

# INTERKALASI XILENOL ORANGE PADA ZEOLIT ALAM LAMPUNG SEBAGAI ELEKTRODA ZEOLIT TERMODIFIKASI

Fitriyah

*Jurusan Teknik Lingkungan Universitas Banten Jaya, Jl.Ciwaru II No.73 Serang-Banten, Indonesia*

Email : pipitoke85@gmail.com

**Abstract:** Zeolite is divided into natural zeolites and zeolite synthesis, which is the adsorption capacity of natural zeolite is lower than zeolite synthesis. Therefore to enhance the capacity of adsorption, the character of natural zeolite surfaces need to be modified with surface modification process through a variety of methods, one of the methods is intercalation. The purpose of this research is to intercalate the colour of xilanol orange dye into natural zeolite to be applied as zeolite modified electrode. This intercalation process is expected to improve the usefulness and added value of the zeolite. The data showed that xilanol orange can be intercalated into a zeolite. It can be seen from the spectrum FTIR which had adsorption at waves number  $1383\text{ cm}^{-1}$ , it exhibits adsorption of S=O symmetric and asymmetrical in a  $-\text{SO}_3\text{H}$  group it's suspected XO have a  $\text{SO}_3$  group that cause an attack at proton zeolite. Based on this research can be abstracted that XO can be intercalated on Lampung natural zeolite and can be used as metal electrode.

**Keywords :** Lampung natural zeolite; Zeolite; Xylanol Orange; Intercalation

**Abstrak:** Zeolit terbagi menjadi zeolit alam dan zeolit sintesis, kapasitas adsorpsi zeolit alam umumnya lebih rendah daripada zeolit sintesis, sehingga untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya, karakter permukaan zeolit alam perlu diubah dengan melakukan proses modifikasi permukaan melalui berbagai metode, salah satunya dengan metode interkalasi. Tujuan penelitian ini yaitu menginterkalasi zat warna xilanol orange ke dalam zeolit alam Lampung dan mengaplikasikannya sebagai elektroda zeolit termodifikasi. Melalui proses interkalasi diharapkan dapat meningkatkan kegunaan dan nilai tambah dari zeolit. Data hasil penelitian menunjukkan bahwa xilanol orange (XO) dapat diinterkalasikan ke dalam zeolit, hal ini dapat dilihat dari pita spektrum FTIR yang memiliki serapan pada bilangan gelombang  $1383\text{ cm}^{-1}$ , yaitu menunjukkan serapan dari S=O simetris dan asimetris pada gugus  $-\text{SO}_3\text{H}$ , hal ini diduga karena XO memiliki gugus  $\text{SO}_3$  sehingga menyebabkan adanya serangan pada proton zeolit. Berdasarkan penelitian dapat disarikan bahwa xilanol orange dapat terinterkalasi pada zeolit alam Lampung dan dapat dimanfaatkan sebagai elektroda pendeteksi logam.

**Kata kunci:** Zeolit lampung; Zeolit; Xilanol Orange; Interkalasi

## PENDAHULUAN

Zeolit merupakan mineral mikropori anorganik berupa senyawa alumina silikat hidrat dengan logam alkali dan alkali tanah yang memiliki struktur kerangka berbentuk rongga. Gugusan alumina dan silika pada zeolit saling bertaut silang melalui pengikatan atom oksigen dengan ukuran pori sekitar 2-4 nm. Kandungan utama zeolit adalah silikon, aluminium dan oksigen dalam kerangka, serta kation, air dan atau molekul lain yang memiliki pori-pori. Adanya ruang pori dalam zeolit mengakibatkan zeolit memiliki sifat kapasitas tukar kation yang tidak hanya dimanfaatkan sebagai penyerap unsur hara, akan tetapi dapat dipergunakan sebagai adsorben, pengikat logam-logam berat. (Ulfah *et al.* 2006).

Kerja adsorpsi zeolit alam umumnya lebih rendah daripada zeolit sintesis (Rohaeti 2007), sehingga untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya karakter permukaan zeolit perlu diubah sifatnya dengan melakukan proses modifikasi permukaan melalui berbagai metode. Aktivasi permukaan zeolit merupakan salah satu metode untuk menghilangkan pengotor dan membuka pori zeolit agar kemampuannya sebagai adsorben dapat lebih optimum (Mockovciakova *et al.* 2008). Metode

lain yang dapat dilakukan yaitu dengan memodifikasi permukaannya yang bertujuan untuk mendapatkan sifat yang diinginkan dari suatu zeolit seperti kemampuan interaksi dengan senyawa lain, perubahan ukuran pori, kemampuan adsorpsi molekul tertentu serta berbagai manfaat lainnya yaitu dengan modifikasi interkalasi. Interkalasi adalah modifikasi permukaan dengan penyisipan spesies tamu (ion, atom, atau molekul) ke dalam antar lapis senyawa berstruktur lapis. (Mockovciakova *et al.* 2008).

