

## BAB IV

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 4.1 Alat dan Bahan Penelitian

##### 4.1.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker 500 mL (*pyrex*), gelas beker 100 mL (*pyrex*), gelas ukur 100 mL (*herma*), corong pisah 250 mL (*pyrex*), pipet ukur 1 mL (*pyrex*), Erlenmeyer, kaca arloji, sendok sungu, spatula, cawan porselin, corong gelas (*herma*), mortar, pipet tetes, *magnetic stirrer*, pengaduk kaca, propipet, klem, statif, neraca analitik, oven, Furnace (*Thermolyn*), *microwave*, *X-Ray Diffraction* (XRD) (Shimadzu X-6000), dan *Fourier Transform Infra-red Spectroscopy* (FTIR) (Perkin-elmer).

##### 4.1.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Saponit ( $(\text{Ca,Na})_{0.3}(\text{Mg,Fe})_3(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) (PanReac), *Tetramethylammonium Hydroxide* (TMAOH) (Merck KGaA), *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) (Merck), *Zinc Acetate Dihydrate* ( $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), isopropanol (Merck), sitronelal (Merck), dan akuades.

#### 4.2 Prosedur Penelitian

##### 4.2.1 Preparasi Katalis

###### a. Sintesis ZnO-PILS

Preparasi ini diawali dengan cara menimbang 5 gram saponit dan 3 CTAB (perbandingan 10 mmol: 8 mmol) yang dilarutkan dengan 300 mL akuades dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam, kemudian ditambahkan 1 mL TMAOH dan diaduk selama 4 jam (larutan saponit). Selanjutnya ditimbang 4,43

gram seng asetat dihidrat ( $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), kemudian dilarutkan dengan 25 mL isopropanol dan diaduk selama 4 jam (larutan penilar). Kemudian larutan penilar dimasukkan ke dalam larutan saponit secara perlahan untuk selanjutnya larutan diaduk semalaman. Kemudian dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring Whatman no.41 dan dilakukan pencucian menggunakan 1 L akuades. Endapan kemudian dipanaskan dalam oven selama 2x24 jam pada temperatur 60 °C dan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500 °C selama 2 jam.

#### **b. Sintesis ZnO-PCH**

Preparasi ini diawali dengan cara menimbang 5 gram saponit dan 3 gram CTAB (perbandingan 10 mmol: 8 mmol) yang dilarutkan dengan 300 mL akuades dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam, kemudian ditambahkan 1 mL TMAOH dan diaduk selama 4 jam (larutan saponit). Selanjutnya ditimbang 4,43 gram seng asetat dihidrat ( $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), kemudian dilarutkan dengan 25 mL isopropanol dan ditambahkan dengan 5 mL TEOS kemudian diaduk selama 4 jam (larutan penilar). Kemudian larutan penilar dimasukkan ke dalam larutan saponit secara perlahan untuk selanjutnya larutan diaduk semalaman. Kemudian dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring Whatman no.41 dan dilakukan pencucian menggunakan 1 L akuades. Endapan kemudian dipanaskan dengan oven selama 2x24 jam pada temperatur 60 °C dan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500 °C selama 2 jam.

#### **4.2.2 Karakterisasi Katalis ZnO-PILS dan ZnO-PCH**

Karakterisasi yang dilakukan pada material katalis ZnO-PILS dan ZnO-PCH meliputi karakterisasi menggunakan XRD untuk menentukan kristanilitas suatu padatan serta untuk mengetahui nilai jarak antar lapis material dan GSA untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori.

#### **4.2.3 Uji Keasaman Katalis Berdasarkan Adsorpsi Piridin dengan FTIR**

Analisis keasaman katalis dilakukan dengan metode penyerapan piridin. Katalis dipanaskan dengan oven selama 24 jam pada suhu 100 °C. Selanjutnya dimasukkan ke dalam desikator yang berisi uap piridin jenuh selama 24 jam dengan tujuan agar terjadi proses adsorpsi piridin oleh katalis. Sampel kemudian dianalisis dengan FTIR.

#### **4.2.4 Uji Aktivitas Katalis Pada Konversi Sitronelal**

Sebanyak 5 mL sitronelal dimasukkan ke dalam tabung reaktor kemudian ditambah 0,4 gram katalis. Reaksi dilakukan dengan metode iradiasi gelombang mikro selama 10 menit. Hasil dianalisis dengan GCMS untuk mengevaluasi konversi total dan selektivitas terhadap isopulegol.

