

**PREPARASI KATALIS *ZnO-Porous Clay Heterostructure* (PCH) DENGAN  
METODE MICROWAVE DAN UJI AKTIVITAS PADA KONVERSI  
SITRONELAL**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai Gelar Sarjana Sains  
(S.Si.) pada program studi kimia Fakultas Matematika dan Ilmu  
pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia  
Yogyakarta**



Diajukan Oleh :

**FARAZ NURDINA KHOLIDA**

**No. Mahasiswa : 16612055**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA YOGYAKARTA**

**2020**

**PREPARASI KATALIS ZnO-Porous Clay Heterostructure (PCH) DENGAN  
METODE MICROWAVE DAN UJI AKTIVITAS PADA KONVERSI  
SITRONELAL**

**SKRIPSI**

Yang diajukan oleh :

**FARAZ NURDINA KHOLIDA**

**No. Mahasiswa : 16612055**

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi  
Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

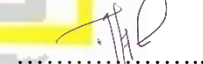
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 20 Juli 2020

Dewan Penguji

1. Prof. Is Fatimah, M.Si
2. Dr. Dwiwarso Rubiyanto, M.Si
3. Ika Yanti, S.Si., M.Si
4. Mai Anugrahwati, S.Si., M.Si

Tanda Tangan



Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Universitas Islam Indonesia

**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.**

## PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Faraz Nurdina Kholida

NIM : 16612055

Prodi / Fakultas : Kimia / MIPA

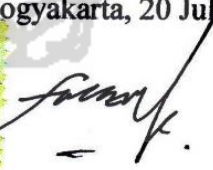
Judul Skripsi : Preparasi Katalis ZnO-Porous Clay Heterostructure (PCH) dengan Metode Microwave dan Uji Aktivitas pada Konversi Sitronelal

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 20 Juli 2020



  
Faraz Nurdina Kholida  
NIM. 16612055

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil'alamin, tak henti-hentinya saya mengucapkan puji syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan kesempatan kepada saya untuk dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan mempermudah segala urusan dalam penelitian ini dan telah memberikan yang terbaik untuk saya.

Terimakasih kepada kedua orang tua saya yang selalu memberikan semangat serta dukungan selama 24/7. Saya persembahkan tugas akhir ini untuk kedua orang tua saya yang telah membekali saya dengan ilmu yang sangat luar biasa, yang telah menjadi pahlawan dalam hidup saya dan selalu membimbing saya sampai titik dimana proses studi sarjana ini selesai.

Terimakasih kepada Prof. Is Fatimah, M.Si., selaku dosen pembimbing yang sangat sabar dan antusias dalam membimbing saya. Terimakasih karena telah memberikan pengalaman luar biasa yang tidak semua orang pernah rasakan. Terimakasih atas pengetahuan-pengetahuan luar biasa yang dapat memotivasi saya untuk menjadi pribadi yang lebih baik dan lebih maju. Semoga ilmu yang telah ibu berikan dapat bermanfaat untuk saya dan keturunan saya. Tak lupa saya persembahkan kepada Dr. Dwiarso Rubiyanto, M.Si selaku pembimbing 2 yang telah mengajarkan saya banyak hal sehingga memudahkan saya dalam proses penyusunan tugas akhir ini.

Terimakasih banyak kepada semua teman MEE 2016 yang selalu memberikan saya semangat dan dukungan, serta ilmu yang telah kalian bagikan kepada saya, yang menjadikan laboratorium MEE sebagai lab ternyaman yang pernah saya singgahi, serta fasilitas instrument yang sangat mencukupi dan sangat mendukung dalam tugas akhir saya.

Saya ucapkan banyak terimakasih kepada sahabat super saya (Aldila Widya Ardiyani, Eka Yuswi Saputri, Fairus Muthia Wokas, Gusti Dwi Apriliani dan Rahma Khaerun Nisa) yang banyak mengajarkan saya tentang banyak pelajaran hidup dan

mewarnai hidup saya dengan banyak cerita suka maupun duka. Terimakasih telah memberikan semangat dan dukungan yang luar biasa untuk bisa lulus dan wisuda bersama, “masuk bareng, lulus bareng”. Terimakasih atas semua nasihat hidup dan kebahagiaan kan kalian ajarkan dan kalian berikan kepada saya. Terimakasih telah menjadi lingkungan pertemanan yang positif bagi hidup saya. Saya sangat bersyukur, karena telah di pertemukan Tuhan dengan kalian, tanpa kalian saya tidak dapat menjadi individu yang seperti saat ini. Semoga kita dapat menjadi sahabat dunia dan akhirat, semoga Allah senantiasa memberikan kemudahan, kelancaran dan kelancaran menuju cita-cita yang kita targetkan, aamiin..



## KATA PENGANTAR

*Assalamu'allaikum Wr.Wb*

Alhamdulillahirobil'alamin, segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas berkat rahmat dan karunia-Nya sehingga tugas akhir dan penyusunan skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.

Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai Sarjana sains (S.Si) program studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dengan judul skripsi yang diambil penulis adalah "Preparasi Katalis ZnO/PCH dengan Metode Microwave dan Uji Aktivitas pada Konversi Sitronelal".

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih atas kesempatan, bantuan, dan bimbingan dari berbagai pihak yang telah diberikan kepada penulis sehingga terselesaikannya skripsi ini. Untuk itu penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia
2. Bapak Dwiarso Rubiyanto, S.Si., M.Si., selaku ketua program studi Kimia dan selaku pembimbing II, terimakasih atas bantuan dan bimbingannya selama ini.
3. Ibu Prof Is Fatimah, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia dan pembimbing I yang telah membimbing saya dengan sangat baik dan sabar, mulai dari proses penelitian hingga penyusunan skripsi ini selesai.
4. Seluruh anggota laboratorium Material For Energy And Environment (MEE) 2016 atas bantuan serta dukungan selama proses penelitian hingga selesai.
5. Seluruh staf maupun karyawan Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas pelayanan yang diberikan sehingga membantu dalam mempermudah semua hal penulis perlukan.

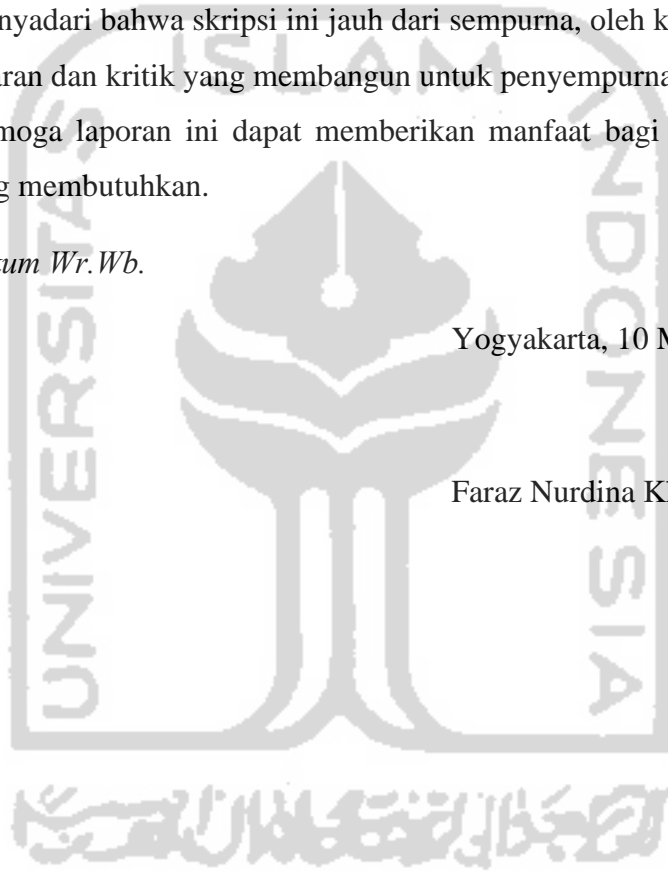
6. Seluruh mahasiswa kimia dan semua pihak yang telah membantu dalam proses penyusunan skripsi ini.
7. Orang tua, keluarga dan teman penulis yang selalu memberikan doa, semangat dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun untuk penyempurnaan di masa yang akan datang. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat bagi penulis maupun semua pihak yang membutuhkan.