Mazur *et al.* (2014) mendefinisikan interkalasi merupakan suatu penyisipan suatu spesies pada ruang antarlapis dari padatan dengan tetap mempertahankan struktur berlapisnya. Atom-atom atau molekul-molekul yang akan disisipkan disebut sebagai interkalan, sedangkan yang merupakan tempat yang akan dimasuki atom-atom atau molekul-molekul disebut sebagai interkalat. Metode ini akan memperbesar pori material, karena interkalan akan mendorong lapisan atau membuka antarlapisan untuk mengembang. Beberapa peneliti telah melakukan uji interkalasi pada zeolit sehingga mampu meningkatkan daya kerjanya sebagai elektroda. Zendeudel *et al.* (2007) melaporkan bahwa hasil analisis voltammeter pengukuran Cu

menggunakan elektroda zeolit terinterkalasi dengan pewarna morin, kalmagit dan *xilenol orange* (XO), dimana berdasarkan data penelitian menunjukkan puncak yang terukur lebih tajam (tinggi) dibanding dengan elektroda zeolit tanpa pewarna. Ini memperlihatkan bahwa pewarna berfungsi sebagai agen pengkelat untuk deteksi logam Cu(II).

Pada konsentrasi logam Cu(II) yang sebanding, adanya modifikasi oleh zat pewarna pada zeolit NaY menyebabkan kemampuan deteksinya semakin meningkat dibandingkan dengan zeolit NaY tanpa dimodifikasi. Zendehtel *et al.*, (2007) melaporkan bahwa untuk elektroda zeolit termodifikasi pendeteksi logam Cu(II) diantara interkalasi dengan XO, morin dan kalmagit, zeolit memiliki interaksi yang paling baik dengan XO. Dengan demikian diperlukan suatu pengetahuan mengenai kemampuan zat pewarna XO yang diinterkalasikan ke zeolit sebagai pigmen kemudian diaplikasikan sebagai elektroda zeolit termodifikasi untuk mendeteksi logam.

## METODE

Penelitian meliputi beberapa tahap, yaitu karakterisasi zeolit, preparasi zeolit, interkalasi zeolit dengan XO, karakterisasi zeolit hasil interkalasi

dengan XO, aplikasinya sebagai elektroda zeolit termodifikasi pasta karbon serta pengukuran elektrokimia. Prosedur untuk menginterkalasikan XO merujuk pada metode yang dikembangkan oleh Zendehtel *et al.*, (2007) dengan modifikasi beberapa aspek didalamnya.

Penelitian ini menggunakan zeolit alam asal daerah Lampung (yang selanjutnya disebut zeolit Lampung) diubah ukuran fisiknya dengan menggiling dan mengayaknya menjadi ukuran lolos 60 *mesh*. Kemudian untuk mengidentifikasi jenis zeolit yang terdapat dalam contoh dilakukan karakterisasi menggunakan difraksi sinar X.

## Aktivasi Zeolit

Sebanyak 50g zeolit yang telah diubah ukuran fisiknya menjadi lolos 60 *mesh* ditambahkan 1000 mL HCl 1M, diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 3 jam. Campuran kemudian dibilas dengan akuades sampai pH netral, filtrat diuji menggunakan  $[Ag(NH_3)_2]^+$  sampai tidak terbentuk endapan AgCl, kemudian zeolit yang telah bebas ion Cl dipanaskan pada suhu 130°C selama 3 jam (Venglovsky *et al.*, 2006).

### ***Preparasi Interkalasi Zeolit dan XO***

Sebanyak dua gram zeolit teraktivasi asam dicampurkan dengan 100 mL larutan xilenol orange pada konsentrasi  $10^{-5}$  M distirer selama 24 jam pada suhu ruang, pH larutan dioptimasi dalam rentang pH antara 5-10 menggunakan larutan *buffer*  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan  $\text{NH}_3$ . Campuran didekantasi dan padatan dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 5 jam. (Shentilkumar & Saraswati 2009).

### ***Pembuatan Elektroda***

Zeolit sebanyak 100 mg terinterkalasi xilenol orange dicampur dengan serbuk karbon sebanyak 600 mg (Courtney *et al.* 2015) dalam mortar. Selanjutnya, 300 mg minyak mineral ditambahkan sampai diperoleh pasta homogen. Untuk pembuatan elektroda pasta karbon, elektroda kerja dibuat dengan cara mengemasnya ke dalam salah satu ujung tabung kaca yang berukuran diameter 3 mm, kemudian kawat tembaga dimasukkan ke dalam ujung yang lain agar terjadi kontak listrik. Permukaan elektroda dihaluskan menggunakan amplas dan kertas minyak. Elektroda diuji menggunakan voltammeter, apakah terjadi pembacaan arus atau tidak.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### ***Preparasi Zeolit dan Aktivasi Zeolit Lampung***

Umumnya, zeolit alam mempunyai ukuran pori yang tidak seragam dan mengandung banyak pengotor. Oleh karenanya, perlu dilakukan proses preparasi dan aktivasi zeolit. Proses aktivasi mampu meningkatkan kemampuan zeolit sebagai adsorben maupun penukar ion (Korkuna *et al.* 2006). Pada proses preparasi zeolit diayak menggunakan ayakan 60 *mesh*, untuk kemudian diaktivasi melalui penambahan HCl.

