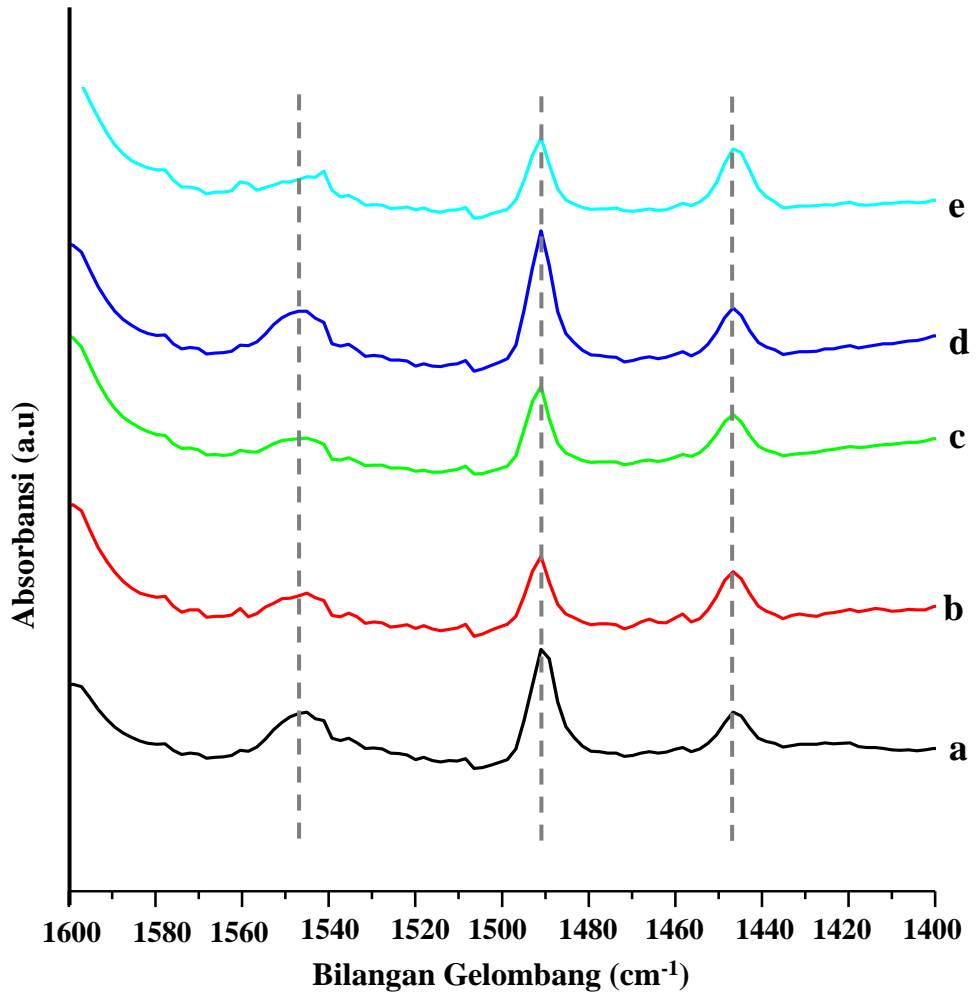
4.3.2.4 Pertukaran Kation dan Uji Keasaman Permukaan Sampel ASM

Pertukaran kation dilakukan untuk menggantikan ion Na⁺ yang terdapat dalam struktur padatan aluminosilikat mesopori yang dihasilkan. Pertukaran kation dilakukan dengan merefluks padatan ASM dalam larutan amonium asetat 0,5 M pada suhu 60 °C selama 3 jam. Padatan hasil tukar kation kemudian dipisahkan dari larutannya dan dikeringkan. Padatan yang telah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 1 jam dalam suasana gas nitrogen dan selama 6 jam dalam udara.

Padatan hasil tukar kation yang telah dikalsinasi kemudian diuji keasaman dengan adsorpsi piridin dan dikarakterisasi dengan menggunakan teknik spektroskopi FT-IR. Jumlah piridin yang teradsorp diamati dengan pita absorpsi pada bilangan gelombang 1700-1300 cm^{-1} . Semakin banyak piridin yang teradsorp maka intensitas puncak semakin tinggi dan sifat keasamannya meningkat (Parry, 1963). Spektra adsorpsi piridin dari sampel aluminosilikat mesopori hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.23.

Semua sampel aluminosilikat mesopori hasil sintesis memperlihatkan adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1444 cm^{-1} , yang merupakan puncak interksi piridin dengan sisi asam Lewis. Munculnya puncak tersebut karena vibrasi ulur pada ikatan C-C dari ikatan kompleks piridin pada sisi asam Lewis. Sisi asam Brønsted pada permukaan sampel semua ASM ditandai dengan munculnya puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 1544 cm^{-1} . Menurut Jin dan Li (2009), pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar 1544 cm^{-1} terjadi karena adanya vibrasi ulur C-C dari ion piridinium dan biasanya dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya sisi asam Brønsted. Selain itu juga terdapat puncak serapan pada 1490 cm^{-1} yang merupakan puncak karakteristik untuk kedua jenis asam Lewis dan asam Brønsted (Parry, 1963).

Jumlah sisi asam dari hasil sintesis ditentukan menggunakan hasil karakterisasi menggunakan FTIR dimana jumlah sisi asam setara dengan jumlah piridin yang teradsorp pada sampel (μmol piridin per gram sampel). Sisi asam sampel ASM hasil sintesis dihitung menggunakan persamaan Emeis (1993). Hasil perhitungan sisi asam semua sampel ASM ditampilkan pada tabel 4.7. Berdasarkan data pada tabel tersebut, dapat dilihat bahwa sampel aluminosilikat mesopori hasil sintesis mempunyai jumlah sisi asam Lewis berkisar antara 0,052-0,086 mmol/g, sedangkan sisi asam Brønsted berkisar antara 0,051-0,096 mmol/g. Sampel dengan jumlah sisi asam Lewis tertinggi yaitu sampel ASM 1,5; sedangkan sampel yang memiliki sisi asam Brønsted tertinggi yaitu sampel ASM 1,4.

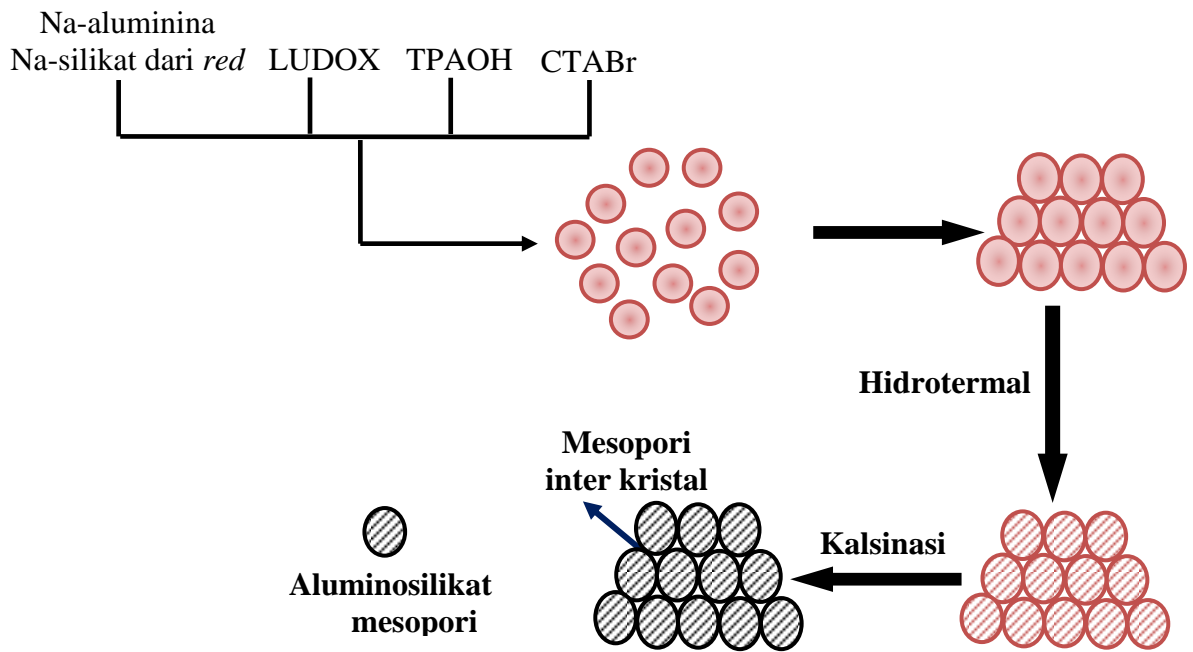


Gambar 4.23 Spektra adsorpsi piridin sampel (a) ASM 0,8; (b) ASM 1,0; (c) ASM 1,2; (d) ASM 1,4 dan e) ASM 1,5

Tabel 4.8 Jumlah sisi asam Lewis dan asam Brønsted sampel ASM hasil sintesis

Sampel	Sisi Asam Lewis (mmol/g)	Sisi Asam Brønsted (mmol/g)
ASM 0,8	0,074	0,051
ASM 1,0	0,052	0,077
ASM 1,2	0,061	0,051
ASM 1,4	0,062	0,096
ASM 1,5	0,086	0,078