*Wassalamu'alaikum Wr.Wb.*

Yogyakarta, 10 Maret 2020

Faraz Nurdina Kholida



**Preparasi Katalis ZnO-Porous Clay Heterostructure (PCH) dengan Metode  
Microwave dan Uji Aktivitas pada Konversi Sitronelal**

**INTISARI**

**FARAZ NURDINA KHOLIDA**

**NIM : 16612055**

Konversi sitronelal menjadi isopulegol dengan katalis ZnO/PCH yang dibantu dengan metode microwave telah dilakukan. Pembuatan katalis ZnO/PCH terdiri dari interkalasi simultan precursor pilar ZnO ke dalam struktur bentonit menggunakan agen templat dari CTMA dibawah irradiasi gelombang mikro yang diikuti dengan metode kalsinasi. Pengaruh rasio bentonit terhadap ZnO terhadap karakter fisikokimia material dipelajari pada 5: 8,86 dan 10: 8,86 gram. Material yang disiapkan dikarakterisasi dengan menggunakan Fourier-Transform Infra Red (FTIR), X-Ray Diffraction, and Gas Sorption Analyzer (BET). Berdasarkan dari hasil penelitian ini, material menunjukkan karakter fisikokimia yang sangat baik serta konversi sitronelal yang tinggi. Material katalis diuji dalam konversi sitronelal dengan menggunakan metode refluks. Aktivitas katalitik sitronelal ditentukan menggunakan Gas Chromatography Mass Spectroscopy (GCMS) dengan variasi waktu 1 jam, 2jam dan 3jam. Hasil dari konversi dan selektivitas terhadap isopulegol menunjukkan bahwa ZnO/PCH-10 memberikan nilai yang lebih tinggi dari pada ZnO/PCH-5 dengan persen konversi pada tiap variasi waktu (1jam, 2jam dan 3 jam) sebesar 66,22%, 82% , 89,92% dan persen selektivitas terhadap isopulegol sebesar 22,48%, 29,47%, 30,39%. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya peningkatan luas permukaan dari bentonit yang dimodifikasi dan material yang menunjukkan aktivitas tinggi terhadap konversi sitronelal menjadi isopulegol.

**Kata Kunci:** *Katalis, Isopulegol, Sitronelal, Gelombang mikro, Bentonit*



## **Microwave-Assisted Preparation of ZnO/Porous Clay Heterostructure (PCH) and Activity Test in Citronellal Conversion**

### **ABSTRACT**

**FARAZ NURDINA KHOLIDA**

**NIM: 16612055**

Conversion of Citronellal into isopulegol by using microwave-assisted ZnO porous clay hetero structure has been conducted. The preparation consist of simultaneous intercalation of zinc oxide pillaring precursor into bentonite structure using templating agent of cetyl trimethyl ammonium bromide under microwave irradiation followed by calcination method. The effect of bentonite to ZnO ratio onto physicochemical character of material was studied on 5:8,86 and 10:8,86 gram. The prepared materials were characterize using Fourier-Transform Infra Red (FTIR), X-Ray Diffraction, and Gas Sorption Analyzer (BET). Based on the result of this research, the material demonstrated excellent physicochemical character as well as high conversion of citronellal. The materials were tested in citronellal conversion under reflux method. The catalytic activity was determined by Gas Chromatography Mass Spectroscopy (GC-MS) with variation of time 1h, 2h and 3h. The result of conversion and selectivity of isopulegol showed that ZnO/PCH-10 give higher values than ZnO/PCH-5 with conversion rate in each time variations (1h, 2h, 3h) 66,22%, 82% and 89,92% and the selectivity 22,48%, 29,47% and 30,39% of isopulegol. The result showed that there is increasing specific surface area of bentonite by modification and the materials were demonstrated high activity in citronellal conversion into isopulegol.

**Keyword:** *Bentonite , Catalyst, Isopulegol, Citronellal, Gelombang mikro, Bentonite*

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	ii
KATA PENGANTAR .....	vi
INTISARI.....	viii
ABSTRACT .....	ix
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
Tabel 1. Kandungan senyawa dalam minyak serih wangi .....	2
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Manfaat Penelitian .....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1. Konversi Sitronelal.....	7
2.2. Heterostruktur Lempung Berpori (PCH) .....	7
2.3. Hipotesis .....	13
BAB III DASAR TEORI .....	14
3.1. Sitronelal.....	14
3.2. Isopulegol .....	15
3.3. Katalis.....	15
3.4. Bentonit.....	17
3.5. Metode Gelombang mikro ( <i>Microwave</i> ) .....	18
3.6. Heterostruktur Lempung Berpori (PCH).....	19

3.6. Siklisasi sitronelal menjadi isopulegol.....	21
3.7. <i>Gas Chromatography Mass Spectroscopy</i> (GC-MS) .....	22
3.8. <i>Fourrier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	23
3.9. X-Ray Diffraction (XRD).....	24
3.10. Gas Sorption Analyzer (GSA) .....	25
<b>BAB IV METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>28</b>
4.1 Alat dan Bahan Penelitian .....	28
4.1.1 Alat Penelitian.....	28
4.1.2 Bahan Penelitian .....	28
4.2. Prosedur Penelitian.....	29
4.2.1. Preparasi katalis ZnO/PCH.....	29
4.2.2. Uji aktivitas katalitik.....	30
4.2.3. Uji Keasaman Katalis.....	30
4.2.4. Karakterisasi katalis .....	31
<b>BAB V PEMBAHASAN .....</b>	<b>32</b>
5.1. Sintesis Katalis.....	32
5.2. Uji Keasaman Katalis.....	34
5.3. Karakterisasi ZnO/PCH dengan XRD .....	37
5.4. Karakterisasi ZnO/PCH dengan <i>Gas Sorption Analyzer</i> (GSA) dengan metode BET .....	40
5.5. Uji Aktivitas Katalitik.....	41
<b>BAB VI KESIMPULAN .....</b>	<b>47</b>
6.1. Kesimpulan.....	47
6.2. Saran.....	47
Daftar Pustaka .....	48