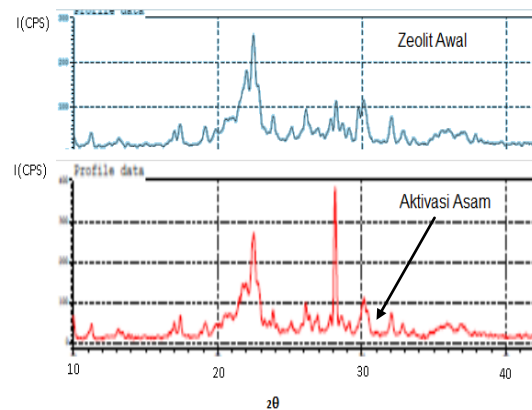
Aktivasi yang dilakukan antara lain, aktivasi secara kimia dan aktivasi secara fisika. Aktivasi secara kimia bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan. Penambahan pereaksi tertentu sehingga diperoleh pori-pori zeolit yang bersih merupakan prinsip dari aktivasi secara kimia (Korkuna *et al.* 2006) Proses aktivasi menyebabkan nisbah Si/Al mencapai optimum sehingga zeolit alam mengalami peningkatan luas permukaan dan tidak mengalami kerusakan struktural yang besar. (Courtney *et al.* 2015) Aktivasi secara kimia dilakukan dengan penambahan asam HCl 1 M. Aktivasi

secara fisik pada zeolit dilakukan dengan pemanasan pada suhu 130 °C selama 3 jam. Proses ini bertujuan menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit sehingga luas permukaan meningkat (Venglovsky *et al.* 2006).

Pada penelitian ini, identifikasi zeolit dilakukan melalui analisis XRD dan analisis FTIR. Identifikasi dengan XRD dilakukan pada zeolit sebelum dan setelah aktivasi untuk mengetahui jenis mineral zeolit. Puncak-puncak khas  $2\theta$  yang diperoleh dibandingkan dengan data-data nilai  $2\theta$  puncak standar. Hasil karakterisasi dengan XRD diperoleh kemiripan nilai  $2\theta$  dengan basis data standar.

Zeolit diaktivasi melalui metode pengasaman dengan menggunakan HCl 1 M dan diikuti pemanasan pada suhu 130 °C. Tujuan dari aktivasi adalah untuk membersihkan dari senyawa pengotor serta membuka ruang pori zeolit. Pada keadaan normal sebelum aktivasi, ruang pori zeolit terisi oleh berbagai zat diantaranya adalah kation-kation dan molekul-molekul air yang tidak terikat. Penghilangan molekul dari ruang pori zeolit akan membuat pori lebih hampa. Bila kristal zeolit tersebut diaktivasi dan dipanaskan pada suhu sampai dengan 130 °C, rongga zeolit dapat berfungsi lebih maksimal sebagai adsorben.

Aktivasi zeolit menggunakan zeolit ukuran 60 *mesh*. Ukuran ini merujuk pada penelitian yang telah dilakukan oleh Kazemian *et al.* (2009). Struktur kristal serta komposisi utama mineral zeolit sebelum dan sesudah diaktivasi dapat diamati dari difraktogram difraksi sinar X, sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 1. Terdapat perbedaan pada difraktogram sebelum dan sesudah aktivasi. Perbedaan terutama pada puncak  $2\theta = 28.5$ , pada zeolit setelah aktivasi nampak bahwa intensitas puncak ini meningkat. Rohaeti (2007) menyatakan bahwa zeolit asal Lampung berjenis klinoptilolit, analisis ini berdasarkan jenis dan komposisi zeolit dari difraksi sinar X.



**Gambar 1.** Difraktogram sinar X pada zeolit sebelum dan sesudah aktivasi

Menurut Castaldi *et al.* (2008) puncak utama klinoptilolit terjadi pada  $2\theta$  22.36° dan 22.5° atau dengan  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ .

Puncak tersebut menunjukkan jarak bidang  $d$  3.98 Å dan 3.95Å. Berdasarkan analisis kedua puncak tersebut dapat dikatakan zeolit Lampung ini memiliki jenis klinoptilolit. Difraktogram difraksi sinar-X sampel zeolit memberikan informasi tentang jenis mineral dan tingkat kristalinitas struktur komponen penyusun sampel. Jenis mineral penyusun sampel ditunjukkan oleh daerah munculnya puncak ( $2\theta$ ). Sedangkan tingkat kristalinitas struktur komponen ditunjukkan oleh tinggi rendahnya intensitas puncak.