Pembahasan yang telah dipaparkan memnunjukkan bahwa aluminosilikat mesopori dapat disintesis dari *red mud* menggunakan metode hidrotermal pada suhu 80 °C selama 24 jam. Penambahan surfaktan CTABr sebagai agen pengarah struktur mesopori dilakukan pada suhu ruang. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa padatan aluminosilikat mesopori hasil sintesis memiliki struktur amorf, yang ditandai dengan adanya *hump* pada daerah $2\theta = 15-30^\circ$. Spektra FTIR sampel aluminosilikat sebelum kalsinasi memperlihatkan adanya puncak-puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 2920, 2850, 962, 912 dan 725 cm^{-1} yang merupakan puncak-puncak serapan khas dari molekul surfaktan CTABr. Puncak-puncak tersebut tidak teramati pada spektra FTIR sampel setelah kalsinasi, yang mengindikasikan bahwa CTABr lepas selama proses kalsinasi. Spektra sampel aluminosilikat mesopori setelah kalsinasi juga memperlihatkan adanya puncak pada daerah bilangan gelombang 960 cm^{-1} yang merupakan karakteristik untuk vibrasi gugus silanol terminal (Si-OH) pada permukaan dinding mesopori, *sebagai salah satu indikasi adanya struktur mesopori Serrano dkk. (2014). Hasil tersebut sesuai dengan profil isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen semua sampel aluminosilikat mesopori hasil sintesis yang menunjukkan kurva isoterm tipe IV, yang merupakan tipe padatan mesopori. Kurva isoterm semua sampel memperlihatkan adanya loop histeresis dengan pola yang hampir sama.* Pola histerisis terjadi karena adanya ruang antar partikel yang terbentuk oleh partikel dengan ukuran nano. Skema pembentukan mesopori interpartikel ditampilkan pada Gambar 4.24. Grafik distribusi ukuran pori menunjukkan pola yang sama untuk semua sampel, dimana teramati adanya puncak bimodal pada rentang diameter pori sekitar 3,05-3,42 nm dan 17,60-17,70 nm. Hasil ini menunjukkan bahwa diameter pori sampel aluminosilikat yang dihasilkan berada pada rentang ukuran mesopori (2-50 nm). Luas permukaan mesopori dan volume pori tertinggi pada sampel ASM 0,8 177,94 m^2/g dan 1,09 cm^3/g .



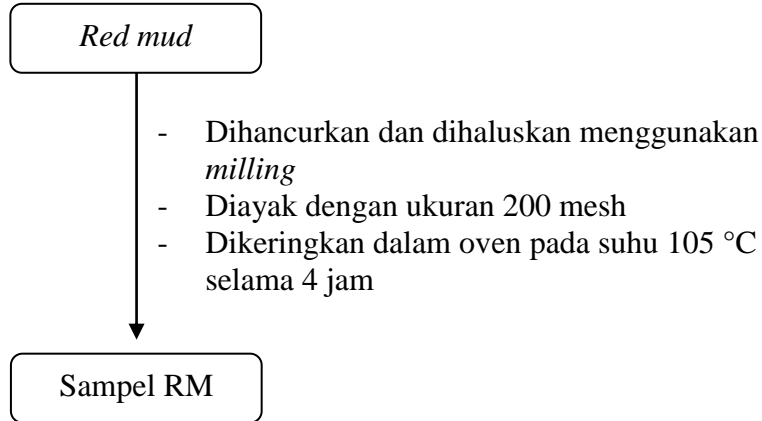
Gambar 4.24 Skema pembentukan mesopori inter-kristal aluminosilikat mesopori dari *red mud*

”Halaman ini sengaja dikosongkan”

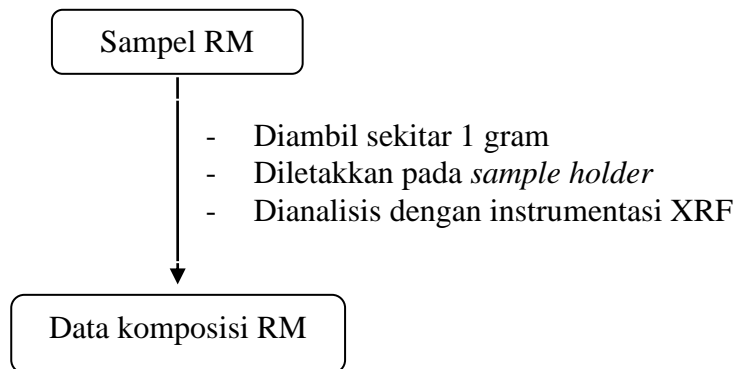
LAMPIRAN 1

DIAGRAM ALIR PENELITIAN

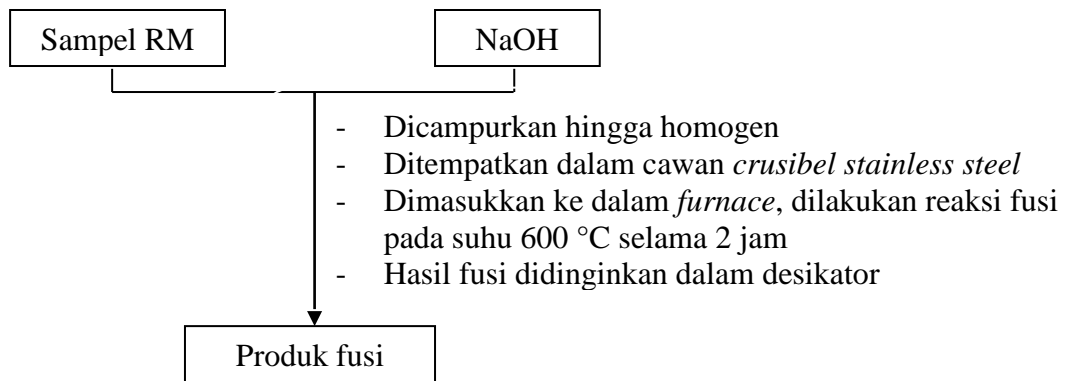
A. Preparasi Sampel *Red Mud* (RM)



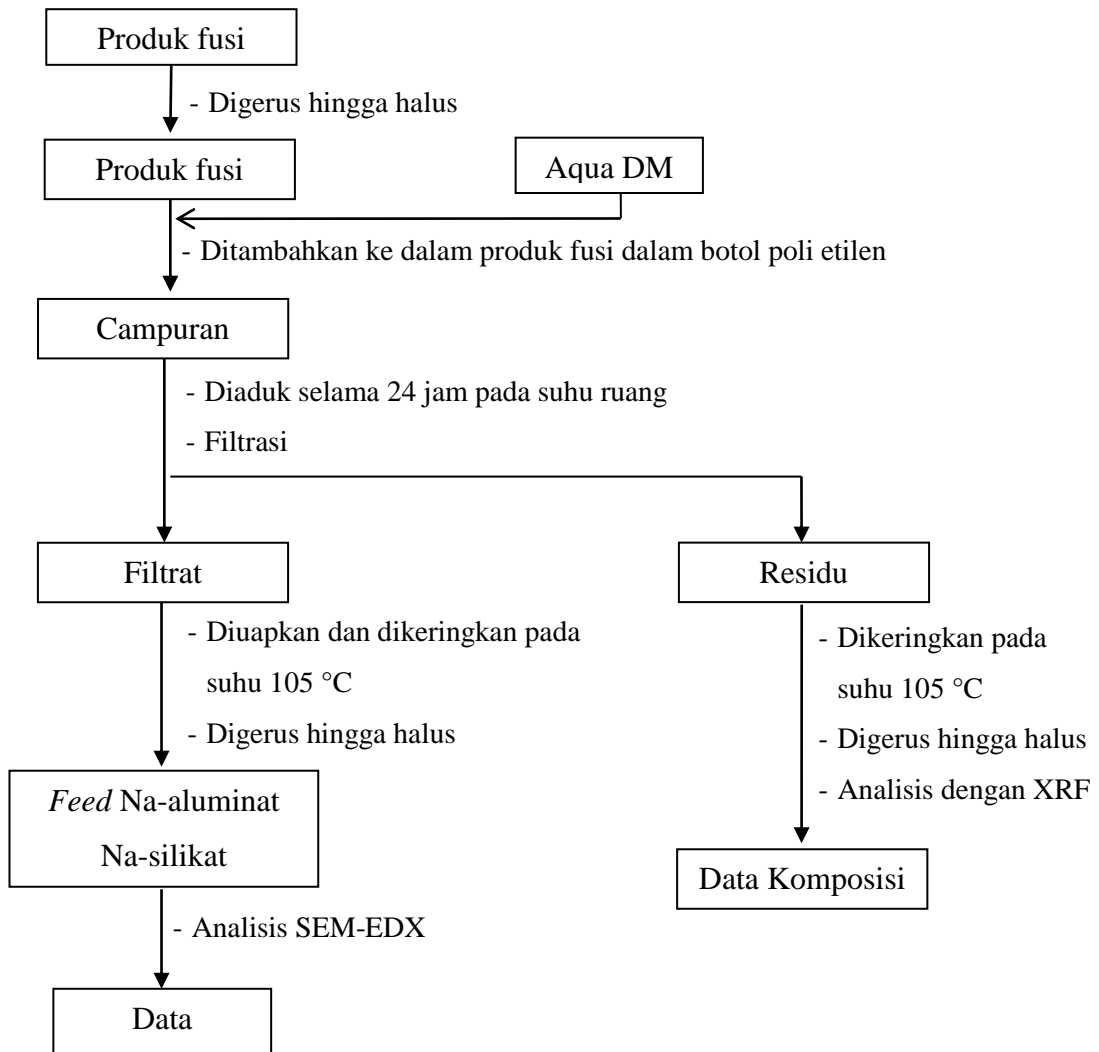
B. Penentuan Komposisi Sampel *Red Mud* dengan XRF