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur stereoisomer sitronelal.....	2
Gambar 2. Mekanisme sintesis heterostruktur lempung berpori (PCH).....	8
Gambar 3. Struktur senyawa sitronelal.....	14
Gambar 4. Struktur senyawa isopulegol.....	15
Gambar 5. Struktur kristal montmorillonit.....	17
Gambar 6. Skema alat gelombang mikro.....	19
Gambar 7. Sintesis heterostruktur lempung berpori (PCH).....	20
Gambar 8. Skema siklisasi sitronelal menjadi isopulegol.....	21
Gambar 9. Skema alat <i>gas chromatography mass spectroscopy</i> (GC-MS).....	22
Gambar 10. Skema alat <i>gas fourrier transform infrared</i> (FTIR).....	23
Gambar 11. Skema alat <i>X-Ray diffraction</i> (XRD).....	25
Gambar 12. Skema alat <i>gas sorption analyzer</i> (GSA).....	26
Gambar 13. Katalis (a) ZnO/PCH-5 (b) ZnO/PCH-10.....	32
Gambar 14. ZnO/PCH pada ruang antar lapis.....	33
Gambar 15. Pembentukan pilar pada katalis ZnO/PCH.....	34
Gambar 16. Spesies piridin pada permukaan padatan.....	35
Gambar 17. Spektrum FTIR (a) ZnO/PCH-5 (b) ZnO/PCH-10 sebelum dan sesudah adsorpsi.....	36
Gambar 18. Difraktogram (a) Montmorillonit (b) ZnO/PCH-5 (c) ZnO/PCH-10.....	37
Gambar 19. Struktur (a) ZnO/PCH (b) ZnO/PCH <i>House of Card</i> .....	38

Gambar 20. Struktur <i>house of card</i> montmorillonit.....	39
Gambar 21. Pola adsorpsi desorpsi montmorillonite, ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10. .....	41
Gambar 22. Konversi Sitronelal menjadi Isopulegol .....	43
Gambar 23. Hasil analisis GCMS hasil reaksi menggunakan katalis (a) ZnO/PCH-5 (b) ZnO/PCH-10.....	44
Gambar 24. Grafik konversi Sitronelal menjadi Isopulegol.....	45
Gambar 25. Grafik Selektivitas Isopulegol .....	45



**DAFTAR TABEL**

Tabel 1. Kandungan senyawa dalam minyak sereh wangi.....	2
Tabel 2. Daftar penelitian hetero struktur lempung berpori dan karakterisasi sitronelal yang pernah dilakukan.....	9
Tabel 3. Difraktogram katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10.....	39
Tabel 4. Hasil karakterisasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10.....	40
Tabel 5. Hasil Uji GCMS.....	44



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Minyak atsiri merupakan minyak mudah menguap atau dapat juga disebut dengan minyak eteris, minyak essensial, atau pun minyak terbang yang mudah menguap pada temperatur kamar tanpa mengalami dekomposisi, tetapi minyak atsiri dapat rusak apabila disimpan dalam jangka waktu yang lama (Doyle dan Mungall, 1980). Minyak atsiri akan berubah warna, aroma dan kekentalan apabila minyak atsiri bereaksi atau berinteraksi langsung dengan oksigen dalam udara, sehingga menyebabkan sifat kimia yang ada dalam minyak atsiri tersebut berubah (Ketaren, 1985). Minyak atsiri tidak larut dalam air, larut dalam pelarut organik, dan berbau harum sesuai dengan tanaman penghasilnya.

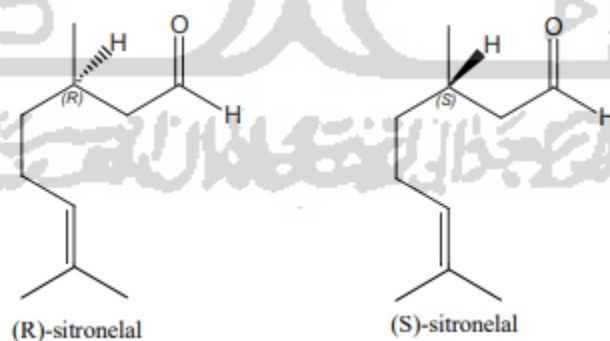
Pada umumnya minyak serih wangi dapat diperoleh dengan metode destilasi atau dengan penyulingan uap dari daun tanaman serih wangi (Sastrohamidjojo, 2004). Minyak serih ini termasuk dalam minyak serih tipe *ceylon* yang diperoleh dari destilasi daun *Cymbopogon winterianus* Jowit, lenabatu. Kegunaan dari minyak atsiri ini yaitu biasa digunakan sebagai insektisida atau penghalau serangga, seperti nyamuk dan semut (Guenther, 1990). Menurut Wijesekara (1973) minyak serih wangi merupakan minyak atsiri yang sangat penting dan merupakan sumber dari beberapa senyawa yang dapat diisolasi, seperti sitronelal, sitronelol, geraniol dan komponen lainnya. Gabungan dari ketiga komponen utama dalam minyak serih yaitu sitronelal, sitronelol dan geraniol yang dikenal sebagai gabungan senyawa yang dapat diasetilasi, dimana dari ketiga senyawa tersebut dapat menentukan bau harum, harga dan nilai minyak serih. Menurut pasar internasional kandungan sitronelal dan jumlah total masing-masing alkohol harus lebih tinggi dari 35%.

Tabel 1. Kandungan senyawa dalam minyak sereh wangi

Kandungan Senyawa	Kadar (%)
Sitronelal	32-45
Geraniol	12-18
Seitronelol	12-15
Geraniol asetat	3-8

Sumber: Guenther, 1990

Kandungan senyawa pada minyak sereh disajikan pada Table 1, citronelal sebagai salah satu komponen utama dari minyak sereh wangi yang tergolong dalam senyawa aldehid dan merupakan senyawa yang sangat mudah bereaksi karena adanya ikatan rangkap (Kaniawati *et al.*, 2004). Morrison (1986) menyebutkan bahwa citronelal merupakan senyawa aldehida tak jenuh dan mempunyai satu atom karbon asimetris (atom karbon kiral) yaitu pada C nomor 3, sehingga mempunyai dua bentuk stereoisomer, atau sepasang enantiomer, (R)-sitronelal dan (S)-sitronelal (Gambar 1). Dimana sepasang enantiomer tersebut dapat dikonversi menjadi pusat asimetris dalam intermediet isopulegol ( $C_{10}H_{18}O$ ) (Iftitah *et al.*, 2010).



Gambar 1. Struktur stereoisomer citronelal

Priatmoko dan Sastrohamidjojo (1990) menyatakan bahwa komponen-komponen minyak sereh wangi yang banyak digunakan dalam industri parfum adalah



sitronelal dan geraniol, sedangkan sitroneal tidak digunakan secara langsung. Oleh karena itu sitronelal dapat dimanfaatkan dengan cara diolah terlebih lanjut agar menjadi bahan yang dapat digunakan serta bermanfaat. Kaniawati *et al.* (2004) juga menyatakan bahwa untuk lebih meningkatkan harga jual dan nilai tambah dari minyak sereh wangi, maka minyak sereh wangi perlu diolah menjadi bentuk isolatnya (seperti mentol, isopulegol, dan isopulegil asetat) yang masing-masing mempunyai aroma khas yang melebihi keharuman dari minyak sereh wangi itu sendiri. Bahan tersebut banyak digunakan dalam berbagai industri (parfum), bahan aditif makanan, sabun dan lain sebagainya.

Pada umumnya untuk melakukan proses konversi sitronelal menjadi isopulegol dilakukan dengan penambahan katalis, fungsi dari penambahan katalis sendiri adalah untuk meningkatkan energi aktivasi untuk mempercepat laju reaksi sehingga menghasilkan senyawa yang diinginkan (Atkins *et al.*, 2009).