Puncak ( $2\theta$ ) 22,50 pada zeolit sebelum aktivasi intensitas  $I/I_0$  mengalami penurunan intensitas dari 100 menjadi 54. Penurunan  $I/I_0$  dikarenakan ada kenaikan intensitas pada puncak ( $2\theta$ ) 28,17 ( $d=3.16$  Å) dari 39 menjadi 100, meningkatnya intensitas puncak pada zeolit memperlihatkan bahwa dengan adanya proses aktivasi asam kemurnian zeolit menjadi semakin bertambah. Melalui hasil penelitian, diketahui bahwa puncak puncak utama dari hasil XRD yaitu pada  $2\theta$ : 22,50° ( $d=3.95$  Å), 28,19° ( $d=3.16$  Å), dan 30,12° ( $d=2.96$  Å). Menurut Castaldi *et al.*, (2008) puncak spesifik klinoptilolit yaitu  $2\theta$  pada 22,36° ( $d=3.98$  Å) dan 22,50° ( $d=3.95$  Å). Oleh karena itu berdasarkan data pada puncak

utama XRD dan merujuk pada data sekunder yang ada pada Tabel 1,

**Tabel 1.** Identifikasi XRD pada puncak utama zeolit sebelum dan sesudah diaktivasi

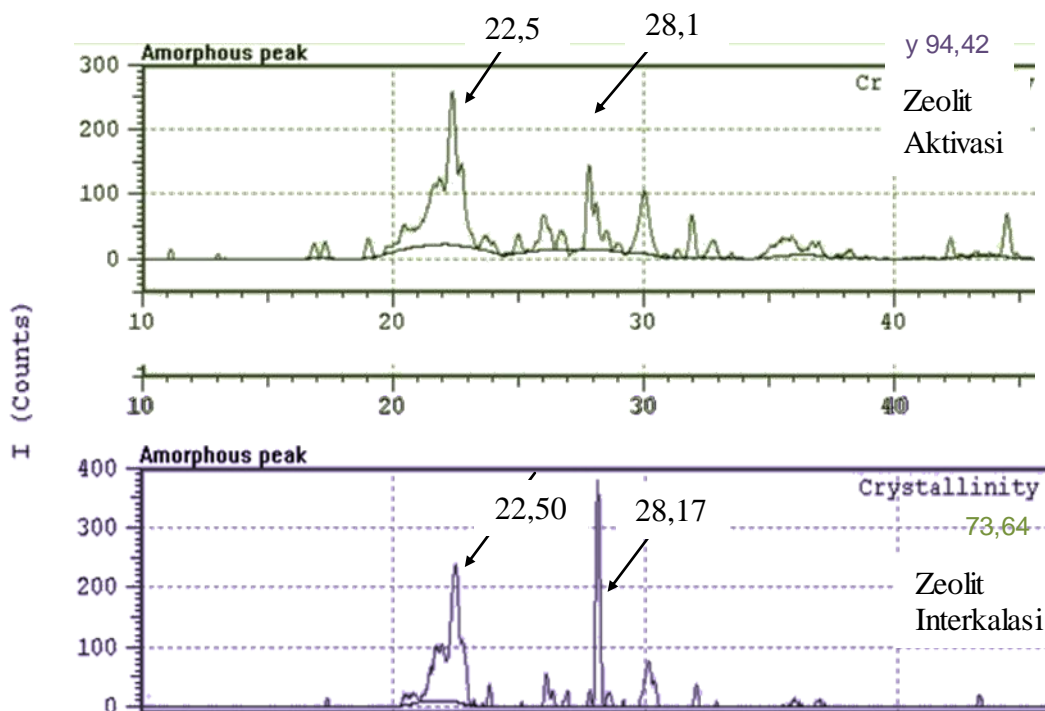
No	Zeolit					
	Belum teraktivasi			Teraktivasi		
	$2\theta$	$d(\text{Å})$	$I/I_0$	$2\theta$	$d(\text{Å})$	$I/I_0$
1	22,50	3,94	100	22,50	3,95	54
2	28,19	3,16	39	28,17	3,16	100
3	30,12	2,96	41	30,18	2,96	23

Zeolit yang digunakan dalam penelitian pada sebelum ataupun sesudah aktivasi ini adalah jenis mineral klinoptilolit. Namun demikian karena zeolit yang digunakan adalah zeolit alam, ada beberapa kemungkinan ketidakmurnian pada kandungan zeolit yang digunakan, sehingga kandungan klinoptilolitnya bukanlah klinoptilolit murni. Hal ini dapat dilihat dari hasil analisis XRD yang menunjukkan adanya pergeseran puncak utama zeolit antara sebelum aktivasi dan sesudah aktivasi yaitu pada puncak pada  $2\theta=28,17$ , pergeseran puncak tersebut kemungkinan dikarenakan adanya proses pemanasan pada saat aktivasi yang mengakibatkan adanya kandungan mineral zeolit selain klinoptilolit yaitu puncak mordenit. Pada saat sebelum aktivasi puncak mineral mordenit  $2\theta=28,17$  belum terlihat dikarenakan porinya belum terbuka kemungkinan karena adanya pengotor

maupun kandungan air yang terdapat dalam zeolit, namun setelah diaktivasi puncak tersebut baru dapat terlihat (Treacy & Higgins 2001). Berdasarkan analisis tersebut, kandungan mineral utama zeolit alam Lampung yaitu klinoptilolit namun juga mengandung sedikit mineral mordenit.

