



Sintesis Senyawa Mg/Al-NO₃ Hidrotalsit dengan Metode Kopresipitasi

Angelie Putri Taurina, Bilqis Firyal Iftikhar*, Muhammad Syaifudin Rizky Sumarsono

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Negeri Malang, 65146, Indonesia

*Corresponding author, email: bilqis.firyal.2103326@students.um.ac.id

Paper received: 3-6-2023; accepted: 15-6-2023; published: 30-6-2023

Abstract

Dalam penelitian ini, sintesis senyawa Mg/Al-NO₃ hidrotalsit menggunakan metode kopresipitasi. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui cara sintesis senyawa Mg/Al-NO₃ hidrotalsit dan karakterisasi dengan menggunakan XRD serbuk. Proses sintesis dimulai dengan mencampur magnesium nitrat heksahidrat dan aluminium nitrat nonahidrat dengan rasio molar 5:1, yang kemudian diikuti dengan penambahan kalium hidroksida 17% hingga mencapai pH tepat 10. Hasil sintesis yang diperoleh berupa kristal berwarna putih dengan rendemen sebesar 9,17%. Karakterisasi menggunakan XRD serbuk menunjukkan terbentuk senyawa hidroksida berlapis ganda (LDHs) iowaite dengan rumus molekul Cl_{0,25}Fe_{0,25}H₁₄Mg_{0,75}O_{2,5} yang menunjukkan kadar Cl, Fe, H, Mg, dan O secara berturut-turut sebesar 9,3%; 14,7%; 14,8%; 19,2% dan 42%. Analisis refinement data XRD diperoleh Rwp sebesar 18,5% menunjukkan senyawa yang terbentuk mempunyai kemiripan struktur dengan senyawa Mg/Al-NO₃ hidrotalsit dengan puncak difraksi tertinggi iowaite berada pada sudut 2θ = 11,04°. Dengan demikian, sintesis senyawa Mg/Al-NO₃ tidak berhasil dilakukan.

Keywords: Mg/Al-NO₃ hidrotalsit ; kopresipitasi; sintesis

Abstrak

In this research, the Mg/Al-NO₃ hydrotalcite compound was synthesized using the coprecipitation method. The aim of this research is to find out how to synthesize the Mg/Al-NO₃ hydrotalcite compound and characterize it using powder XRD. The synthesis process begins by mixing magnesium nitrate hexahydrate and aluminum nitrate nonahydrate with a molar ratio of 5:1, which is then followed by adding 17% potassium hydroxide until it reaches a pH of exactly 10. The synthesis result obtained is white crystals with a yield of 9.17%. Characterization using powder XRD showed that a layered double hydroxide compound (LDHs) was formed in iowaite with the molecular formula Cl_{0,25}Fe_{0,25}H₁₄Mg_{0,75}O_{2,5} which showed levels of Cl, Fe, H, Mg, and O respectively of 9.3%; 14.7%; 14.8%; 19.2% and 42%. XRD data refinement analysis obtained an Rwp of 18.5%, showing that the compound formed has structural similarities to the Mg/Al-NO₃ hydrotalcite compound with the highest diffraction peak of iowaite at 2θ = 11.04°. Thus, the synthesis of the Mg/Al-NO₃ compound was not successful.

Kata kunci: Mg/Al-NO₃ hydrotalcite ; coprecipitation ; synthesis

1. Introduction

Hydrotalcite merupakan senyawa *layered double hydroxides* (LDHs) yang tergolong ke dalam kelompok lempung anionik, struktur yang dimiliki *hydrotalcite* berupa lembaran kation logam yang dikelilingi oleh enam hidroksida $M(OH)_6$, dengan rumus umum yang dimiliki $[M_{1-x}^{II}M_x^{III}(OH)_2]^{x+} [A_x^{m-}nH_2O]^{x-}$, dengan M^{II} adalah kation logam monovalen maupun divalen seperti Mg^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , dan Cu^{2+} . Sedangkan, M^{III} merupakan kation logam trivalen seperti Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{3+} , dan Co^{3+} . A^{m-} merupakan anion (anorganik maupun organik) seperti Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , polioksometalat, dan silikat yang terletak di dalam bidang antar lapis. X sendiri menunjukkan perbandingan $M^{III}/(M^{II} + M^{III})$ (Roto et al., 2009). *Layered double hydroxides* (LDHs) menunjukkan tumpukan lapisan-lapisan dengan struktur *brucite*, bermuatan positif akibat dari substitusi parsial dari kation divalen dan kation trivalen. Spesies anionik ditempatkan di dalam daerah interlamellar untuk keseimbangan muatan dan molekul air yang menempati daerah *interlayer* yang kosong (Chang et al., 2011). Hidrotalsit atau hidroksida berlapis ganda memiliki struktur mirip lapisan *brucite* ($Mg(OH)_2$). Kation logam divalen berada di pusat oksigen oktahedral yang selanjutnya membentuk lapisan dua dimensi dengan cara penggunaan bersama sudut oktahedral. Penggantian sebagian kation logam divalen dan logam trivalen mengakibatkan terbentuknya muatan positif pada lapisan hidrotalsit. Muatan positif ini diseimbangkan oleh keberadaan anion organik maupun anorganik pada daerah *interlayer*.