Menurut Gates (1992), Katalis merupakan zat yang mampu meningkatkan laju reaksi kimia agar reaksi tersebut berjalan lebih cepat untuk mencapai kesetimbangan tanpa mengalami perubahan kimiawi diakhir reaksi. Katalis tidak mengubah nilai kesetimbangan dan berperan dalam menurunkan energi aktivasi, dimana dengan menurunnya energi aktivasi, maka energi minimum yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukan berkurang sehingga reaksi yang berlangsung berjalan lebih cepat. Secara umum katalis memiliki dua fungsi yaitu mempercepat reaksi menuju kesetimbangan atau fungsi aktivitas dan meningkatkan hasil reaksi akhir atau fungsi selektivitas.

Dalam dunia industri kecil-menengah di Indonesia dijumpai beberapa kesulitan diantaranya adalah proses konversi katalitik yang harus dilalui untuk menghasilkan produk intermediet isopulegol, selain itu dalam dunia konversi katalitik sangat melibatkan katalis dan kebanyakan katalis yang dipilih adalah katalis homogen. Permasalahan dalam penggunaan katalis homogen yaitu tidak dapat digunakan berulang dan tidak ramah lingkungan. Untuk mengatasi masalah ini, penggunaan

katalis heterogen adalah sebagai alternatif dimana katalis heterogen memberikan banyak keuntungan terutama kepraktisan penggunaan produk dan katalis yang dapat digunakan berulang kali karena mudah diregenerasi sehingga lebih ramah lingkungan. Katalis padat berbasis mineral silika-alumina seperti montmorillonit dan lempung lainnya juga banyak digunakan sebagai katalis heterogen (Fuentes *et al.*, 1998).

Bentonit merupakan mineral yang terdiri dari kristal alumino-silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi, dimana ion-ion logam tersebut dapat diganti kation lain tanpa merusak struktur dari bentonit dan dapat menyerap air secara *reversible*. *Montmorillonite* atau yang biasa disebut dengan bentonit ini memiliki kemampuan untuk mengembang, sifat penyukar ion, luas permukaan yang besar dan mudah menyerap air sehingga memungkinkan penggunaannya sebagai adsorben (Wijaya *et al.*, 2003). Selain itu adanya sifat keasaman pada permukaan bentonit terkait dengan asam Bronsted dan asam Lewis memungkinkan penggunaannya sebagai katalis.

Penelitian sebelumnya telah banyak dilaporkan mengenai katalis berbasis pengemban lempung bentonit yang teraktivasi oleh asam, antara lain dengan menggunakan larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), larutan asam klorida (HCL) dan larutan asam nitrat ( $HNO_3$ ) (Mahmuda, 2016). Menurut Ammar *et al.* (2016) produk kimia yang dihasilkan melalui reaksi dengan bantuan katalis yaitu sekitar 85-90%. Dengan menggunakan katalis ZnO/MgFe pada reaksi asetilasi gliserol. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa penambahan katalis dapat meningkatkan konversi dari 29,06% menjadi 100% dengan penambahan 10% katalis ZnO/MgFe (Abulains, 2015). Menurut Fatimah (2020) dengan membandingkan katalis ZnO-terpilar dengan ZnO-lempung heterostruktur berpori (ZnO/PCH), dengan hasil tertinggi dari kedua parameter tersebut adalah ZnO/PCH yang secara linear dapat memengaruhi konversi sitronelal dan selektivitas untuk produksi isopulegol. Yang menunjukkan bahwa ZnO/PCH menghasilkan tingkat konversi 98,9% untuk reaksi 3 jam dan selektivitas 100% untuk produksi isopulegol dan menunjukkan sifat *reusable* serta *green chemistry*.

Pada penelitian ini digunakan konversi sitronelal menjadi isopulegol dengan menggunakan katalis bentonit berpori heterostruktur yang disintesis dari lempung bentonit, yang disebut ZnO/PCH. Preparasi material ZnO/PCH ini dilakukan dengan cara interkalasi Si bersama dengan precursor Zn ke dalam bentonit termodifikasi *cetyl trimethyl ammonium bromide* (CTMA) dan *tetramethylammoniumhydroxide* (TMAOH). Pada lempung bentonit yang teraktivasi oleh asam dengan menggunakan metode microwave. Penggunaan katalis ZnO/PCH yang diimbangkan pada lempung bentonit dimaksudkan untuk mempermudah proses konversi dengan peningkatan laju reaksi. Isopulegol dapat diperoleh dari sitronelal dengan menggunakan metode irradiasi gelombang mikro yang dibantu dengan sintesis organik. Berdasarkan hal tersebut, akan dipelajari karakter fisikokimia katalis ZnO/PCH terhadap sitronelal dari pengaruh lempung bentonit yang termasuk dalam katalis asam (padat) Lewis karena mengandung silicoaluminat terhadap ZnO, dengan perbandingan b/b bentonit dan seng asetat sebanyak 5:8,86 dan 10:8,86.

### **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang diatas maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi katalis ZnO/PCH untuk mengkonversi senyawa sitronelal?
2. Berapa konsentrasi optimum yang dibutuhkan katalis Zno/PCH untuk konversi sitronelal menjadi isopulegol?

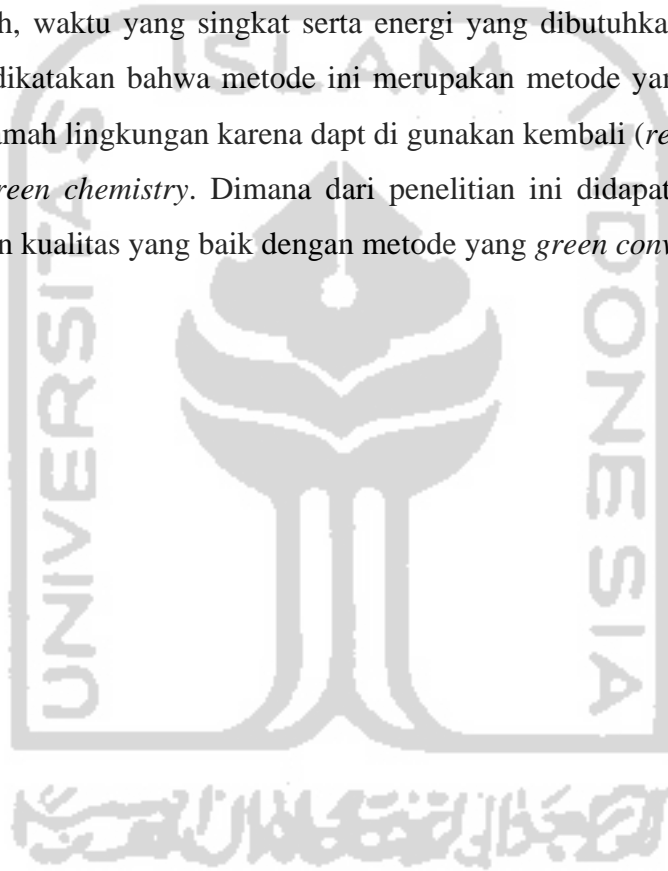
### **1.3 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Dapat mengetahui cara sintesis katalis ZnO/PCH
2. Dapat mengetahui konsentrasi katalis ZnO/PCH optimal yang dibutuhkan untuk konversi sitronelal mejadi isopulegol.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat dikembangkan teknologi konversi sitronelal dari minyak sereh wangi menjadi isopulegol dengan metode gelombang mikro dimana metode ini merupakan metode yang menggunakan suhu yang rendah, waktu yang singkat serta energi yang dibutuhkan rendah. Sehingga dapat dikatakan bahwa metode ini merupakan metode yang efisien dan sederhana, ramah lingkungan karena dapat di gunakan kembali (*reuses*) dan memiliki sifat *green chemistry*. Dimana dari penelitian ini didapatkan hasil isopulegol dengan kualitas yang baik dengan metode yang *green conversion*.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Konversi Sitronelal

Menurut Wijesekara (1973) minyak sereh wangi merupakan minyak atsiri yang sangat penting dan merupakan sumber dari beberapa senyawa yang dapat diisolasi, seperti sitronelal, sitronelol, geraniol dan komponen lainnya. Gabungan dari ketiga komponen utama dalam minyak sereh yaitu sitronelal, sitronelol dan geraniol yang dikenal sebagai gabungan senyawa yang dapat diasetilasi, dimana dari ketiga senyawa tersebut dapat menentukan bau harum, harga dan nilai minyak sereh.