Zeolit klinoptilolit merupakan zeolit alam yang mengandung kadar silika yang tinggi, daya tukar kationnya relatif besar sedangkan zeolit modernit memiliki sistem kristal ortorombik. Zeolit modernit memiliki sifat-sifat sebagai berikut, struktur kristal kerangka

berbentuk tiga dimensi, swelling sangat kecil, kestabilan panas tinggi, kestabilan radiasi sedang, adsorpsi tinggi, penukar kation sedang, penyaring molekul tinggi, dan sifat katalis yang tinggi. Zeolit modernit seperti halnya klinoptilolit memiliki potensi yang besar untuk dikembangkan sebagai elektroda selektif ion karena sifat adsorpsinya yang tinggi. Dengan melihat potensi yang dimiliki zeolit alam yang digunakan dalam penelitian, maka elektroda ini kedepan diharapkan berpotensi menjadi elektroda kerja yang selektif dan memiliki sensitifitas yang tinggi.



Gambar 2. Difraktogram Sinar X Pada Zeolit Sebelum dan Sesudah Interkalasi

### ***Interkalasi Xilenol Orange pada Zeolit***

Karakterisasi struktur zeolit pada zeolit yang belum dan telah diinterkalasi dilakukan menggunakan XRD. Difraktogram sinar-X sampel zeolit memberikan informasi tentang jenis mineral dan tingkat kristalinitas struktur komponen penyusun sampel, sehingga dengan adanya senyawa yang bergabung dengan senyawa tertentu, dapat diamati dari adanya pergeseran puncak. Adanya interkalasi dari senyawa XO terhadap zeolit, diharapkan dapat teramati dari pergeseran puncak XRD zeolit sebelum dan sesudah interkalasi. Hasil analisa XRD pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 2.

Berdasarkan Gambar 2 perbedaan yang cukup signifikan pada puncak utama XRD  $2\theta$  28,17( $d=3,95 \text{ \AA}$ ) pada saat zeolit sebelum dan sesudah interkalasi, yaitu terlihat dari intensitas puncak ( $I/I_0$ ). Intensitas yang semula bernilai 100 kemudian setelah zeolit diinterkalasi mengalami penurunan menjadi 30.

Penurunan intensitas ini kemungkinan dikarenakan adanya jerapan XO ke dalam zeolit sehingga kemurnian zeolit mengalami penurunan, masuknya suatu senyawa tertentu pada zeolit menyebabkan kristalinitas mengalami penurunan. Ini dapat terlihat

pada zeolit aktivasi nilai kristalinitas adalah 94,42 sedangkan setelah diinterkalasi dengan XO kristalinitas mengalami penurunan menjadi 73,64. Pada puncak utama yang mencirikan jenis mineral klinoptilolit yaitu pada  $2\theta$  22,50( $d=3,95 \text{ \AA}$  sebelum aktivasi), setelah diinterkalasi mengalami pergeseran menjadi  $2\theta$  22,42 ( $d=3,95 \text{ \AA}$ ). Adanya pergeseran tinggi puncak puncak pada XRD serta intensitas yang mengalami perubahan pada puncak utama  $2\theta$  dapat membuktikan bahwa XO telah terinterkalasi pada zeolit. Hal ini dapat menjelaskan bahwa XO yang terinterkalasi pada zeolit menyebabkan intensitas kemurnian zeolit mengalami penurunan. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa XO dapat masuk ke dalam zeolit melalui metode interkalasi.

Dari Gambar 2 dan dengan merujuk kepada data sekunder, juga dapat disimpulkan bahwa zeolit yang digunakan merupakan zeolit alam yang kemungkinan mengandung ketidakmurnian pada kandungan zeolit yang digunakan, sehingga kandungan klinoptilolitya bukanlah klinoptilolit murni. Hal ini dapat dilihat dari hasil analisis XRD yang menunjukkan adanya pergeseran puncak utama zeolit antara sebelum aktivasi dan sesudah aktivasi yaitu pada puncak pada  $2\theta=28,17$ ,