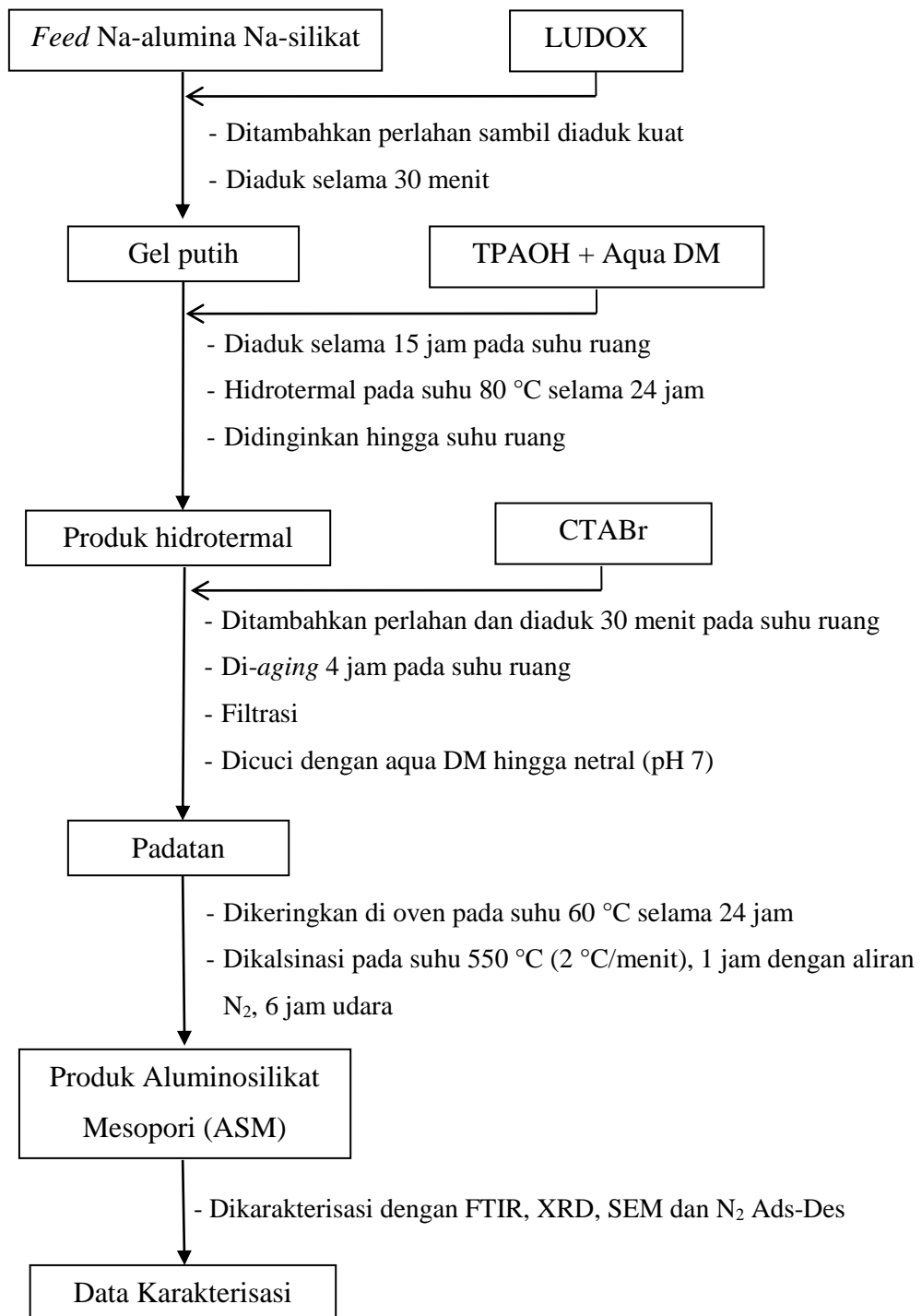
C. Reaksi Fusi Alkali *Red mud* dan NaOH



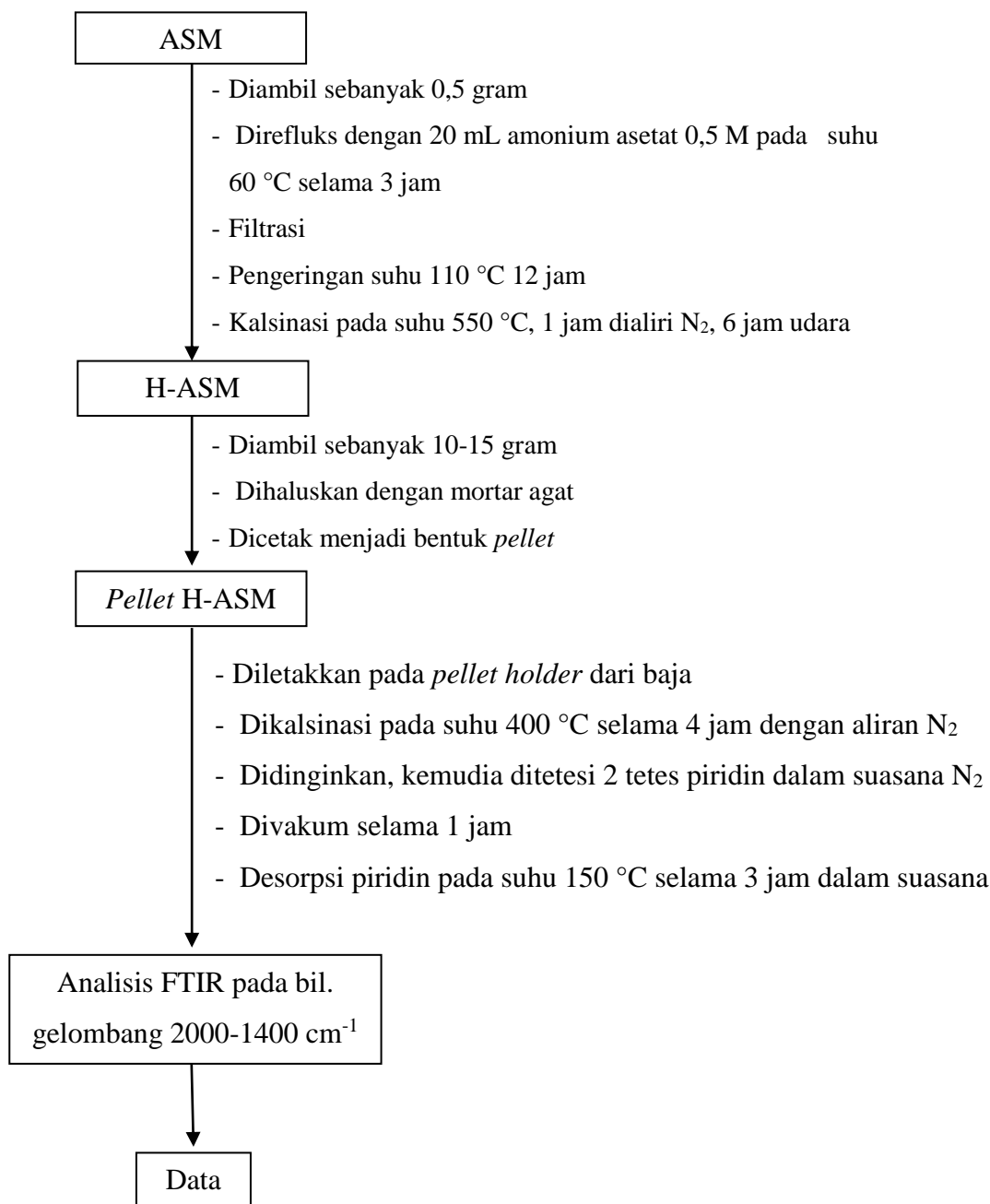
D. Ekstraksi dan Pembuatan *Feed Na-Aluminat dan Na-Silikat*