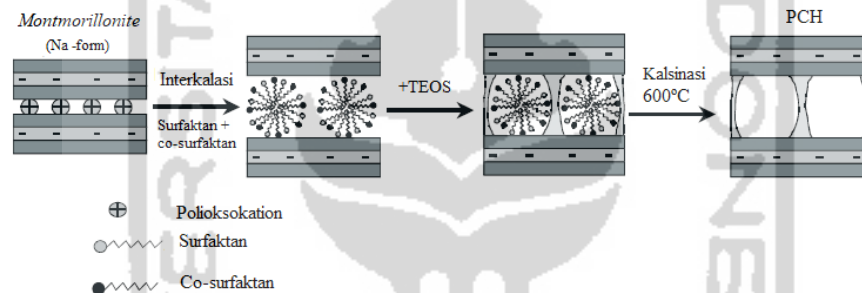
Sitronelal merupakan komponen utama dari minyak sereh wangi, Sastrohmidjojo (1981) telah melakukan pengubahan sitnelal menjadi isopulegol dengan cara siklisasi. Isopulegol penting sebagai senyawa *intermediet* dan mempunyai nilai jual tinggi karena banyak digunakan menjadi *green medicine* serta menjadi intermediate dalam pembuatan mentol ( $C_{10}H_{20}O$ ) yang mempunyai karakteristik bau dan rasa seperti *peppermint* (Bauer, *et al.*, 1998). Dan mentol juga banyak digunakan dalam industry farmasi, industry sabun, dan industrui pasta gigi (Nisyak, 2017).

Menurut Devakumar (1977), proses konversi senyawa sitronelal menjadi isopulegol dengan cara siklisasi terjadi dalam suasana asam. Reaksi siklisasi pada konversi ini dapat berjalan dengan bantuan katalis asam (Imachi, 2007). Proses siklisasi juga dapat digunakan pada kromatografi krom dengan fasa diam silika gel, asam alumina serta dapat juga digunakan lempung aktif seperti zeolit, saponit dan bentonit.

#### 2.2. Heterostuktur Lempung Berpori (PCH)

Pada umumnya, material Heterostuktur Lempung Berpori (PCH) menawarkan suatu peluang bagus untuk bentuk rasional dari sistem katalis heterogen. PCH disintesis pada tahun 1995 oleh Galarneu *et all*, dimana PCH yang menunjukkan sifat asam sangat menjanjikan untuk konversi organik katalitik.

Menurut penelitian yang pernah dilakukan oleh Chmielarz (2009) yang disajikan pada Gambar 2, prosedur sintesis berbasis PCH dari bentonit yaitu ketika muatan negatif dari lapisan lempung diimbangi oleh proton yang terbentuk selama proses dekomposisi dari senyawa organik. Sehingga proton dapat berpindah ke posisi kosong pada lapisan lempung (kekosongan oktahedral pada lempung dioktahedral atau cacat pada lempung trioktahedral). Dimana hal tersebut mengakibatkan potensi dari pengurangan *cation exchange capacity* (CEC) pada PCH. Dan efek ini dapat dibatasi dengan menukar proton untuk kation  $\text{NH}_4^+$  yang terlampau besar untuk berpindah ke lapisan lempung.



Gambar 2. Mekanisme sintesis heterostruktur lempung berpori (PCH)

Hal yang paling penting dari material PCH ini adalah keasaman permukaan. Pusat asam terletak pada permukaan dari lapisan lempung, oleh karena itu keasaman permukaan berkaitan dengan keasaman dari lempung induk yang digunakan untuk sintesis PCH. Macam-macam lapisan kation lempung (fluorohectorite, *montmorillonite*, saponit sintesis, megadiite dan vermiculite) dikarakterisasi dengan keasaman permukaan yang berbeda-beda menggunakan prekursor untuk mensintesis material PCH. Tidak ada atau hanya sedikit konsentrasi situs asam yang terletak di pilar interlayer silika. Keasaman dari material PCH dapat ditingkatkan dengan menggabungkan kation yang cocok (seperti Ti, Al, Zn, dst) pada dinding silika.

Menurut Kumar *et al.* (1995) dalam Falaras *et al.* (2000) dikatakan bahwa aktivasi asam dapat menyebabkan meningkatnya perbandingan Si/Al dalam lempung, meningkatkan keasaman padatan, memperbesar luas permukaan dan menurunkan

kandungan pengotor.

Pada PCH, terbagi menjadi dua tipe situs asam baik yaitu tipe asam Lewis dan asam Bronsted. Tingkat keasaman tersebut (Bronsted dan Lewis) tergantung pada proses pertukaran kation, metode preparasi dan kondisi lempung yang digunakan sebagai bahan awal (lempung induk) (Long dan Yang, 1999).

Menurut penelitian terdahulu Kumar *et al.* (1995) dalam Falaras *et al.* (2000) pernah melaporkan bahwa modifikasi lempung menjadi heterostruktur lempung berpori telah berhasil dilakukan hasil dari modifikasi tersebut menunjukkan bahwa aktivasi asam dapat menyebabkan meningkatnya perbandingan Si/Al dalam lempung, meningkatkan keasaman padatan, memperbesar luas permukaan dan menurunkan kandungan pengotor. Perlakuan asam terhadap bentonit juga akan memperluas permukaan hingga 200-300m<sup>2</sup>/g maka dari itu montmorilonit banyak digunakan sebagai adsorben dalam gas atau senyawa dalam larutan, untuk katalis dan untuk mendapatkan kecepatan reaksi yang tinggi di beberapa proses dan industri kimia.

Tabel 2. Daftar penelitian heterostruktur lempung berpori dan karakterisasi sitronelal yang pernah dilakukan.