Daerah *interlayer* yang masih kosong dan tidak terisi anion (Rahman, 2013). Pergantian ion Al^{3+} menjadi ion Mg^{2+} pada hidrotalsit menyebabkan terjadinya kemiripan lapisan seperti *brucite* yang bermuatan positif karena ion Al^{3+} merupakan kation dengan muatan lebih besar. Penggantian ion Al^{3+} menjadi ion Mg^{2+} terjadi karena kedua ion ini memiliki jari-jari yang tidak jauh berbeda (jari-jari $Al^{3+} = 0,510 \text{ \AA}$; jari-jari $Mg^{2+} = 0,660 \text{ \AA}$). Sintesis hidrotalsit memiliki salah satu aturan yaitu kation logam yang digunakan harus memiliki jari-jari tidak jauh berbeda dari kation logam Mg^{2+} (Cavani et al., 1991).

Hidrotalsit menjadi salah satu mineral yang prospektif, menarik serta menjanjikan, karena memiliki banyak kegunaan dalam berbagai aplikasi (Tong et al., 2003). Pengaplikasian material hidrotalsit banyak digunakan sebagai katalis, padatan pendukung katalis, penukar ion, penstabil dan adsorben (Kloprogge et al., 2002). Material ini juga memiliki banyak kelebihan, diantaranya mudah dipreparasi dan murah, memiliki luas permukaan besar, mudah dipisahkan dari produk hasil reaksi, memungkinkan untuk diregenerasi dan meminimalkan limbah hasil reaksi (Cavani et al., 1991). Seiring dengan perkembangan teknologi, hidrotalsit menjadi salah satu material yang penggunaannya banyak dimanfaatkan dalam pengolahan air limbah karena dapat mengikat kontaminan anionik dari air, sebagai adsorben logam berat seperti $Pb(II)$ (Setshedi et al., 2012), $Se(IV)$ (Yang et al., 2005), dan $Cr(VI)$ (Kurniawati et al., 2013). Akan tetapi, material ini kurang efektif dalam mengikat senyawa organik yang bersifat hidrofobik (Hernández et al., 2007).

Salah satu sifat hidrotalsit adalah amfoter, sebagai katalis hidrotalsit bersifat asam atau basa tergantung dari logam penyusunnya dan cara preparasi. Hidrotalsit digunakan sebagai penyangga dengan logam transisi maupun logam alkali. Kandungan Mg dan Al pada hidrotalsit berpengaruh pada densitas dan kekuatan sisi basanya. Variasi kandungan Al (x) diketahui untuk memodifikasi sifat kebasahan (basicity) dari material tersebut, dengan struktur hidrotalsit murni yang stabil dilaporkan membentuk komposisi berkisar $0,25 < x < 0,44$. Di luar

batasan tersebut, densitas yang tinggi dari Mg^{2+} atau Al^{3+} oktahedral akan menyebabkan pembentukan $Mg(OH)_2$ dan $Al(OH)_3$ secara berturut – turut (Cantrell et al., 2005).

Tipe kerapatan dan kekuatan sisi permukaan basa dipengaruhi oleh komposisi penyusun Mg-Al. Struktur dan sifat permukaan sangat bergantung pada komposisi kimia, prosedur pembuatannya dan suhu kalsinasi. Sifat basa dari Mg-Al hidrotalsit adalah sifat basa yang sedang (medium) sehingga diperlukan inti aktif lain untuk meningkatkan aktivitas dari hidrotalsit, yaitu dengan cara impregnasi (proses penjenuhan zat secara total) dengan logam alkali. Logam alkali (K dan Na) dalam sistem periodik mempunyai kekuatan basa yang paling besar dari logam golongan lain (Julianti, 2016).