E. Sintesis Aluminosilikat Mesopori



F. Pertukaran Ion dan Uji Keasaman Produk Aluminosilikat Mesopori (ASM)



LAMPIRAN 2

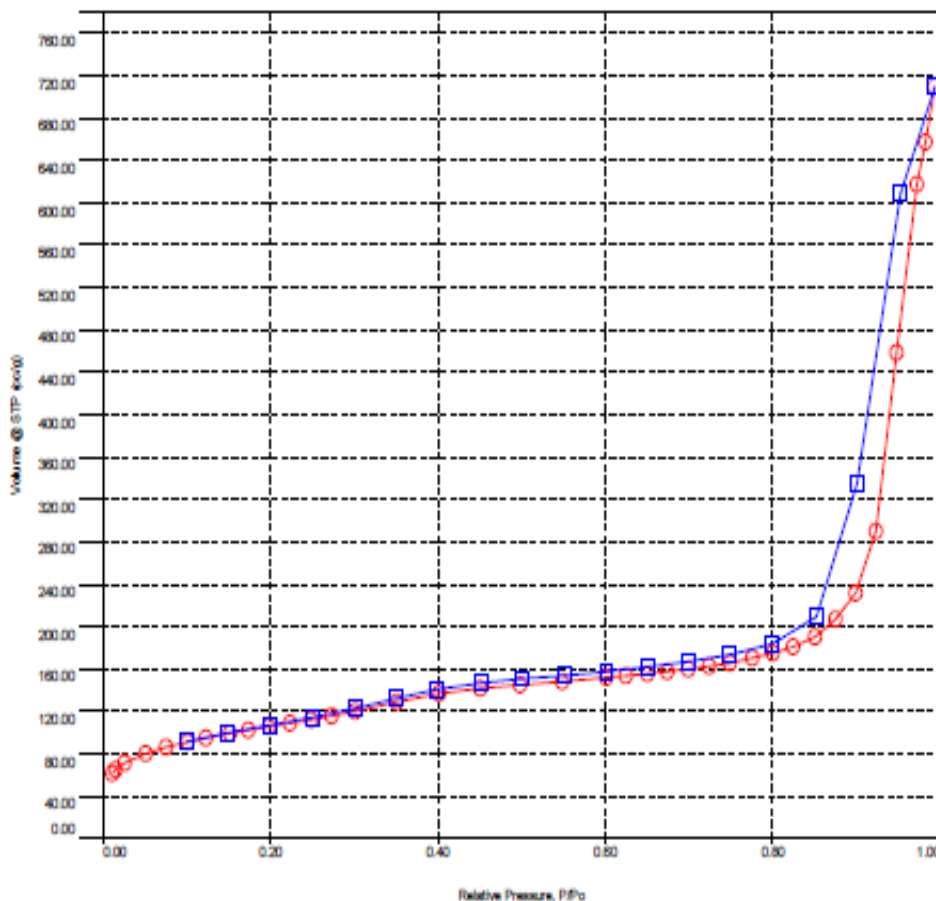
GRAFIK ISOTERM LINEAR BET DARI SAMPEL ASM

1. Grafik Isoterm Linear BET Sampel ASM 0,8

Analysis		Report	
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:	2016/07/14
Sample ID:	EI-0015 ASM 0-8	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample Desc:		Filename:	iq_phlay_at1_2016_07_14_12_55_38EI-0015 ASM 0-8.qps
Sample Weight:	0.047 g	Comment:	
Approx. Outgas Time:	13.7 hrs	Instrument:	Autosorb IQ Station 1
Analysis gas:	Nitrogen	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis Time:	9:36 hr:min	Non-ideality:	8.58e-05 1/Torr
Analysis Mode:	Standard	Bath temp.:	77.35 K
Void/Vol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	3.7498 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	9mm w/o rod
		Void/Vol Remeasure:	off
		Warm Zone V:	14.6577 cc

Isotherm : Linear

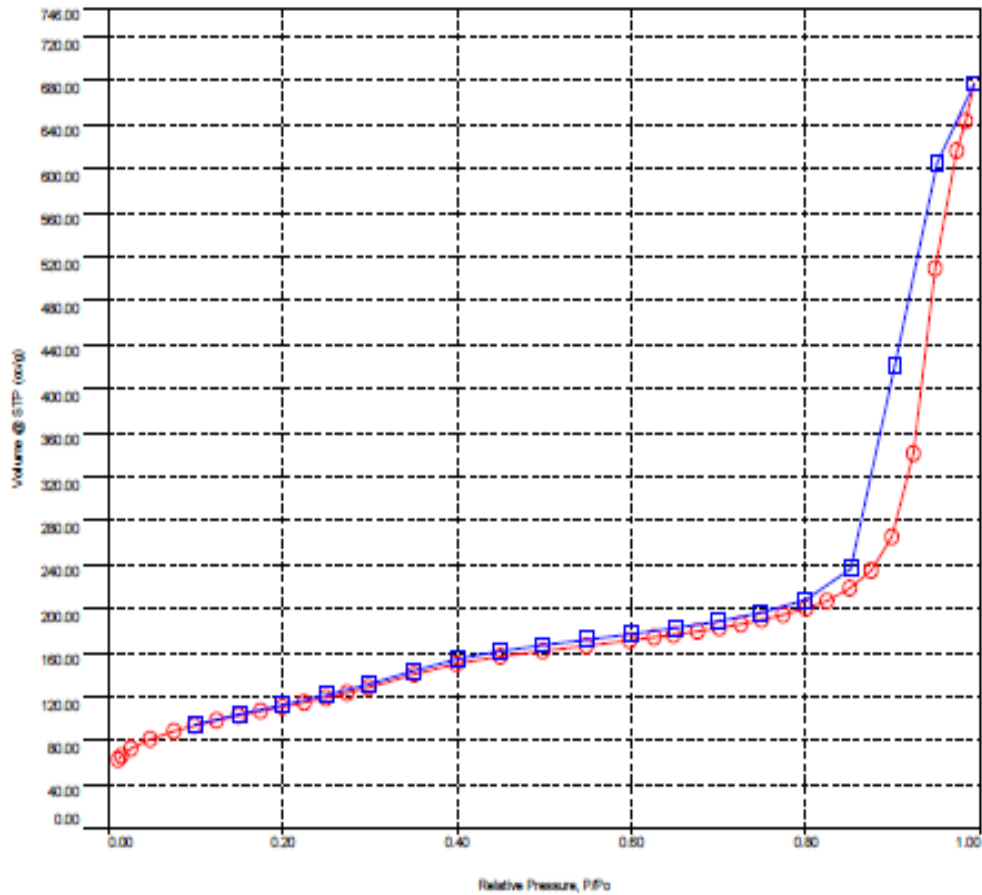
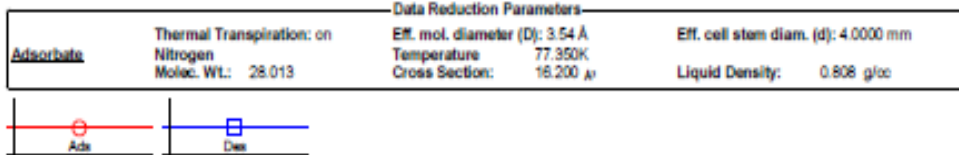
Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D):	3.54 Å
	Nitrogen	Temperature:	77.350K
	Molac. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²
		Eff. cell stem diam. (d):	4.0000 mm
		Liquid Density:	0.808 g/cc



2. Grafik Isotherm Linear BET Sampel ASM 1,0

Analysis		Report	
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:	2016/07/17
Sample ID:	EI-0015 ASM 1-0	Filename:	iq_phisy_at1_2016_07_17_13_17_13EI-0015 ASM 1-0.qps
Sample Desc:		Comment:	
Sample Weight:	0.0699 g	Instrument:	Autosorb IQ Station 1
Approx. Outgas Time:	13.7 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/Torr
Analysis Time:	10:47 hr:min	Bath temp.:	77.35 K
Analysis Mode:	Standard		
Void/Vol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	3.90406 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	9mm w/o rod
		Void/Vol Remeasure:	off
		Warm Zone V:	16.073 cc

Isotherm : Linear

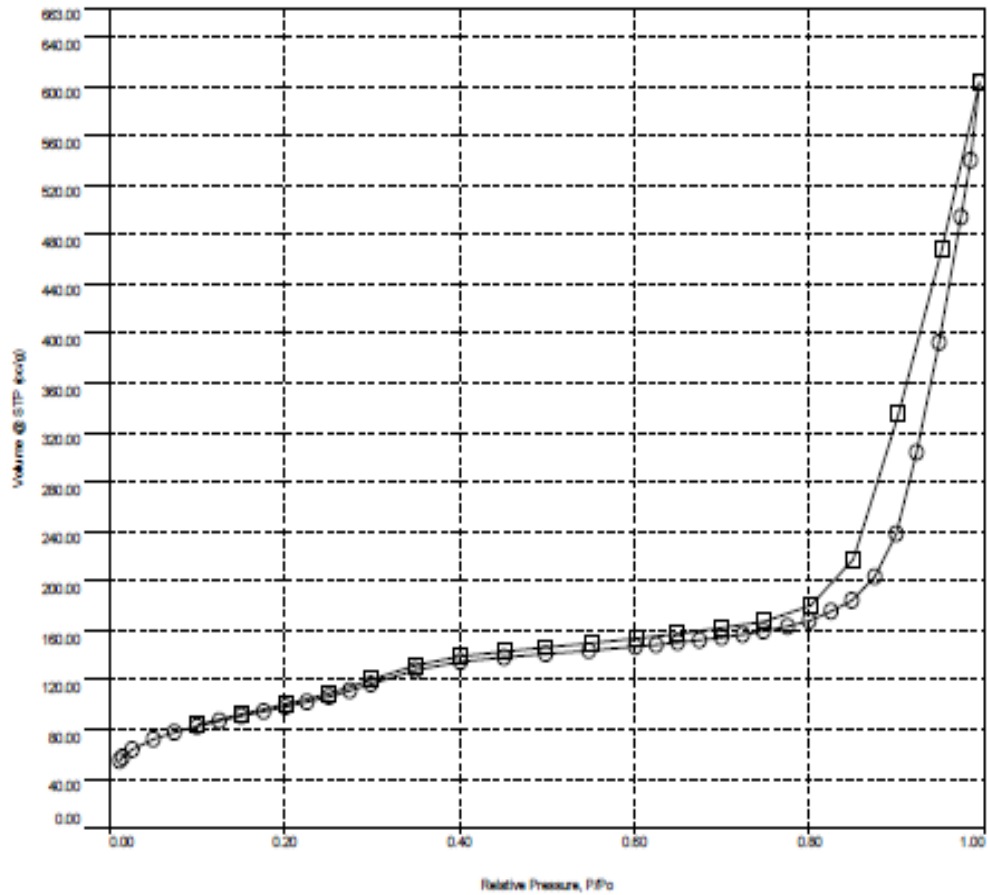
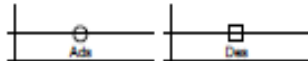