Judul Penelitian	Metode	Hasil Penelitian	Peneliti
ZnO-PCH dari saponite sebagai Katalis Ramah Lingkungan untuk Siklisasi Sitronelal	Sintesis ZnO dengan metode pilarisasi, Heterostruktur lempung berpori (PCH), hidotermal dan kalsinasi. Uji aktivitas dengan menggunakan Refluk selama 3 jam.	Diantara kedua parameter Zn / PCH lebih baik daripada di Zn / PIL karena memengaruhi konversi dan selektivitas sitronelal untuk produksi isopulegol. Zn / PCH menunjukkan tingkat konversi 98,9% untuk reaksi 3 jam dan selektivitas 100% untuk	Fatimah <i>et al.</i> , 2020

		produksi isopulegol, dan itu menunjukkan sifat dapat digunakan kembali	
Konversi sitral dan sitronelal menggunakan katalis saponit yang didukung tris (bipiridin) ruthenium (II) di bawah iradiasi gelombang mikro.	Siklisasi sitronelal dengan katalis Ru(Bpy) <sub>3</sub> -PILS dengan uji aktivitas katalitik katalis menggunakan mekanisme transfer hidrogen katalitik dibantu dengan penyinaran gelombang mikro.	katalis Ru(Bpy) <sub>3</sub> -PILS 2.0 menghasilkan presentase konversi yang terbaik dengan total konversi 100% dengan selektivitas terhadap senyawa isopulegol sebesar 89,22% dan mentol sebesar 10,34%.	Fatimah <i>et al.</i> , 2019.
Pengaruh Sulfasi pada Montmorillonit Zirkonia-Terpilar terhadap Aktivitas Katalitik dalam Konversi Citronellal Berbantuan Gelombang mikro	Sintesis Sulfat Zirkonia-terpilar terhadap <i>montmorillonite</i> dengan uji aktivitas katalis menggunakan gelombang mikro (penyinaran gelombang mikro).	Karakterisasi fisikakimia menunjukkan modifikasi S-Zr/MMT terpillar berhasil dalam meningkatkan aktivitas katalitik senyawa. Presentase konversi terbaik dihasilkan dari katalis S-Zr/MMT-15 dengan total konversi sitronelal sebesar 98,52%	Fatimah <i>et al.</i> , 2014
Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Terhadap Pengikatan Kandungan Senyawa Isopulegol pada	Meningkatkan kandungan Isopulegol dalam minyak sereh wangi dengan menggunakan lempung	Kandungan isopulegol mengalami peningkatan dari 12,66% menjadi 14,05% pada bentonit alam; 30,11% pada bentonit teraktivasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Mahmudha dan Nugraha, 2016



Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues-Aceh.	bentonit yang teraktivasi berbagai asam sebagai katalis dengan cara direfluks selama 3 jam.	0,6M; 32,70% pada bentonit teraktivasi HCl 0,5M dan 14,34% pada bentonit teraktivasi HNO <sub>3</sub> 0,1M.	
Heterostruktur lempung berpori Montmorillonit (PCHs) diselingi dengan sintesis dan karakterisasi silika-titaniapilar	Sintesis dan karakterisasi Titania-silika dengan heterostruktur lempung berpori (PCH) yang disintesis pada lempung bentonit dengan menggunakan metode kalsinasi pada suhu 600°C	Gabungan titanium dengan silika terpillar secara signifikan dapat meningkatkan keasaman permukaan terutama pada tipe asam Bronsted. Luas permukaan dan porositas PCH menurun dengan meningkatnya kandungan titanium.	Chmielarz <i>et al.</i> , 2009
Peranan Katalis TiO/SiO <sub>2</sub> -Montmorillonit pada reaksi konversi sitronelal menjadi isopulegol.	Metode kalsinasi 400°C selama 3 jam, karakterisasi keasaman menggunakan metode serapan piridin. Uji aktivitas dengan reaksi siklisasi sitronelal (4 jam).	TiO/SiO <sub>2</sub> -Montmorillonit berperan untuk meningkatkan konversi total reaksi secara signifikan dari 87,80% menjadi 95,53%. Studi kinetika reaksi menunjukkan bahwa dispersi TiO <sub>2</sub> pada SiO <sub>2</sub> -montmorillonit meningkatkan konstanta laju reaksi dengan factor sebesar 1,995.	Fatimah <i>et al.</i> , 2008

<p>Konversi menjadi menggunakan Microwave Organic (MAOS) dengan Variasi Berat Katalis Pt/Zr-MMT</p> <p>Sitronelal Mentol Metode Assisted Synthesis</p>	<p>Metode sintesis organic gelombang mikro (gelombang mikro) (MAOS) yaitu dengan langkah siklisasi dan hidrogenasi.</p>	<p>Berat katalis Pt sangat memengaruhi konversi sitronelal. Hal ini dikarenakan luas permukaan katalis Pt/Zr-MMT dengan berat katalis 0,03 gram lebih besar dibandingkan dengan luas permukaan katalis Pt/Zr-MMT dengan berat 0,01 gram.</p>	<p>Sajidah, 2015</p>
<p>Lempung Berpori Heterostruktur Montmorillonit: Pengaruh Zr dalam struktur dan sifat asam</p>	<p>Heterostruktur tanah berpori (PCH) dengan jumlah yang meningkat Zr disintesis dari <i>montmorillonite</i> alami menggunakan metode sol-gel.</p>	<p>Penyisipan pilar-Si memperluas jarak basal asli montmorillonit menjadi 45,8 Å. Penambahan Zr memiliki efek dalam susunan struktural PCH menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik, peningkatan kepadatan situs asam yang menghasilkan keasaman tipe Brönsted ketika kandungan Zr meningkat.</p>	<p>Cecilia <i>et al.</i>, 2013</p>
<p>Sintesis heterostruktur lempung berpori baru: Pengaruh jenis kosurfaktan</p>	<p>Pembuatan PCH dengan berbagai tipe co-surfaktan</p>	<p>PCH-DDA yang terbentuk dengan perolehan luas permukaan spesifik sebesar 650m<sup>2</sup>/g dan perolehan luas permukaan spesifik sebesar</p>	<p>Garea <i>et al.</i>, 2016</p>

		420m <sup>2</sup> /g oleh PCH-B100.	
Tinjauan: Sintesis, Karakterisasi, Penggunaan dan Heterostruktur Clays	Aplikasi Porous	Heterostruktur lempung berpori (PCH) diperoleh dengan memasukkan <i>bulk</i> kation organik dalam jarak interlayer dari smektit, menyebabkan pembengkakan mineral tanah liat. Dengan metode microwave, pilarisasi, PCH, Kalsinasi, interkalasi, dst	PCH merupakan struktur pori pada lempung yang disintesis menggunakan bahan-bahan yang murah seperti mineral lempung dengan berbagai aplikasi dalam absorpsi. Pemisahan, katalisis dan potensi yang tinggi untuk mengatur untuk memperluas jangkauan aplikasinya.
			Cecilia <i>et al.</i> , 2018

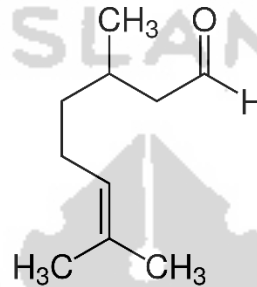
### 2.3. Hipotesis

Berdasarkan penjelasan dalam latar belakang dan tinjauan pustaka, maka didapat hipotesis sebagai berikut:

1. Sintesis katalis ZnO/PCH dapat dilakukan dengan menggunakan metode gelombang mikro.
2. Konversi sitronelal menjadi isopulegol dapat dilakukan dengan metode refluks.
3. Banyaknya konsentrasi katalis ZnO/PCH dapat meningkatkan hasil konversi dan selektivitas terhadap isopulegol.
4. Semakin lama waktu refluks, maka akan semakin meningkatkan produk isopulegol yang dihasilkan.