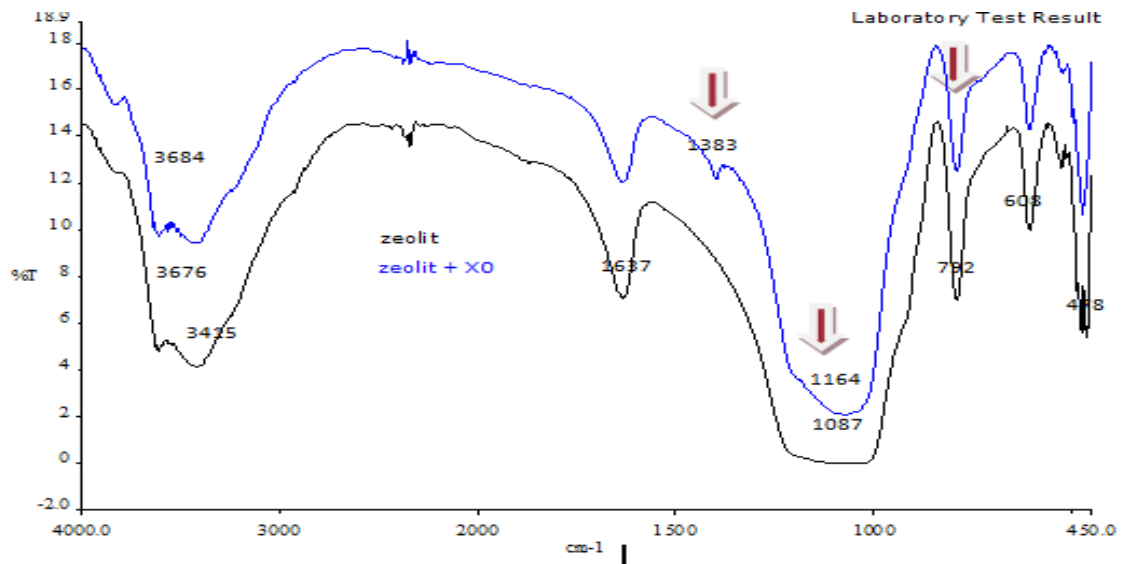


pergeseran puncak tersebut kemungkinan dikarenakan adanya proses pemanasan pada saat aktivasi yang mengakibatkan adanya kandungan mineral zeolit selain klinoptilolit yaitu puncak mordenit. Selain klinoptilolit, mineral mordenit juga terkandung pada zeolit alam lampung namun Pada saat sebelum aktivasi melalui proses pengasaman puncak mineral mordenit  $2\theta=28,17$

belum terlihat dikarenakan porinya belum terbuka atau karena tertutupi mineral pengotor lainnya.

### Analisis FTIR Interkalasi Xilenol Orange pada Zeolit

Hasil analisa diperkuat dengan menggunakan spektrofotometri FTIR dalam mengidentifikasi zeolit. Hasil analisis dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Profil Spektrum FTIR Zeolit Terinterkalasi dan Zeolit Non Interkalasi

Secara spektroskopis, zeolit dapat diamati pada rentang bilangan gelombang 300-1300  $\text{cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang tersebut merupakan daerah utama serapan ikatan tetrahedral dari komponen utama penyusun zeolit,  $\text{SiO}_4^{4-}$  dan  $\text{AlO}_4^{5-}$ . Rentangan simetri O-Al-O

atau O-Si-O pada internal tetrahedral akan muncul pada daerah 650-720  $\text{cm}^{-1}$  sedang untuk pertautan eksternal akan muncul pada daerah 750-820  $\text{cm}^{-1}$ . Tekukan Si-O atau Al-O akan muncul pada daerah 420-500  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan serapan pada daerah 950-1250  $\text{cm}^{-1}$

menunjukkan rentangan asimetri. Menurut Mazur *et al.*, (2014) bahwa pada zeolit rentangan asimetri ditunjukkan pada pita  $1076,2\text{ cm}^{-1}$  dan pada zeolit aktivasi ditunjukkan pada pita  $1087,8\text{ cm}^{-1}$ .

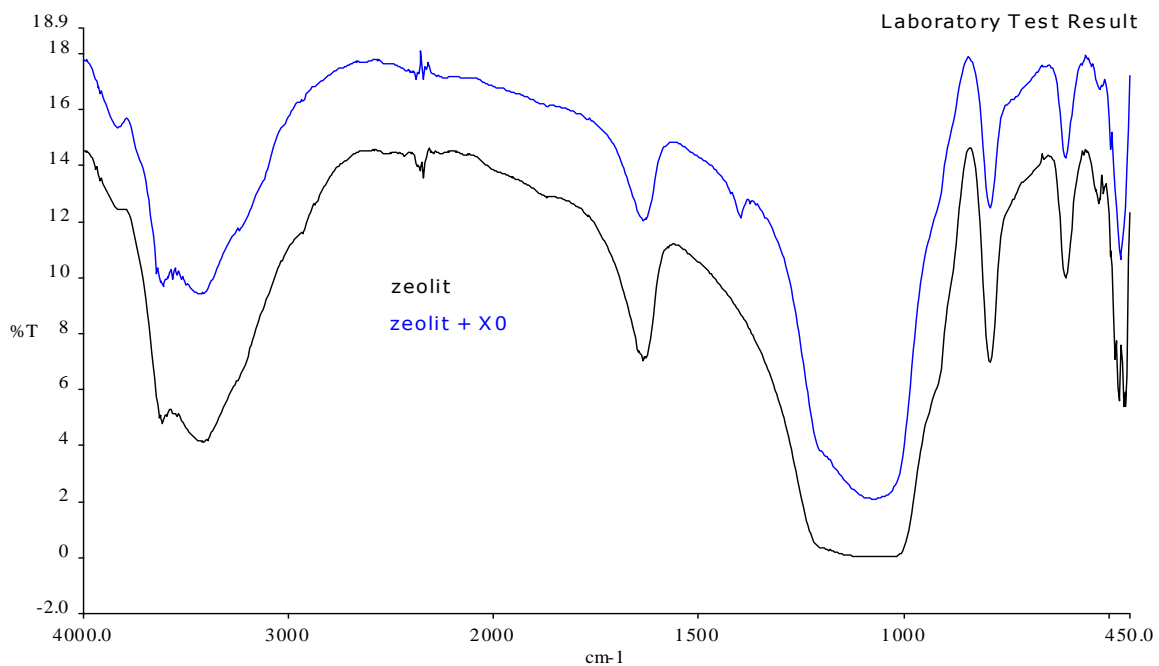
Hasil penelitian menunjukkan tekukan Si-O atau Al-O terdapat pada daerah  $458$  dan  $608\text{ cm}^{-1}$  untuk zeolit (sebelum interkalasi) serta daerah  $466,46\text{ cm}^{-1}$  dan  $461\text{ cm}^{-1}$  untuk zeolit+XO(interkalasi), ini menunjukkan adanya rentangan asimetri zeolit yang telah teraktivasi yaitu pada pita antara  $1087\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan menurut Ensafi *et al.*, (2008) untuk serapan external linkage akan muncul pada  $750-820\text{ cm}^{-1}$ , pada penelitian ini pita muncul pada  $792\text{ cm}^{-1}$  pada zeolit yang teraktivasi maupun pada zeolit setelah diinterkalasi dengan XO, namun terdapat perbedaan pita serapan yang menjadi lebih sempit terutama pada daerah  $950-1250\text{ cm}^{-1}$ .