3. Grafik Isotherm Linear BET Sampel ASM 1,2

Analysis		Report	
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:	2016/08/14
Sample ID:	EI-0015 ASM 12	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample Desc:		Filename:	iq_phlay_at1_2016_08_14_08_56_19EI-0015 ASM 12.qpe
Sample Weight:	0.0674 g	Comment:	
Approx. Outgas Time:	13.7 hrs	Instrument:	Autosorb IQ Station 1
Analysis gas:	Nitrogen	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis Time:	9:58 hr:min	Non-ideality:	6.58e-05 1/Torr
Analysis Mode:	Standard	Bath temp.:	77.35 K
Void/Vol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	3.56517 cc
		Extended Info:	Available
		CellType:	9mm w/o rod
		Void/Vol Remeasure:	off
		Warm Zone V:	16.3616 cc

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters		
Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å
	Nitrogen	Temperature: 77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.200 Å ²
		Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
		Liquid Density: 0.808 g/cc

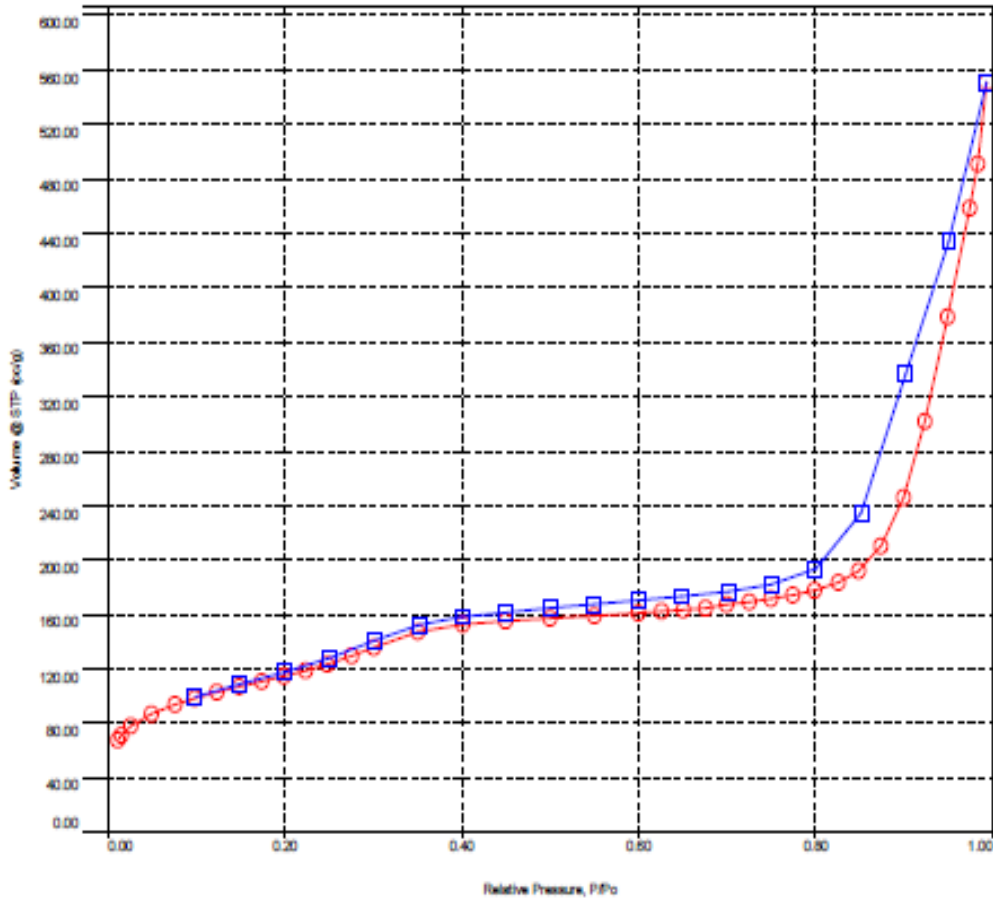
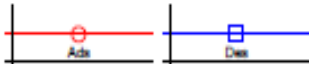


4. Grafik Isotherm Linear BET Sampel ASM 1,4

Analysis		Report	
Operator: Lab. Energi ITS	Date: 2016/07/18	Operator: Lab. Energi ITS	Date: 2016/07/20
Sample ID: EI-0015 ASM 1-4	Filename: iq_phlay_atl_2016_07_18_12_37_18EI-0015 ASM 1-4.qps		
Sample Desc:	Comment:		
Sample Weight: 0.0374 g	Instrument: Autosorb IQ Station 1		
Approx. Outgas Time: 13.7 hrs	Final Outgas Temp.: 300 °C	Extended info: Available	
Analysis gas: Nitrogen	Non-ideality: 6.58e-05 1/Torr	CellType: 9mm w/o rod	
Analysis Time: 7:20 hr:min	Bath temp.: 77.35 K	VoidVol Remeasure: off	
Analysis Mode: Standard	Cold Zone V: 4.50789 cc	Warm Zone V: 15.7892 cc	
VoidVol. Mode: He Measure			

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters			
Absorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Nitrogen		Temperature: 77.350K	
Molec. Wt.: 28.013		Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc

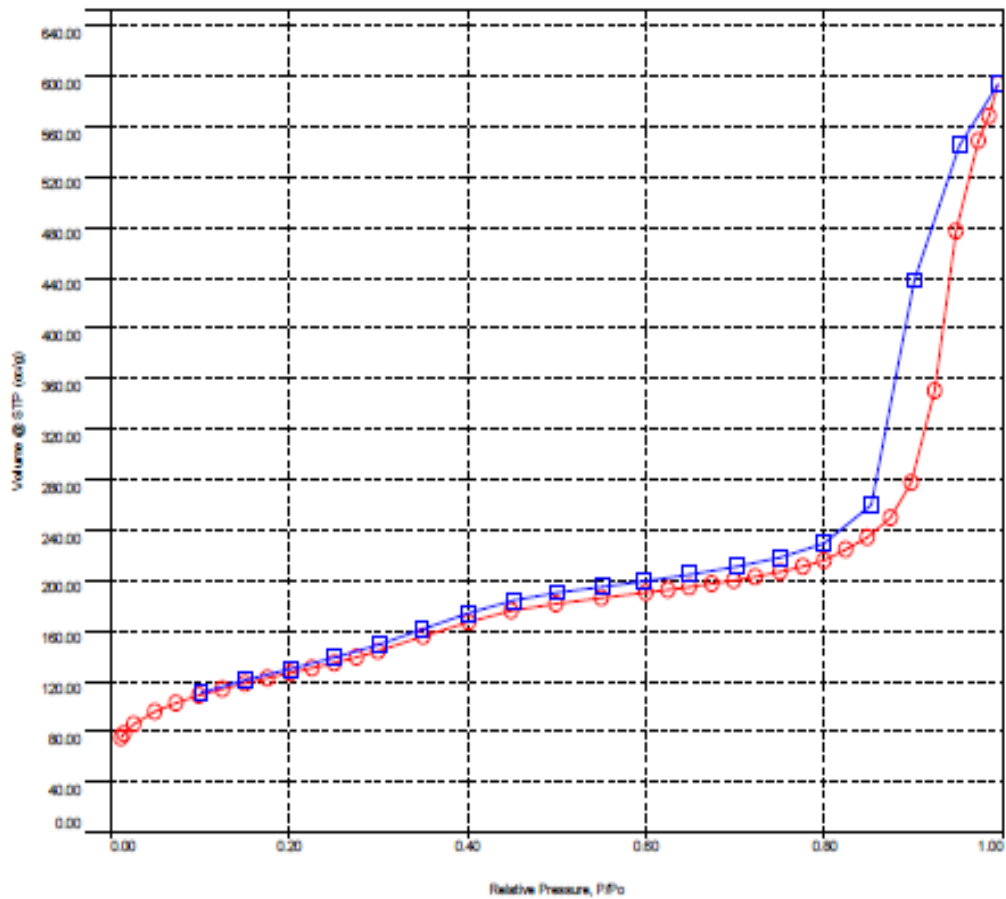


5. Grafik Isotherm Linear BET Sampel ASM 1,5

Analysis		Report	
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:	2016/06/26
Sample ID:	EI-0015 ASM 1-5	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample Desc:		Filename:	iq_phlay_at1_2016_06_26_11_23_29EI-0015 ASM 1-5.qps
Sample Weight:	0.0548 g	Comment:	
Approx. Outgas Time:	13.7 hrs	Instrument:	Autosorb IQ Station 1
Analysis gas:	Nitrogen	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis Time:	8:46 hr:min	Non-ideality:	6.58e-05 1/Torr
Analysis Mode:	Standard	Bath temp.:	77.35 K
Void/Vol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	3.72856 cc
		Extended Info:	Available
		CellType:	9mm w/o rod
		Void/Vol Remeasure:	off
		Warm Zone V:	16.5386 cc

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
	Nitrogen	Temperature: 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut :

1. Aluminosilikat mesopori dapat disintesis dengan menggunakan *red mud* sebagai sumber alumina.
2. Proses ekstraksi alumina dan silika dari *red mud* dapat dilakukan dengan menggunakan metode alkali fusi.
3. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD terhadap sampel hasil sintesis, diketahui bahwa aluminosilikat mesopori yang dihasilkan merupakan padatan amorf.
4. Aluminosilikat mesopori yang dihasilkan memiliki morfologi seperti bongkahan dengan bentuk dan ukuran yang tidak seragam. Berdasarkan hasil analisis EDX, diketahui bahwa aluminosilikat yang dihasilkan memiliki kemurnian yang tinggi, ditandai dengan tidak terdeteksi adanya kandungan unsur lain selain unsur-unsur yang menjadi prekursor (Al, Si, Na dan O)
5. Produk padatan aluminosilikat yang dihasilkan merupakan padatan berpori meso yang ditandai dengan adanya distribusi ukuran pori pada semua sampel ASM berkisar antara 3,05-3,42 dan 17,60-17,70 nm. Luas permukaan sampel ASM yang tertinggi adalah pada sampel ASM 1,5 dengan luas permukaan sebesar 445,71 m²/g. Volume pori sampel ASM 1,4 merupakan yang tertinggi yaitu 1,09 cm³/g.