Metode sintesis Mg/Al hidrotalsit sangat menentukan sifat kristalinitas material yang dihasilkan. Beberapa metode yang dapat dilakukan untuk mensintesis hidrotalsit antara lain hidrotermal, elektrokimia, rekonstruksi struktural, dan kopresipitasi atau pengendapan (Hickey et al., 2000). Salah satu metode yang paling banyak digunakan adalah kopresipitasi (Hafiz et al., 2012). Kelebihan dari metode kopresipitasi yaitu dapat dilakukan pada temperatur kamar, peralatan sederhana, relatif murah, dan memberikan rendemen yang memadai (Ermawati & Ratnawati, 2011).

Metode kopresipitasi adalah metode yang digunakan untuk mengendapkan dua atau lebih kation, dan perlu dilakukan presipitasi dalam kondisi lewat jenuh. Biasanya kondisi lewat jenuh dicapai dengan penguapan (secara fisik) atau variasi pH (secara kimia). Dalam kasus pengendapan hidrotalsit, variasi pH merupakan metode yang paling sering digunakan. Secara khusus, perlu untuk mengendapkan pada pH yang lebih tinggi atau sama dengan komponen yang mana merupakan endapan yang lebih larut. pH dikontrol dengan penambahan secara perlahan dua aliran larutan dalam suatu wadah; aliran pertama mengandung ion – ion M^{2+} dan M^{3+} , dan aliran kedua merupakan larutan basa (KOH, NaOH, $NaHCO_3$) (Julianti, 2016). Berdasarkan hal tersebut, tujuan dilakukannya praktikum adalah untuk mensintesis Mg/Al Hidrotalsit menggunakan KOH sebagai agen pengendap dan selanjutnya dilakukan karakterisasi material menggunakan *powder X-Ray Diffraction*.

2. Method

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi *beaker glass* 250 mL, indikator universal, neraca analitik, oven (Memmert), *magnetic stirrer* (IKA C-MAG HS7), corong *Buchner*, labu penyaring, *vacuum pump*, desikator, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, corong kaca, gelas arloji, labu takar 25 mL, botol semprot, cawan penguapan, mortar, pestle dan kertas saring ukuran 20–25 mm. Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi larutan 0,5 M $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, larutan 0,1 M $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, larutan KOH 17%, dan aquades. Senyawa kompleks hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD serbuk (Rigaku Miniflex 600, Cu $K\alpha$ dengan detektor D/teX ultra1-D yang diperasikan pada 40 kV dan 15 mA)

Pembuatan Larutan 0,5 M $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$

Pembuatan larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 0,5 M dilakukan sebagai salah satu langkah awal dalam pembuatan senyawa Mg/Al hidrotalsit. Tahap awal pembuatan larutan adalah ditimbang padatan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ sebanyak 3,2 gram. Setelah itu, dipindahkan ke dalam labu

ukur 25 mL. Kemudian dilarutkan dengan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya ditutup mulut labu dan dikocok hingga homogen atau semua padatan larut.

Pembuatan Larutan 0,1 M $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

Pada tahap ini dilakukan pembuatan larutan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0,1 M sebagai salah satu bahan dasar pembuatan senyawa Mg/Al hidrotalsit. Tahap awal pembuatan larutan adalah ditimbang padatan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sebanyak 0,94 gram. Lalu dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya dilarutkan dengan aquades hingga tanda batas. Kemudian ditutup mulut labu dan dikocok hingga homogen atau semua padatan larut.

Pembuatan Larutan KOH 17%

Tahap awal pembuatan larutan KOH 17% adalah dengan ditimbang sebanyak 8,5 gram padatan KOH. Kemudian dilarutkan dalam 50 mL aquades. Selanjutnya diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer*.

Sintesis Mg/Al Hidrotalsit

Proses sintesis Mg/Al hidrotalsit diawali dengan dicampurkan masing-masing sebanyak 25 mL larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 0,5 M dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0,1 M yang telah dibuat dengan rasio molar 5 : 1. Selanjutnya diaduk campuran menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian ditambahkan KOH 17% secara perlahan hingga mencapai pH tepat 10 (tetap dalam pengadukan). Lalu diamati larutan hingga terbentuk endapan. Selanjutnya disaring endapan yang terbentuk dengan menggunakan pompa vakum. Setelah itu dicuci endapan sebanyak 3 kali dengan menggunakan aquades. Lalu dikeringkan endapan menggunakan oven yang diatur pada suhu 120 °C selama 3 jam. Kemudian ditimbang endapan yang diperoleh. Selanjutnya dihaluskan padatan yang diperoleh dengan mortar dan *pestle*.

3. Results and Discussion

Sintesis Mg/Al Hidrotalsit dilakukan melalui metode kopresipitasi dengan rasio molar Mg : Al = 5 : 1 menggunakan agen pengendap larutan KOH 17%. Kopresipitasi memiliki kelebihan yaitu dapat dilakukan pada temperatur kamar, peralatan sederhana, relatif murah dan memberikan rendemen yang memadai. Pemilihan pH larutan didasarkan pada metode yang digunakan, pada metode kopresipitasi pengendapan partikel Mg/Al- NO_3 terjadi pada suhu kamar dengan rentang pH 10-11.