Li *et al* (2006) melakukan penelitian dengan memasukkan  $\text{TiO}_2$  pada zeolit. Dari hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pita serapan pada daerah antara zeolit yang diaktivasi dengan zeolit yang sudah terinterkalasi dengan  $\text{TiO}_2$  menunjukkan bahwa bilangan gelombang  $3610\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi stretching OH), antara zeolit murni dan zeolit- $\text{TiO}_2$  pita spektrum menjadi lebih sempit karena adanya geseran dari  $\text{TiO}_2$

terhadap OH. Pada penelitian ini daerah serapan OH yaitu pada  $3676\text{ cm}^{-1}$  pada zeolit yang teraktivasi juga mengalami pergeseran pita menjadi lebih sempit dibandingkan setelah diinterkalasi begitu juga pada daerah  $950-1250\text{ cm}^{-1}$ . Pita-pita serapan menjadi lebih lemah setelah adanya interkalasi. Hal ini kemungkinan dikarenakan adanya gugus yang masuk pada zeolit sehingga mengubah struktur senyawa semula. Terjadinya interkalasi juga dapat diamati dari adanya pergeseran pada spektrum vibrasi spektrum ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi, vibrasi ulur zeolit pada pita  $1200\text{ cm}^{-1}$ . Perbedaan rentangan asimetri antara zeolit pada pita  $1900\text{ cm}^{-1}$ , dimana pada zeolit terinterkalasi puncak yang awalnya melebar menjadi lebih sempit, ini diduga karena adanya gugus S=O pada pita  $1164\text{ cm}^{-1}$  sehingga bilangan gelombang mengalami pergeseran ke arah lebih rendah. Adanya indikasi bahwa XO telah terjepit ke dalam zeolit juga ditunjukkan pada pita daerah  $1383\text{ cm}^{-1}$  yang disebabkan adanya vibrasi stretching dari gugus S=O dari xilanol orange (XO). Serapan pada  $1164\text{ cm}^{-1}$  dan  $1383\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan pita serapan S=O simetris dan asimetris pada gugus  $-\text{SO}_3\text{H}$  ini diduga dapat terjadi karena XO memiliki gugus  $\text{SO}_3$  sehingga menyebabkan

adanya serangan  $\text{HSO}_3$  dari XO pada proton H dari zeolit. Atom S pada  $\text{SO}_3$  memiliki momen dipol positif karena kerapatan elektron ditarik ke atom O yang memiliki nilai keelektronegatifan 3,5 sedangkan keelektronegatifan S hanya 2,5. Sehingga terjadi serangan elektron  $\pi$  dari ikatan aromatik (dari gugus XO) ke elektrofil sulfur, mendorong muatan

keluar dari elektronegatif O membentuk senyawa antara dan kemudian menyerang gugus hidrogen pada zeolit. Oleh karena itu, hal ini memperlihatkan bahwa telah terjadi interkalasi XO ke dalam zeolit dengan adanya gugus sulfat dari XO melalui mekanisme pertukaran dengan gugus hidrogen (H).



**Gambar 4.** Spektrum FTIR Zeolit Alam Lampung Aktivasi dan Zeolit Alam Lampung yang Diinterkalasi XO

Berdasarkan spektrum FTIR pada Gambar 4, spektroskopi zeolit dapat diamati pada rentang daerah bilangan gelombang 450 -1300  $\text{cm}^{-1}$ . Panjang gelombang tersebut merupakan daerah utama serapan dari komponen utama

penyusun zeolit yaitu  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$ . Beberapa pita spektrum FTIR setelah diinterkalasi mengalami penyempitan yaitu pada pada daerah 950-1250  $\text{cm}^{-1}$  dan pada pada 792  $\text{cm}^{-1}$ . Menurut Li *et al.* (2006) pita serapan pada daerah