5.2 Saran

Adapun saran yang diajukan pada penelitian ini adalah:

1. Perlu dilakukan penelitian pemanfaatan *red mud* dengan lebih efisien sebagai sumber alumina dan silika dalam bidang katalitik.
2. Perlu dilakukan penelitian tentang aplikasi material aluminosilikat mesopori yang telah disintesis dari *red mud*.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. D., (1997), "*Physical Chemistry of Surfaces*", New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Adjdir, M., T. Ali-Dahmane., F. Friedrich., T. Scherer., dan P.G. Weidler. (2009). "The synthesis of Al-MCM-41 from volclay — A low-cost Al and Si source". *Applied Clay Science*. 46, 185–189
- Balakrishna, M., Batra, V.S., Hargreaves, J.S.J., Monaghan, A., Pulford, I.D., Rico, J.L., dan Sushil, S., (2009). "Hydrogen production from methane in the presence of red mud - making mud magnetic". *Green Chemistry*. 11, 42e47.
- Beck, J.S., Artuli, J.C., Rowth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, T.W., Olson, D.h., Sheppard., E.W., Mc Cullen, S.B., Higgins, J.B., dan Skeler, J.L, 1992. A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates. *American Journal of Chemical Society*, 144, 10834-10843
- Belviso, C., Agostinelli, E., Belviso, S., Cavalcante, F., Pascucci, S., Peddis, D., Varvaro, G., dan Fiore, S. (2015). "Synthesis of Magnetic Zeolite at Low Temperature Using A Waste Material Mixture: Fly Ash and Red Mud". *Microporous and Mesoporous Materials*. 202, 208–216
- Belviso C., Cavalcante F., Lettino A., dan Fiore S. (2013). A and X-type zeolites synthesised from kaolinite at low temperature. *Applied Clay Science*. 80–81, 162–168.
- Bérubé, F. dan Kaliaguine, S. (2008), "Calcination and Thermal Degradation Mechanisms of Triblock Copolymer Template in SBA-15 Materials", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 115, 469-479.
- Brunori, C., Cremisini, C., Massanisso, P., Pinto, V., dan Torricelli, L. (2005). "Reuse of A Treated Red Mud Bauxite Waste : Studies on Environmental Compatibility. *Journal of Hazardous Materials*. B117, 55–63.
- Byrappa, K. Dan Adshiri, T., (2007), "Hydrothermal technology for nanotechnology", *Progress in crystal growth and characterization of materials*, 53, 117-166.
- Byrappa, K. dan Yoshimura, M., (2013), "*Handbook of Hydrothermal Technology*", USA : Niyes Publications.

- Cakici AI, Yanik J, Çar SU, Karayildirim T, dan Anil H. (2004). "Utilization of Red Mud as Catalyst in Conversion of Waste Oil and Waste Plastics to Fuel". *Journal of Materials Cycles and Waste Management*. 6(1), 20-26.
- Cejka, Corma, A., dan Zones, S., (2010), "*Zeolites and Catalysis Synthesis, Reactions and Applications*", Weinheim: Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Chorkendorff, I. dan Niemantsverdriet, J.W. (2003), *Concepts of Modern Catalysis and Kinetics*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Couillard, D. (1982). "Use of Red Mud, A Residue of Alumina Production By The Bayer Process, In Water Treatment". *The Science of the Total Environment*. 25, 181—191
- Cundy, S.C. dan Cox, A.P., (2005), "Review : The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism", *Microporous and Mesoporous Materials*, 82, 1-78.
- Derewinski, M., Machowska, M., dan Sarv, R. (2002). "Acidity and thermal stability of mesoporous aluminosilicates synthesized by cationic surfactant route". *Studies in Surface Science and Catalysis 142*
- Emeis, C. A. (1993), "Determination of integrated molar extinction coefficients for infrared absorption bands of pyridine adsorbed on solid acid catalysts", *Journal of Catalysis*, Vol. 141, No.2, hal. 347-354.
- Flanigen, E.M., (1976), "Structural Analysis By Infrared Spectroscopy, In: Rabo, J. A.ed", *Zeolite Chemistry and Catalysis, ACS Monograph*, 171, 80-117.
- Gao WG, Huang YZ, dan Lei M. (2008). "Effects of Compost and Red Mud Addition on Bioavailability of Cd and Zn in Soil". *Chinese Journal of Environmental Engineering*. 2, 78–82.
- Ghorbani A dan Fakharian A. (2013). "Recovery of Al₂O₃, Fe₂O₃ and TiO₂ from Bauxite Processing Waste (Red Mud) by Using Combination of Different Acids". *Journal of Basic and Applied Scientific Research*, 3, 187-191.
- Ghosh, I., Guhaa, S., R. Balasubramaniam., dan A.V. Ramesh Kumar. (2011). "Leaching of Metals from Fresh and Sintered Red Mud". *Journal of Hazardous Materials*. 185, 662–668
- Guocheng, L., Wu, L., Liao, L., Zhang, Y., dan Li, Z. (2013). "Preparation and Characterization of Red Mud Sintered Porous Materials for Water Defluoridation". *Applied Clay Science*. 74, 95–101.

- Gök, A., Omastová, M., dan Prokeš, J. (2007). "Synthesis and characterization of red mud/polyaniline composites: electrical properties and thermal stability. European". *Polymer Journal* 43 (6), 2471–2480.
- Habashi F. (1995). "Bayer's Process for Alumina Production : a Historical Perspective". Laval University. Quebec City.
- Hamid, A. (2015). "Sintesis Zsm-5 Mesopori Dari Kaolin Dan Silika Koloid Dengan Dua Tahap Kristalisasi : Pengaruh Suhu Dan Waktu Aging
- Han, C., Wang, H., Zhang L., Li, R., Zhang, Y., Luo, Y., dan Zheng, X. (2011). "Characterization and investigation on the difference of hydrothermal stability for ordered mesoporous aluminosilicate sieves". *Advanced Powder Technology* 22 (2011) 20–25.
- Haro-Del Rio D.A., Aguilera-Alvarado A.F., Cano-Aguilera I., Martínez-Rosales M., dan Holmes S. (2012). "Synthesis and Characterization of Mesoporous Aluminosilicates for Copper Removal from Aqueous Medium". *Materials Sciences and Applications*, 2012, 3, 485-491
- Hartati., Prasetyoko, D., Santoso, M., Bahruji, H., dan Triwahyono, S. (2014). "Highly Active Aluminosilicates with a Hierarchical Porous Structure for Acetalization of 3,4-dimethoxybenzaldehyde". *Jurnal Teknologi*. 69 : 5, 25–30.
- Hind, A.R., Bhargava, S.K., dan Grocott, S.C. (1999). "The Surface Chemistry of Bayer Process Solids : A Review" *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*. 146 (1–3), 359–374.
- Hoang M. (2000). "Catalysis and Processes for Treatment of Industrial Process and Waste Streams". *Patent no. WO 2000000285*
- Huang W, Shaobin W, Zhonghua Z, Li L, Xiangdong Y, dan Victor R. (2008). "Phosphate Removal from Waste Water Using Red Mud". *Journal of hazardous materials*. 158(1), 35-42.
- Huo, Q. Margolese, D.I. Ciesla, U. Feng, P. Gier, T.E. Sieger, P. Leon, R. Petroff, P.M. Schu'th, F. dan Stucky, G.D. (1994). "Generalized Synthesis of Periodic Surfactant/Inorganic Composite Materials". *Nature*. 368, 317.
- Ismunandar. (2004). "Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya, Departemen Kimia FMIPA ITB, Bandung.
- Kalkan E. (2006). "Utilization of Red Mud as a Stabilization Material for The Preparation of Clay Liners". *Engineering Geology*. 87, 220–229.