Proses sintesis diawali dengan mencampurkan masing-masing sebanyak 25 mL larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 0,5 M dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0,1 M dengan rasio molar 5 : 1. Pada pencampuran kation logam divalen dan trivalen, jumlah kation logam divalen dibuat lebih besar daripada kation logam trivalennya. Selanjutnya diaduk campuran dengan menggunakan *magnetic stirrer* untuk memastikan distribusi homogen dari ion Mg^{2+} dan Al^{3+} dalam larutan. Lalu dilakukan pengukuran pH awal dan diperoleh nilai sebesar 3. Kemudian ditambahkan KOH 17% secara perlahan hingga mencapai pH tepat 10 namun tetap dalam pengadukan, sehingga digunakan alat berupa buret untuk mempermudah penambahan KOH secara berkala. Penambahan KOH pada larutan dilakukan untuk menjaga agar pH stabil pada angka 10-11 serta menghasilkan sintesis dengan kemurnian yang tinggi. Menurut Setyarini (2010), apabila pH larutan lebih dari 10, maka ion Al^{3+} akan terlarut dan tidak membentuk endapan, sedangkan apabila pH larutan dibawah 10, maka menyebabkan terjadi pengendapan senyawa-senyawa selain Mg/Al.

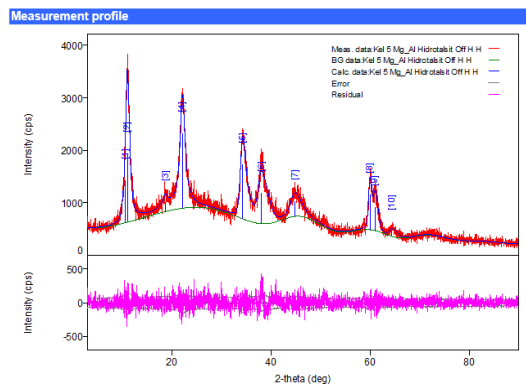
Pembentukan senyawa kompleks ditandai dengan terbentuknya endapan putih. Endapan putih terbentuk pada pH 10-11. Setelah disaring dengan pompa vakum, dihasilkan filtrat sedikit keruh dan endapan berwarna putih. Filtrat yang sedikit keruh kemungkinan disebabkan kertas saring yang digunakan memiliki *pore size* sebesar 20–25 μm sehingga partikel-partikel yang sangat kecil atau koloid masih melewati kertas saring dengan pori sebesar 20–25 μm tersebut. Selanjutnya dicuci endapan sebanyak 3 kali dengan menggunakan aquades. Pencucian menggunakan aquades bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor pada endapan. Lalu dikeringkan endapan dengan menggunakan oven yang diatur pada suhu 120 °C selama 3 jam. Tujuan dilakukan pengeringan adalah untuk menghilangkan kelebihan air pada endapan hasil penyaringan.

Padatan hasil sintesis senyawa kompleks yang diperoleh ditimbang dan diperoleh berat padatan sebesar 1,16 gram dan rendemen sebesar 9,17%.



Gambar 1. Padatan Hasil Sintesis

Sintesis Mg-Al hidrotalsit tidak berhasil dilakukan. Sebagai gantinya, senyawa yang terbentuk adalah iowaite dengan rumus molekul $\text{Cl}_{0,25}\text{Fe}_{0,25}\text{H}_{14}\text{Mg}_{0,75}\text{O}_{2,5}$. Difraktogram senyawa hasil sintesis disajikan dalam Gambar 2. Hasil pengukuran dibandingkan dengan referensi Allmann, R., & Donnay, J. D. H. (1969). About the structure of Iowaite. *The American Mineralogist*, 54, 296–299. Puncak hasil sintesis percobaan memiliki hasil yang hampir mirip yang mengonfirmasi bahwa partikel yang terbentuk adalah benar iowaite. Iowaite dan hidrotalsit Mg/Al memiliki struktur kristal yang relatif serupa. Kedua mineral tersebut merupakan hidroksida lapisan ganda (LDHs) yang terbentuk oleh lapisan oksida logam yang tersusun secara periodik. Untuk perbandingan nilai 2θ dan d -spacing ditunjukkan pada tabel 1 dan tabel 2.