## BAB III DASAR TEORI

### 3.1. Sitronelal

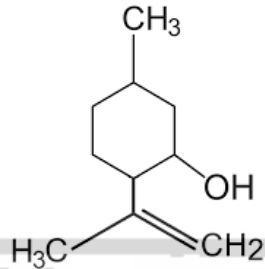


Gambar 3. Struktur senyawa sitronelal

Sitronelal dengan struktur disajikan pada Gambar 3 merupakan salah satu dari tiga komponen utama dalam minyak serih wangi (*Cymbopogon winterianus* Jowit) dengan kandungan sebesar 30-45%. Sitronelal juga memiliki sifat anti jamur yang cukup tinggi. Senyawa sitronelal termasuk dalam senyawa terpenoid yang tergolong dalam kelompok monoterpen yang mampu menekan pertumbuhan jamur pathogen (Knobloch *et al.*, 1989).

Sitronelal adalah dengan kandungan paling besar dalam minyak serih wangi yang merupakan aldehid alisiklik tak jenuh, sedangkan sitronelol dan geraniol merupakan salah satu alkohol alisiklik tidak jenuh. Sitronelal berbentuk cair yang larut dalam alkohol dengan berat molekul 154,25g/mol dengan rumus molekul  $C_{11}H_{16}O$ . Sitronelal mempunyai titik didih  $205^{\circ}C-208^{\circ}C$  dengan berat jenis pada temperatur ruangan 0,848-0,560g/mL. Sitronelal dalam suasana asam akan mengalami siklisasi membentuk isopulegol dan dalam suasana basa akan mengalami polimerisasi (Sastrohamidjojo, 2004).

### 3.2. Isopulegol



Gambar 4. Struktur senyawa isopulegol

Isopulegol memiliki struktur seperti pada Gambar 4 merupakan senyawa yang didapatkan dari isolasi senyawa sitronelal. Isopulegol penting sebagai senyawa intermediet dan mempunyai nilai jual yang tinggi karena banyak digunakan menjadi *green medicine* serta menjadi intermediet dalam pembuatan mentol ( $C_{10}H_{20}O$ ) yang mempunyai karakteristik dan bau seperti *peppermint* (Bauer *et al.*, 1998).

Isopulegol merupakan salah satu senyawa bahan dasar parfum sintetis yang diturunkan dari senyawa sitronelal. Isopulegol memiliki rumus molekul  $C_{10}H_{18}O$  dengan berat jenis 0,904 – 0,911 g/mL. Isopulegol umumnya diperoleh dari siklisasi sitronelal dalam suasana asam.

### 3.3. Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang dapat mempercepat reaksi kimia dan memberi dampak efisiensi proses karena menjadikan ukuran reaktor menjadi lebih kecil dan waktu reaksi yang lebih pendek. Fungsi dari katalis dalam mengarahkan reaksi memberikan dampak pada kemurnian produk yang dihasilkan sehingga proses pemisahan dapat dikurangi dan diperpendek untuk membuat proses menjadi lebih sederhana (Setiawan, 2010).

Katalis adalah pemercepat laju reaksi tanpa memengaruhi kesetimbangan dan tidak memengaruhi energi dari reaktan dan produk. Namun dapat dilihat dari berbagai

instrumen kimia yang kita ketahui bahwa katalis yang terlibat dalam sebuah reaksi mengalami serangkaian perubahan ikatan kimia dengan reaktan selama prose (Nasikin dan Bambang, 2010).

Proses konversi sitronelal menjadi isopulegol berlangsung dalam suasana asam. Peranan asam dalam mekenisme reaksi adalah sebagai katalis dan peranan tersebut dapat berupa katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen dan heterogen telah ditemukan aktif dalam reaksi siklisasi (Setyawan, 2003).

Katalis dibagi menjadi dua jenis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa sama dengan fasa reaktan dan produk reaksi. Kelebihan dari katalis homogen yaitu mempunyai aktivitas dan selektivitas yang tinggi, yaitu tidak mudah terpengaruh oleh keberadaan pengotor, mudah modifikasi, mudah digunakan dan mudah untuk dipelajari (Hagen, 2006). Namun disisilain katalis homogen juga memiliki kelemahan yaitu sulit untuk dipisahkan dari campuran reaksi, biaya yang dibutuhkan mahal, kurang stabil pada suhu tinggi dan limbah yang dihasilkan berbahaya bagi lingkungan dan bersifat korosif (Miessler dan Tarr, 1998). Contoh dari katalis homogen yaitu asam klorida (HCl), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan asam lainnya (Fatimah, 2014).

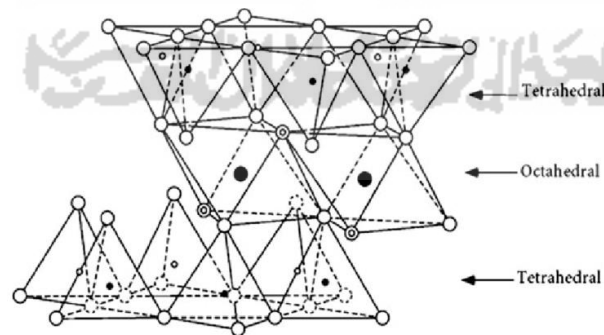
Kebalikan dari katalis homogen, katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan fasa reaktan yang dikatalisis. Katalis heterogen pada umumnya menggunakan katalis padatan dimana interaksi terjadi di permukaan padatan/gas dan cairan/padatan. Pusat dari aktivitas katalis yaitu berada pada permukaan pori pada katalis. Interaksi reaktan dengan pusat aktif katalis dapat berlangsung apabila reaktan berpindah dari fasa cair ke permukaan katalis (Ertl *et al.*, 2008). Katalis heterogen ini juga digunakan sebagai alternatif dari penggunaan katalis homogen, karena katalis heterogen merupakan katalis yang mudah untuk penggunaannya dan merupakan katalis yang dapat digunakan berulang kali, karena mudah diregenerasi sehingga dalam penggunaan katalis heterogen ini lebih ramah

lingkungan. Katalis heterogen yang umum digunakan adalah katalis padat seperti bentonit, saponit, zeolit dan lain-lain (Priatmoko dan Hardjono, 1991).

### 3.4. Bentonit

Bentonit merupakan mineral alam yang terdiri dari kristal alumini-silikat terhidrasi dengan kandungan kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Ion-ion logam tersebut dapat ditukar dengan kation-kation lain tanpa merusak struktur dari bentonit dan dapat menyerap air secara *reversible*. Bentonit juga memiliki kemampuan untuk mengembang, sifat penukar ion, dan mempunyai luas permukaan yang besar serta sifatnya yang mudah menyerap air dapat memungkinkan penggunaan bentonit sebagai adsorben (Wijaya *et al.*, 2003).