- Karimi, R., Bayati, B., Aghdam, N.C., Ejtemaee, M., dan Babaluo, A.A., (2012), "Studies of The Effect of Synthesis Parameters on ZSM-5 Nanocrystalline Material During Template-Hydrothermal Synthesis in The Presence of Chelating Agent", *Powder Technology*, 229, 229–236.
- Kresge, C.T., Leonowicz, M.E., Roth, W.J., Vartuli, J.C., dan Beck, J.C. (1992) "Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid–Crystal Template Mechanism". *Nature*. 359, 710
- Kumar S., Kumar R., dan Bandopadhyay A. (2006). "Innovative methodologies for the utilization of wastes from metallurgical and allied industries". *Resources, Conservation and Recycling*. 48, 301–314
- Li , W dan Zhao, D. (2013). "An Overview of The Synthesis of Ordered Mesoporous Materials". *Chem. Commun.* 49, 943
- Li, Q., Wua, Z., Tua, B., Park, S.S., Ha, C., dan Zhao, D. (2010). "Highly hydrothermal stability of ordered mesoporous aluminosilicates Al-SBA-15 with high Si/Al ratio". *Microporous and Mesoporous Materials* 135 (2010) 95–104
- Liang NX, Zhang DL, dan Yan ZX. (1996). "Study on Performance of Road Made by Cement Red Mud Concrete (In Chinese). *China Journal Highway Transportation*. 9, 6–11.
- Linssen, T., Mees, F., Cassiers, K., Cool, P., Whittaker, A., dan Vansant, E.F., (2003). "Characterization of The Acidic Properties of Mesoporous Aluminosilicates Synthesized from Leached Saponite with Additional Aluminum Incorporation". *Journal of Physical Chemistry B* . 107, 8599-8606.
- Liu, W., Chen, X., Li, W., Yu, Y., dan Yan K. (2014). "Environmental assessment, management and utilization of red mud in China" *Journal of Cleaner Production* xxx, 1-5.
- Liu X., Zhang N., Sun H., Zang J., dan Li, L. (2011). "Structural investigation relating to the cementitious activity of bauxite residue- Red mud". *Cement and Concrete Research*. 41. 847-853
- Liu, Y., Naidu, R., dan Ming, H. (2011). "Red mud as an amendment for pollutants in solid and liquid phases". *Geoderma* 163 (2011) 1–12
- Liu W, Yang J, dan Xiao B. (2009). "Application of Bayer Red Mud for Iron Recovery and Building Material Production from Aluminosilicate Residues". *Journal of Hazardous Materials*. 61, 474–478.

- Liu, Q., Xin, R., Li, C., Xu, C., dan Yang, J. (2013). "Application of Red Mud as A Basic Catalyst for Biodiesel Production". *Journal of Environmental Sciences*. 25, 823–829.
- Lu C., Lv J., Xu L., Guo X., Hou W., Hu Y., dan Huang H. (2009). "Crystalline Nanotubes of γ -AlOOH and γ -Al₂O₃: Hydrothermal Synthesis, Formation Mechanism and Catalytic Performance". *Nanotechnology*. 20, 215- 604.
- Luo, Y., Hou, Z., Li, R., dan Zheng, X. (2008). "Synthesis of ultrastable ordered mesoporous aluminosilicates molecular sieves with "hard template". *Microporous and Mesoporous Materials 110 (2008) 583–589*.
- Ma, S.H., Wen, Z.G., Chen, J.N., dan Zheng, S.L., (2009). "An Environmentally Friendly Design for Low-Grade Diasporic-Bauxite Processing". *Minerals Engineering*. 22 (9–10), 793–798.
- Miao, s., Liu, Z., Ma, H., Han, B., Du, J., Sun, Z., dan Miao, Z. (2005). "Synthesis and Characterization of MesoporousAluminosilicate Molecular Sieve from K-feldspar". *Microporous and Mesoporous Materials*. 83, 277–282.
- Meher S. N, Rout A. K, dan Padhi B. K. (2010). "Extraction of Al and Na from Red Mud by Magnesium Oxide Sodium Carbonate Sinter Process". *Journal of Environmental Science and Technology*, 4, 897-902.
- Muhajirah. (20112). "Peningkatan Hasil Esterifikasi Asam Lemak Stearin Kelapa Sawit Menggunakan Katalis ZSM-5 Mesopori dan Adsorben Zeolit A. Tesis Kimia-FMIPA, ITS, Surabaya.
- Naik, B dan Ghosh, N.N. (2009). " A review on chemical methodologies for preparation of mesoporous silica and alumina based materials". *Recent Patents on Nanotechnology*. 3, 213-224
- Nakamoto, K. (1978). "Infra red and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Third Edition. America : John Wiley and Sons.
- Nan XL, Zhang TA, dan Liu Y. (2010). "Comprehensive utilization and analysis of Chinese red mud (In Chinese)". *China Journal of Process Engineering*. 10, 264–270.
- Niez, K, Yang, P.D, dan Somorjai, G.A. (2005). "Sol-gel Synthesis of Ordered Mesoporous Alumina. *Chemical Communication*, 1986-1987.
- Nevin Y, dan Vahdettin S. (2000). "Utilization of bauxite waste in ceramic glazes. *Ceram. Int*. 26, 485–493
- Ojha, K., Pradhan, N.C., dan Samanta, A.N., (2004). "Zeolite from Fly Ash : Synthesis and Characterization". *Buillding Materials Science*, 27, 555-564

- Oliveira, A.A.S., Tristao, J.C., Ardisson, J.D., Dias, A., dan Lago, R.M. (2011). "Production of nanostructured magnetic composites based on Fe(0) nuclei coated with carbon nanofibers and nanotubes from red mud waste and ethanol". *Applied. Catalysis B Environmental*. 105, 163e170.
- Pan ZH. "Research on Solid Activator—Slag and Red Mud Cement". University of Nanjing Technology: Nanjing, China.
- Pera J, Boumaza R, dan Ambroise J. (1997). "Development of a Pozzolanic Pigment from Red Mud". *Cement and Concrete Research*. 27, 1513–1522.
- Perego, C. dan Villa, P. (1997), "Catalyst Preparation Methods", *Catalysis Today*, 34, 281-305.
- Planton, A. dan Thomson. W.J. (2003). "Quantitative Lewis/Brønsted Rasios using DRIFTS", *Industrial and Engineering Chemistry Research*, Vol. 42, hal 5988-5992.
- Pontikes Y, Nikolopoulos P, dan Angelopoulos GN. (2007). "Thermal Behavior of Clay Mixtures with Bauxite Residue for The Production of Heavy-Clay Ceramics". *Journal of the European Ceramic Society*. 27, 1645–1649.
- Pradhan J, Das SN, dan Thakur RS. (1999). "Adsorption of Hexavalent Chromium from Aqueous Solution by Using Active Red Mud". *Journal of Colloid and Interface Science*. 217, 137–141.
- Prasetyoko, D., Fanzuri, H., Ni'mah Y.L., dan Fadlan, A. (2016). "Karakterisasi Padatan Difraksi Sinar X, Spektroskopi SEM, Analisis Termal, Struktur Pori". *Edisi 1, cet. 1- Yogyakarta*
- Power, G., Grafe, M., dan Klauber C. (2011). "Bauxite residue issues: I. Current management, disposal and storage practices". *Hydrometallurgy 2011*, 108:33–45.
- Pulford, I.D., Hargreaves, J.S.J., Durisová, J., Kramulova, B., Girard, C., Balakrishnan, M., Batra, V.S., dan Rico J.L. (2015). "Carbonised Red Mud - A New Water Treatment Product Made from A Waste Material". *Journal of Environmental Management*. 100, 59-64
- Qi JZ. (2005). "Experimental Research on Road Materials of Red Mud". *University of Huazhong Science and Technology*. Wuhan, China.
- Qoniah, I., Prasetyoko, D., Bahruji, H., Triwahyono, S., Abdul Jalil, A., Suprpto., Hartati., dan Purbaningti, T. E. (2015). "Direct Synthesis of Mesoporous Aluminosilicates from Indonesian Kaolin Clay without Calcination". *Applied Clay Science*. 118, 290–294.

- Rai, S., Wasewar, K.L., Mukhopadhyay, J., Kyoo, Yoo C., dan Uslu H. (2012). "Neutralization and utilization of red mud for its better waste management" *ARCH. ENVIRON. SCI.* 2012;(6):13-33.
- Ramdhani, E.P. (2015). "Sintesis Alumina Mesopori dari *Red Mud*". Tesis Kimia-FMIPA, ITS, Surabaya.
- Roos, K., Liepold, A., Reschetilowski, W., Schmidt, R., Karlsson, A., dan Strecker, M. (2005). "Catalytic properties of mesoporous crystalline MCM-41 and related materials for hydrocarbon cracking". *Catalysis by Microporous Materials Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 94*
- Santona, L., Castaldi, P., dan Melis, P. (2006). "Evaluation of the interaction mechanisms between red muds and heavy metals". *J. Hazard. Mater.* B136, 324e329.
- Sahu, C.R., Patel, R., dan Ray, B.C. (2011). "Removal of Hydrogen Sulfide Using Red Mud at Ambient Conditions". *Fuel Processing Technology.* 92, 1587–1592
- Senff L, Hotza D dan Labrincha J.A. (2011). "Effect of Red Mud Addition on The Rheological Behaviour and on Hardened State Characteristics of Cement Mortars". *Construction and Building Materials.* 25, 163-170.
- Setyaningsih, S. (2015). "Pengaruh Waktu Kristalisasi Terhadap Pembentukan Zeolit A dari Pasir Vulkanik Gunung Kelud", Tugas Akhir, Kimia-FMIPA, ITS, Surabaya.
- Serrano, D.P., Escolac, J.M., dan Pizarro, P., (2012), "Synthesis Strategies in The Search for Hierarchical Zeolites", *Chemical Society Reviews*, 1-30.
- Sibilia, P., (1996), "Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2nd Edition", New York: John Willey-Vch.
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Manurung, P., Situmeang R., dan Low I.C. (2013). "Characteristics of Aluminosilicates Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Metal". *Ceramics International.*
- Singh M, Upadhyay SN, dan Prasad PM. (1996). "Preparation of Special Cements from Red Mud". *Waste Management.* 8, 665–670.
- Somiya, S. dan Roy, R., (2000), "Hydrothermal Synthesis of Fine Oxide Powders". *Bull Material Science.* 23, 453-460.
- Stucky, G.D, Yang, P. Zhao, D, Margolese, D.I, dan Chmelka, B.F. (1999). "Block Copolymer Templating Syntheses of Mesoporous Metal Oxides