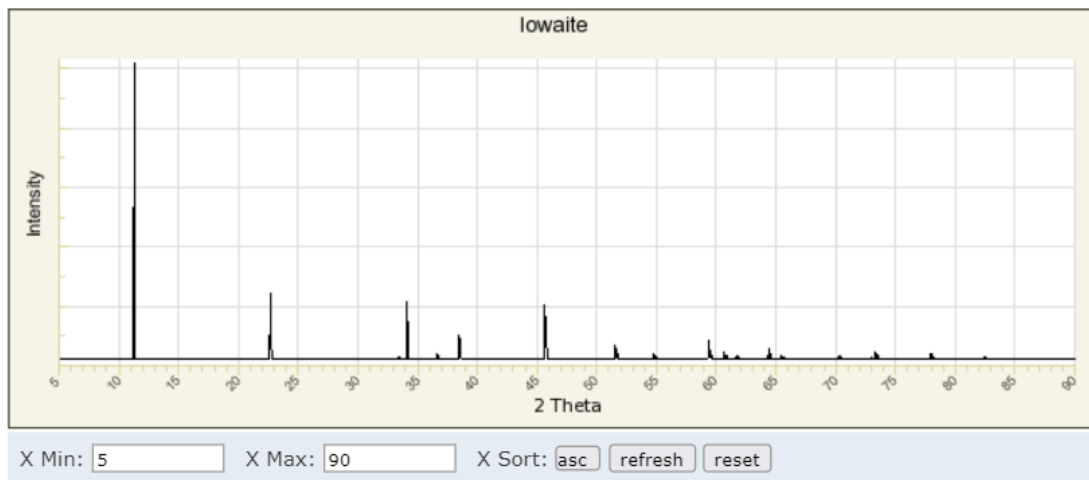
Gambar 2. Difraktogram Senyawa Hasil Sintesis

Tabel 1. Perbandingan 2θ Hasil Sintesis dan Referensi (Sumber: Agustina, Y. 2018)

2θ ICDD Mg/Al Hydrotalcite	2θ Hasil sintesis Cl _{0,25} Fe _{0,25} H ₁₄ Mg _{0,75} O _{2,5} .	2θ Iowaite (Referensi)
11,649	11,04	11,29
23,420	22,10	22,69
34,880	34,30	34,15
35,440	38,068	38,52
39,440	44,78	45,69
60,766	59,99	59,43

Tabel 2. Perbandingan d-spacing Hasil Sintesis dan Referensi (Sumber: Agustina, Y. 2018)

d-spacing Mg/Al Hydrotalcite	d-spacing Hasil Sintesis	d-spacing Iowaite (Referensi)
8,55	8,011	7,8367
3,79	4,018	3,9183
2,56	2,613	2,6256
2,53	2,3619	2,3372
2,28	2,022	1,9857
1,52	1,5409	1,5552

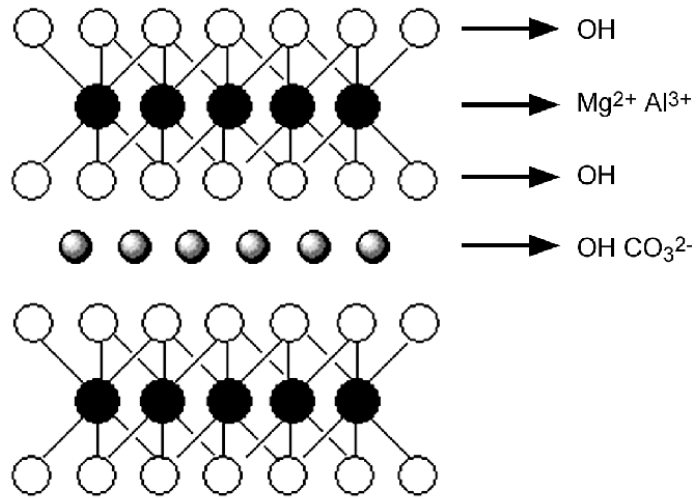


Gambar 3. Spektra XRD Iowaite Hasil Referensi

(Sumber: American Mineralogist Crystal Structure Database)

Di alam, terdapat kelompok mineral berdasarkan struktur *brucite* dimana kation divalen (Mg²⁺) digantikan oleh kation trivalen (Al³⁺, Fe³⁺, atau Cr³⁺) menghasilkan muatan positif pada permukaan mirip *brucite* tersebut. Muatan positif ini seimbang dengan anion yang terdapat di dalam lapisan *brucite*. Hidrotalsit merupakan jenis mineral yang terdiri dari lapisan ganda hidroksida (LDHs) dan secara mendasar merupakan tanah liat anionik. Ketika LDH disintesis, anion yang sesuai ditempatkan di antara lapisan. Substitusi ini menciptakan muatan positif pada lapisan hidroksida yang dikompensasi oleh anion atau kompleks anion di antara lapisan