sekitar zeolit yang diaktivasi dengan zeolit yang sudah terinterkalasi  $\text{TiO}_2$  memperlihatkan adanya bilangan gelombang  $3610\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi *stretching* OH), antara zeolit murni dan zeolit- $\text{TiO}_2$  pita spektrumnya menjadi lebih sempit karena adanya geseran dari  $\text{TiO}_2$  terhadap OH. Penyempitan pita spektrum zeolit setelah diinterkalasi dikarenakan adanya gugus fungsi yang masuk yaitu gugus XO. Terjadinya interkalasi juga dapat diamati dari adanya pergeseran pada spektrum vibrasi spektrum kearah bilangan gelombang yang lebih tinggi, vibrasi ulur zeolit pada pita  $1200\text{ cm}^{-1}$ . Perbedaan rentangan asimetri antara zeolit alam pada pita  $1900\text{ cm}^{-1}$ , dimana pada zeolit alam terinterkalasi puncak yang awalnya melebar menjadi lebih sempit, ini diduga karena adanya gugus

S=O pada pita  $1164\text{ cm}^{-1}$  sehingga bilangan gelombang mengalami pergeseran kearah lebih rendah. Adanya indikasi bahwa XO telah terjepit kedalam zeolit juga ditunjukkan pada pita daerah  $1383\text{ cm}^{-1}$  yang disebabkan adanya vibrasi *stretching* dari gugus S=O dari xilanol orange (XO).

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa Xilenol Orange (XO) dapat diinterkalasikan kedalam zeolit, hal ini dapat dilihat dari pita spektrum FTIR yang mengalami penyempitan serta penurunan kristalinitas dari hasil XRD. Zeolit terinterkalasi XO dapat dimanfaatkan sebagai elektroda zeolit termodifikasi.

## DAFTAR RUJUKAN

- Castaldi S, Rizzo M, Cacco G. 2008, *Cadmium adsorption on vermiculite, zeolite and pumice: Batch experimental studies. Anal Chim Acta* 593, hh. 198-206.
- Courtney TD, Chang CC, Gorte RJ, Lobo RF, Fan W, Nikolalkis W. 2015, Effect of water treatment on Sn-BEA zeolite: Origin of  $960\text{ cm}^{-1}$  FTIR peak. *J Microporous and Mesoporous Materials*, 210, hh. 69-76.
- Ensafi AA, Shiraz Z. 2008, On-line separation and preconcentration of lead(II) by solid-phase extraction using activated carbon loaded with xylene orange and its determination by flame atomic absorption spectrometry, *J hazard Mater* 150, hh. 554-559.

- Kazemian H, Modarress H, Kazemi M, Farhadi F. 2009, Synthesis of submicron zeolite LTA particles from natural clinoptilolite and industrial grade chemicals using one stage procedure, *J Powder Tech*, vol. 196, hh. 22-25.
- Korkuna O, Lebeda R, Skubiszewska-Zieba J, Vrublevs'ka T, Gun'ko VM, Ryczowski J. 2006, Structural and physicochemical properties of natural zeolites:clinoptilolite and mordenite, *J microporous and mesoporous materials*, vol. 87, hh. 243-254.
- Li *et al.* 2006, Surface effect of natural zeolite (clinoptilolite) on the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub>. *Applied surface Science, Applied Surface Science*, 252, hh. 1410–1416.
- Mazur M, Eliasova P C, Roth WJ, Cejka J. 2014, *Intercalation chemistry of layered zeolite precursor IPC-IP. Catalysis Today* 227, hh. 37-44.
- Močkovciaková A, Matik M, Orolinová Z, Hudec P, Kmecová E. 2008, Structural characteristics of modified natural zeolite. *J porous Mater*, vol. 15, hh. 559-564.
- Rohaeti E. 2007, *Pencegahan Pencemaran lingkungan oleh logam berat krom limbah cair penyamakan kulit (studi kasus di kabupaten Bogor*, disertasi tidak diterbitkan, Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Shentilkumar S, Saraswati R. 2009, *Electrochemical sensing of cadmium and lead ions at zeolite modified electrodes: optimization and field measurements. Sensor and actuators B: Chemicali*, hh. 65-75.
- Treacy M.M.J, Higgins J.B. 2001, Collection of Simulated XRD powder patterns for zeolites, *Published on behalf of the structure commision of the international zeolit association*, hh. 184-186.
- Ulfah EM, Yasnur FA, Istadi. 2006, Optimasi pembuatan katalis zeolit x daritawas, NaOH, dan water glass dengan response surface methodology, *Bull Chem Reac Eng Cat* 1, hh. 26-32.
- Valdes MG, Perez-Cordoves AI, Diaz-Garcia ME. 2006, Zeolites and zeolit-based materials in analytical chemistry. *Trends in Analytical Chemistry*, vol. 25, no.1, hh. 24-30.
- Venglovsky. J. *et al.*, 2006, Evolution of temperature and chemical parameters during composting of the pig slurry solid fraction amended with natural zeolite. *Biores Technol* 96, hh. 181-189.
- Zendehdel M, Babaei A, Alami Sh. 2007, Intercalation of xilenol orange,

morin and calmagite into NaY  
Zeolite and their application in  
dye/zeolite modified electrode. *J.*

*Incl Phenom Macrocycl Chem*, vol.  
59, hh. 345-349.