- with Large Ordering Lengths and Semicrystalline Framework”. *Chemical Materials*. 11, 2813.
- Sudarno. (2008). “Pengaruh Komposisi NaOH pada Konversi Abu Layang Batubara Paiton menjadi Zeolit A”. Tugas Akhir Kimia-FMIPA ITS, Surabaya.
- Sushil, S dan Vidya S.Batra. (2012). ‘Modification of red Mud by Acid Treatment and Its Application for CO Remova”. *Journal of Hazardous Materials*. 203–204, 264– 273
- Sushil, S dan Vidya S.Batra. (2007). ”Catalytic Applications of Red Mud, an Aluminium Industry Waste : A review”. *Applied Catalysis B : Environmental*. 81, 64–77
- Sun, C., Zhanga, F., Wang, A., Li, S., dan Cheng, F. (2015). “ Direct Synthesis of Mesoporous Aluminosilicate Using Natural Clay from Low-Grade Potash Ores of A Salt Lake in Qinghai, China, and Its Use in Octadecylamine Adsorption”. *Applied Clay Science*.
- Sutar H, Mishra S.C., Sahoo S.K., Chakraverty A.P., dan Maharana H.S. (2014). “Progress of Red Mud Utilization: An Overview”. *Journal American Chemistry Society*. 4(3): 255-279.
- Tanaka, S., Okada, H., dan Miyakea, Y. (2008). “Mesoporous aluminosilicates assembled from dissolved LTA precursor”. *Zeolites and Related Materials: Trends, Targets and Challenges Proceedings of 4th International FEZA Conference*
- Tor A, Danaoglu N, dan Cengeloglu Y. (2009), “Removal of fluoride from water by using granular red mud: Batch and column studies”. *Journal of hazardous materials*. 164(1), 271-278.
- Vangelatos I, Angelopoulos GN, dan Boufounos D. (2009). “Utilization of ferroalumina as raw material in the production of Ordinary Portland Cement” *J. Hazard. Mater.* 2009;(168):473–478.
- Vaclavikova, M., Misaelides, P., Gallios, G., Jakabsky, S., dan Hredzak, S. (2005). “Removal of cadmium, zinc, copper and lead by red mud, an iron oxides containing hydro metallurgical waste. In: Gamble, A., Colella, C., Coluccia, S. (Eds.), *Oxide Based Materials: New Sources, Novel Phases, New Applications*”. *Studies in Surface Science and Catalysis*, vol. 155, pp. 517e525.
- Wahyuni, T. (2008). “Pengaruh Suhu Fusi Terhadap Pembentukan Zeolit A dari Abu Layang Batubara Paiton. Skripsi Kimia-FMIPA ITS, Surabaya.

- Wang, S., Ang, H.M., dan Tade, M.O. (2008). "Novel applications of red mud as a coagulant, adsorbent and catalyst" *Chemosphere* 72, 1621e1635
- Wang, W., Pranolo, Y., dan Cheng, C.Y. (2013). "Recovery of scandium from synthetic red mud leach solutions by solvent extraction with D2EHPA. Sep. Purif. Technol. 108, 96–102.
- West A.R., (1984), Solid state chemistry and its applications. John Wiley & Sons, New York.
- Xia, Y dan Mokaya, R. (2006). "Molecularly ordered layered aluminosilicate-surfactant mesophases and their conversion to hydrothermally stable mesoporous aluminosilicates". *Microporous and Mesoporous Materials* 94 (2006) 295–303.
- Xia, Y.N., Yang, P.D., Sun, Y.G., Wu, Y.Y., Mayers, B., dan Gates, B. (2003). "One-dimensional Nanostructures Synthesis, Characterization, and Applications". *Advance Materials*. 15, 353–390.
- Xing G, dan Jiao ZZ. (2003). "The Development of Non-Autoclaved Brick Made of Red Mud and Fly Ash". *Rare Metals Cemented Carbides*. 6,154–163.
- Xu, L., Liu, Z., Li, Z., Liu, J., Ma, Y., Guan, J., dan Kan, Q. (2011). "Non-crystalline Mesoporous Aluminosilicates Catalysts: Synthesis, Characterization and Catalytic Applications". *Journal of Non-Crystalline Solids*. 357, 1335–1341
- Yang AP. (1996). "The Development of Brick Made of Red Mud and Fly Ash. *Light Metals*. 12, 17–18.
- Yang LG, Yao ZL, dan Bao DS. (1996). "Pumped and cemented red mud slurry filling mining method (In Chinese)". *Mining Res. Develop*. 16, 18–22.
- Yang JK, Zhang DD, Xiao B, dan Wang XP. (2009). "Study on glass-ceramics mostly made from red mud and fly ash (In Chinese)". *Glass Enamel*. 32, 9–11.
- Yaping, Y., Xiaoqiang, Z., Weilan, Q., dan Mingwen, W. (2007). "Synthesis of Pure Zeolit from Supersaturated Silicon and Alumunium Alkali Extract from Fused Coal Fly Ash". *Fuel*. 87, 1880-1886.
- Zapata, O.M., Vivar, J.M., P. Bosch., dan Lara, V.H. (2011). "Synthesis and Characterization of Amorphous Aluminosilicates Prepared by Sol–Gel to Encapsulate Organic Dyes". *Journal of Non-Crystalline Solids*. 357, 3480–3485
- Zhang, P.X., dan Yan, J.Q. (2000) "Making glass-ceramics using red mud as raw materials". *Nonferrous Met*. 52 (2000) 77–79

- Zhang R, Zheng S, Ma S, dan Zhang Yi. (2011). "Recovery of Alumina and Alkali in Bayer Red Mud by The Formation of Andradite-Grossular Hydrogarnet in Hydrothermal Process". *Journal of Hazardous Materials*, 189, 827-835.
- Zhao, D., Nie, C., Zhou, Y., Xia, S., Huang, L., dan Li, Q. (2001). "Comparison of disordered mesoporous aluminosilicates with highly ordered Al-MCM-41 on stability, acidity and catalytic activity". *Catalysis Today* 68 (2001) 11–20
- Zhong L, dan Zhang YF. (2008). "Sub Molten Salt Method Recycling Red Mud". *China Journal Nonferrous Metallurgy*. 18, 70–73.
- Zhong L, Zhang Y, dan Zhang Yi. (2009). "Extraction of Alumina and Sodium Oxide from Red Mud by a Mild Hydro-Chemical Process". *Journal of Hazardous Materials*, 172, 1629–1634.
- Zhou, C., Sun, T., Gao, Q., Alshameri, A., Zhu, P., Wang, H., Qiu, X., Ma, Y., dan Yan, C. (2013). "Synthesis and Characterization of Ordered Mesoporous Aluminosilicate Molecular Sieve from Natural Halloysite". *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*.

BIODATA PENULIS



Fitri Wulandari, dilahirkan di Biak, Papua pada tanggal 21 November 1991. Penulis merupakan anak ke-8 dari sepuluh bersaudara, pasangan ibu Fitri Fajarwati dan bapak H. Dahlis Alim. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu di SD INPRES SORIDO Biak, SMPN 3 Biak Kota, SMAN 1 Biak Kota, dan SMAN 1 Fak-Fak. Penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Cenderawasih pada tahun 2009 melalui program SLSB (Seleksi Langsung Siswa Berprestasi). Penulis menyelesaikan program Sarjana dengan Tugas Akhir yang berjudul, “Studi *Cracking* Plastik Jenis Polistirena Menjadi Bahan Bakar Cair Sejenis Bensin dengan Katalis Tanah Lempung Alam Asal Koya”. Penulis diterima di Program Pascasarjana Jurusan Kimia, FMIPA-ITS dengan beasiswa dari DIKTI melalui Program Pra-S2 3T dan BPPDN terdaftar dengan NRP 1414201039. Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Kimia Material dan Energi Kimia, ITS dan berhasil menyelesaikan tesis ini. Selain kegiatan kuliah, penulis mengikuti kegiatan seminar internasional sebagai presenter pada “*The 2nd International Conference on Materials and Metallurgical Technology 2015*” dengan judul “*Leaching of Alumina from Red Mud of Bintan to Synthesis Mesoporous Alumina*” di Surabaya dan “*2nd International Seminar On Chemistry 2016*” dengan judul “*Synthesis and Characterization of Amorphous Aluminosilicates from Bintan’s Red Mud as Alumina Source*” di Surabaya. Penulis dapat dihubungi melalui email futriwulandari21@yahoo.com dan mobile [+6285244785017](tel:+6285244785017)