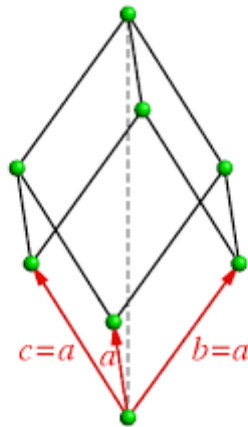
tersebut. Hidrotalsit dianggap sebagai kation raksasa yang seimbang dengan anion di antara lapisan. Untuk iowaite, kation divalen adalah Mg dan kation trivalen adalah Fe^{3+}



Gambar 4. Struktur Hidrotalsit

(Sumber : (Zhuo et al., 2011))

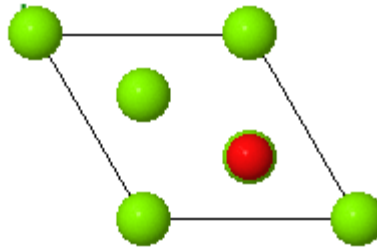
Sistem kristal dari iowaite hasil sintesis adalah trigonal (hexagonal axes). Nilai parameter kisi dari iowaite adalah $a = 3,11830 \text{ \AA}$; $c = 24,1130 \text{ \AA}$. Sesuai referensi American Mineralogist Crystal Structure Database, iowaite memiliki nilai $a = 3.119 \text{ \AA}$; $c = 24.520 \text{ \AA}$. Parameter kisi hasil sintesis dengan iowaite hasil referensi memiliki hasil yang hampir mirip yang mengonfirmasi bahwa partikel yang terbentuk adalah benar iowaite.



Gambar 5. Sistem Kristal Iowaite

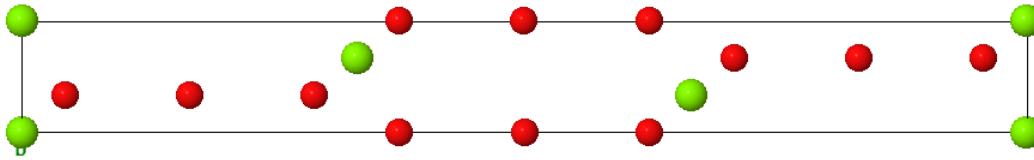
(Sumber: <https://www.mindat.org/min-2038.html>)

Space group dari iowaite adalah $R\bar{3}m$. Trigonal memiliki viewing direction c a $[210]$. Artinya iowaite mengkristal dalam bentuk rombohedral. Pada sumbu c terdapat rotoinversion axis $\bar{3}$. Pada gambar ditunjukkan bahwa atom yang berwarna hijau mengalami rotasi sebesar 120° kemudian diinversikan sehingga menghasilkan atom berwarna merah.



Gambar 6 . Viewing Direction Iowaite pada Sumbu C (Rotoinversion 3)

(Sumber: <https://www.mindat.org/min-2038.html>)



Gambar 7. Viewing Direction Iowaite pada Sumbu A (Mirror)

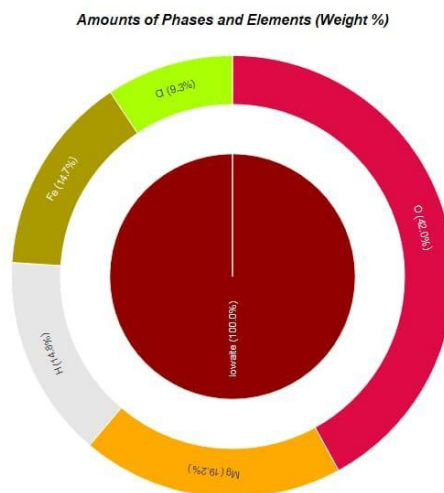
(Sumber: <https://www.mindat.org/min-2038.html>)

Hasil sintesis tidak sesuai harapan, dimana hipotesis awal terbentuk Mg/Al Hidrotalsit melalui metode kopresipitasi dengan pencampuran $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ namun hasil karakterisasi menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah iowaite. Iowaite merupakan mineral LDHs yang terdiri dari magnesium (Mg), besi (Fe), dan ion klorida (Cl^-), seringkali disertai oleh molekul air (H_2O) dalam strukturnya yang ditunjukkan pada gambar 8. Bahan yang digunakan yaitu $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ tertera kandungan Fe dan Cl pada komposisinya sehingga kemungkinan Fe dan Cl didapat dari reaktan yang digunakan yang ditunjukkan pada tabel 3.

Tabel 3. Komposisi $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ Yang Digunakan

Specifications	
Assay (complexometric)	$\geq 98,5\%$
pH value (5%; water)	2,0–4,0
Chloride (Cl)	$\leq 0,001\%$
Sulfate (SO_4)	$\leq 0,005\%$
Heavy metals (as Pb)	$\leq 0,001\%$
Fe (iron)	$\leq 0,002\%$
K (potassium)	$\leq 0,002\%$

Na (sodium)	≤ 0,005%
NH ₄ (ammonium)	≤ 0,02%



Gambar 8. Komposisi Iowaite Hasil Sintesis

(Sumber: Match! Phase Analysis Report)

Selain itu, ketidakberhasilan sintesis Mg/Al-NO₃ juga disebabkan karena adanya kontaminan dari luar. Kontaminan tersebut disebabkan oleh penyimpanan hasil sintesis yang kurang baik sehingga berpengaruh terhadap hasil sintesis.

4. Conclusion

Hidrotalsit merupakan senyawa *layered double hydroxides* (LDHs) yang tergolong ke dalam kelompok lempung anionik dengan struktur berupa lembaran kation logam yang dikelilingi oleh enam hidroksida M(OH)₆. Mg/Al hidrotalsit merupakan salah satu senyawa hidrotalsit yang disintesis dengan metode kopresipitasi. Hasil yang diperoleh berupa 1,16 gram padatan berwarna putih. Hasil karakterisasi menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* menunjukkan bahwa Mg/Al Hidrotalsit tidak berhasil disintesis melainkan terbentuk senyawa LDHs lain yaitu Iowaite dengan rumus molekul Cl_{0,25}Fe_{0,25}H₁₄Mg_{0,75}O_{2,5}

Acknowledgment




Terima kasih kepada Husni Wahyu Wijaya, Ph.D dan Danar, M.Sc selaku dosen pengampu perkuliahan Praktikum Sintesis Anorganik (Genap 2023/2024) Universitas Negeri Malang. Terima kasih juga penulis sampaikan kepada Dr. Yessi Permana dan Siti Hartinah Qurbayni (Yessi Lab, Kimia, ITB) yang memfasilitasi karakterisasi sampel hasil sintesis.




References


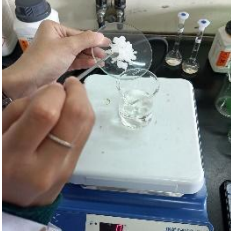

- Allmann, R., & Donnay, J. D. H. (1969). About the structure of Iowaite. *The American Mineralogist*, 54, 296–299.
- Cavani, F., Trifirò, F., & Vaccari, A. (1991). Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications. *Catalysis Today*, 11(2), 173–301. [https://doi.org/10.1016/0920-5861\(91\)80068-K](https://doi.org/10.1016/0920-5861(91)80068-K)


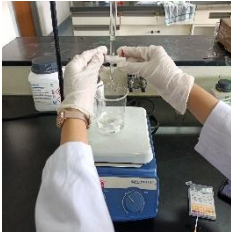
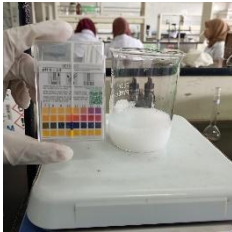
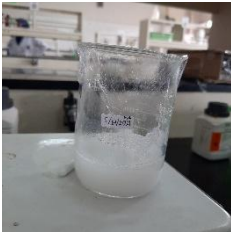
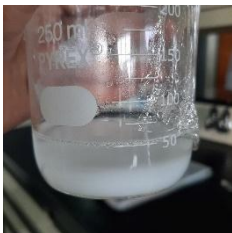

- Chang, Q., Zhu, L., Luo, Z., Lei, M., Zhang, S., & Tang, H. (2011). Sono-assisted preparation of magnetic magnesium-aluminum layered double hydroxides and their application for removing fluoride. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(2), 553–561. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2010.10.001>
- Ermawati, R., & Ratnawati, E. (2011). Sintesis Nanopartikel Magnetit Dengan Metode Dekomposisi Termal. *Jurnal Kimia Dan Kemasan*, 33(1), 96–101. <https://doi.org/10.24817/jkk.v33i1.1834>
- Hafiz, A., Malek, A., & Yasin, Y. (2012). Use of Layered Double Hydroxides to Remove Sunset Yellow FCF Dye from Aqueous Solution. *Chemical Science Transactions*, 1(1), 194–200. <https://doi.org/10.7598/cst2012.120>
- Hickey, L., Klopogge, J. T., & Frost, R. L. (2000). The effects of various hydrothermal treatments on magnesium-aluminum hydrotalcites. *Journal of Materials Science*, 35(17), 4347–4355. <https://doi.org/10.1023/A:1004800822319>
- Julianti, N. K. (2016). *Tranesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis K/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi dan Na/Mg-Al Hidrotalsit Terkalsinasi*.
- Klopogge, J. T., Wharton, D., Hickey, L., & Frost, R. L. (2002). Infrared and Raman study of interlayer anions CO₃²⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻ and ClO₄⁻ in Mg/Al-hydrotalcite. *American Mineralogist*, 87(5–6), 623–629. <https://doi.org/10.2138/am-2002-5-604>
- Kurniawati, P., Wiyantoko, B., Kurniawan, A., & Purbaningtyas, T. E. (2013). Kinetic study of Cr(VI) Adsorption on Hydrotalcite Mg/Al with Molar Ratio 2:1. *Eksakta*, 13(1–2), 11–21. <https://doi.org/10.20885/eksakta.vol13.iss1-2.art2>
- Rahman, A. (2013). Structure characterization and application of Ni hydrotalcite as environmentally friendly catalysts for reductive amination of benzaldehyde. *International Journal of Engineering Sciences & Emerging Technologies*, 4(2), 75–82.
- Roto, Tahir, I., & Sholikhah, U. N. (2009). Aplikasi pengolahan polutan anion khrom(VI) dengan menggunakan agen penukar ion hydrotalcite Zn-Al-SO₄. *J. MANUSIA DAN LINGKUNGAN*, 16(I), 42–53. <https://doi.org/https://doi.org/10.22146/jml.18691>
- Setshedi, K., Ren, J., Aoyi, O., & Onyango, M. S. (2012). Removal of Pb(II) from aqueous solution using hydrotalcite-like nanostructured material. *International Journal of the Physical Sciences*, 7(1), 63–72. <https://doi.org/10.5897/IJPS11.1331>
- Tong, Z., Shichi, T., & Takagi, K. (2003). Oxidation catalysis of a manganese(III)porphyrin intercalated in layered double hydroxide clays. *Materials Letters*, 57(15), 2258–2261. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)01206-5](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)01206-5)
- Yang, L., Shahrivari, Z., Liu, P. K. T., Sahimi, M., & Tsotsis, T. T. (2005). Removal of trace levels of arsenic and selenium from aqueous solutions by calcined and uncalcined layered double hydroxides (LDH). *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 44(17), 6804–6815. <https://doi.org/10.1021/ie049060u>

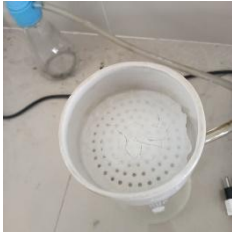





Lampiran

Dokumentasi	Keterangan	Dokumentasi	Keterangan
Pembuatan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$			
	1. Ditimbang padatan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Massa = 3,208 gram		2. Dilarutkan padatan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dalam aquades
	3. Hasil larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ yang telah dibuat		

Pembuatan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$			
	1. Ditimbang padatan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ Massa = 0,944 gram		2. Dilarutkan padatan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dalam aquades
	3. Hasil larutan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ yang telah dibuat		

Pembuatan KOH 17%			
	<p>1. Ditimbang padatan KOH massa = 8,520 gram</p>		<p>2. Dilarutkan padatan KOH dalam aquades</p>
	<p>3. Diaduk hingga homogen menggunakan <i>magnetic stirrer</i></p>		

Sintesis Mg/Al Hidrotalsit			
	<p>1. Dilakukan pencampuran antara larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dengan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$</p>		<p>2. Dihomogenkan dan dilakukan pengaturan pH (10-11)</p>
	<p>3. Hasil larutan Mg/Al setelah diatur pH diantara 10-11</p>		<p>4. Hasil larutan Mg/Al</p>
	<p>5. Endapan Mg/Al yang terbentuk selama proses kopresipitasi</p>		<p>6. Massa kertas saring yang akan digunakan untuk penyaringan kristal Mg/Al Massa = 0,329 gram</p>

	<p>7. Penyaringan menggunakan pompa vakum</p>		<p>8. Hasil endapan setelah penyaringan dan pencucian menggunakan aquades</p>
	<p>9. Dikeringkan menggunakan oven Suhu = 120°C</p>		<p>10. Ditimbang massa hasil sintesis Mg/Al Hidrotalsit + kertas saring Massa = 1,489 gram</p>
	<p>11. Hasil sintesis Mg/Al Hidrotalsit</p>		<p>12. Serbuk Mg/Al Hidrotalsit setelah dihaluskan menggunakan mortar dan pestle</p>