Alexandre dan Duboois (2000) menyatakan bahwa, bentonit dapat juga disebut dengan montmorillonit karena lebih dari 80% kandungan dalam bentonit adalah montmorillonit dengan struktur  $M_x(Al_{4-x}XMg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$ . Bentonit terdiri dari tiga lapisan, yaitu lapisan oktahedral yang mengandung ion besi, magnesium, aluminium, dan sebagainya serta dua unit lapisan tetrahedral yang mengandung ion silika. Struktur utama bentonit selalu bermuatan negative walaupun pada muatan octahedral ada kelebihan muatan positif yang akan terdekompensasi oleh kekurangan muatan positif pada lapisan tetrahedral. Struktur kristal bentonit ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur kristal bentonit

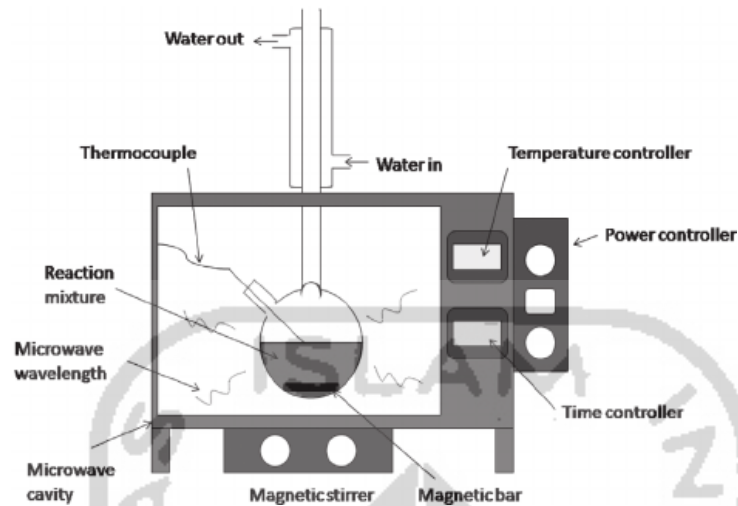
### 3.5. Metode Gelombang mikro (*Microwave*)

Iradiasi gelombang mikro adalah cara cepat pemanasan bahan untuk keperluan rumah tangga, industri dan medis. Gelombang mikro yang bertindak sebagai medan listrik berfrekuensi tinggi dan umumnya akan memanaskan bahan apapun yang mengandung muatan listrik bergerak, seperti molekul polar dalam pelrut atau yang menghantarkan ion dalam padatan (Straus dan Trainor, 1995).

Efek pemanasan dari gelombang mikro ini bertindak sebagai sumber panas internal, dimana penyerapan gelombang mikro dapat memanaskan senyawa target tanpa memanaskan seluruh tungku atau penangas yang menghemat waktu dan energi. gelombang mikro juga mampu memanaskan benda yang cukup tipis di seluruh volumenya (melalui permukaan luarnya), atau dapat dikatakan secara teori menghasilkan pemanasan yang lebih merata (Pizzeti dan Mariana, 2012)

Efek gelombang mikro spesifik adalah efek yang dapat atau mudah ditiru melalui metode pemanasan konvensional. Contohnya seperti, pemanasan yang selektif dari komponen reaksi spesifik, laju pemanasan yang cepat dan gradien suhu seta super *heating* pelarut. Gelombang mikro menawarkan sejumlah keunggulan dibandingkan pemanasan konvensional seperti pemanasan non-kontak (pengurangan panas berlebih pada permukaan material), lebih mengutamakan perpindahan energi dari pada perpindahan panas (radiasi penetrasi), selektivitas material dan pemanasan volumetri, pemanasan awal yang cepat dan berhenti, dan membalikkan efek termal. Selain itu, berkurangnya waktu pemrosesan dalam kondisi gelombang mikro yang ditemukan untuk sejumlah besar reaksi kimia adalah alasan utama bahwa teknik gelombang mikro menjadi begitu menarik bagi ahli kimia, yang, dalam dua dekade terakhir, mulai menerapkan teknik ini sebagai rutinitas dalam latihan sehari-hari (De la Hoz *et al.*, 2005).

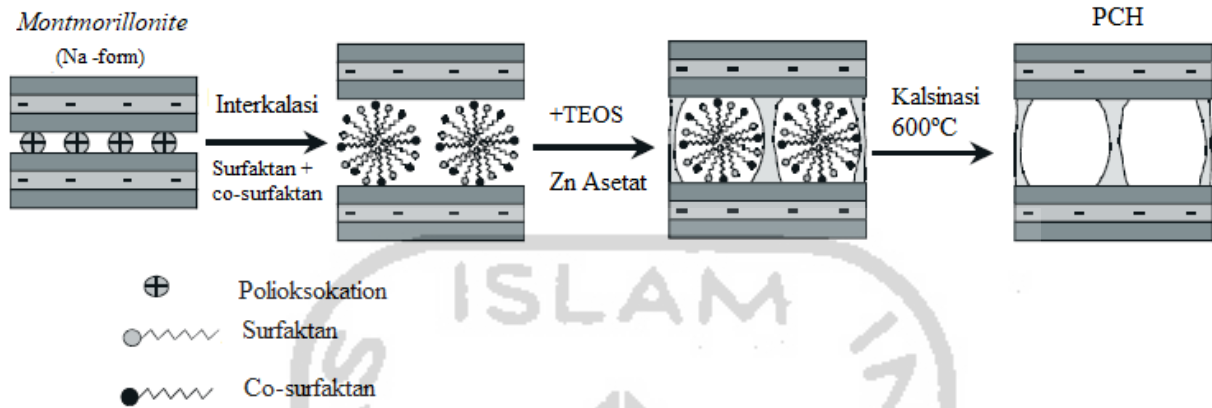




Gambar 6. Skema alat gelombang mikro

### 3.6. Porous Clay Heterostructure (PCH)

*Porous clay heterostructure (PCH)* atau dapat disebut dengan Heterostruktur Lempung Berpori merupakan material dengan struktur gabungan dari mikropori dan mesopori (14-25 Å) dengan distribusi pori yang dapat disesuaikan. Lempung berpori heterostruktur ini juga memiliki struktur organik dengan fleksibilitas tinggi untuk digunakan dalam berbagai aplikasi dan menawarkan peluang khusus untuk mendesain system katalis heterogen. Contoh lempung yang dapat digunakan antara lain seperti vermiculit, beidelit, saponit, bentonit, megadit dan flourohektorit (Galarneu *et al.*, 1997). Kelebihan dari metode lempung berpori heterostuktur ini adalah memiliki stabilitas termal dan hidrotermal yang tinggi, keasaman permukaan yang signifikan, sifat permukaan ion yang signifikan dan selektivitas yang tinggi serta konversi total reaksi yang tinggi (Galarneu *et al.*, 1995).



(Chmielarz, *et al.*, 2009)

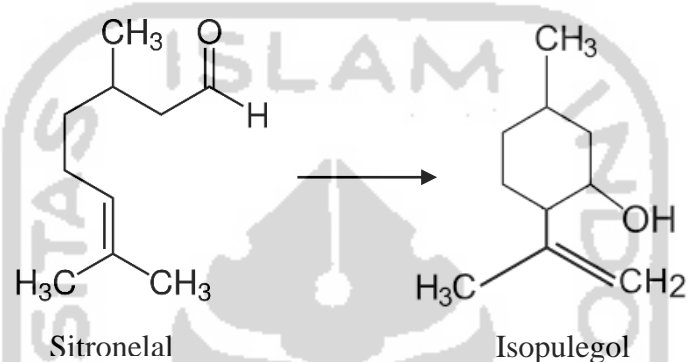
Gambar 7. Sintesis heterostruktur lempung berpori (PCH)

Sintesis berbasis material PCH melibatkan lempung dengan kapasitas penukar kation yang tinggi (misal, lempung smektit atau vermikulit) yang digunakan sebagai pengemban, sintesis ini terjadi ketika muatan negatif dari lapisan lempung yang diimbangi oleh proton yang terbentuk selama proses dekomposisi senyawa organik. Sehingga proton dapat berpindah ke posisi kosong pada lapisan lempung. Sehingga mengakibatkan potensi dari pengurangan *cation exchange capacity* (CEC) atau kapasitas pertukaran kation pada PCH. Untuk mencegah terus berkurangnya kapasitas pertukaran kation, maka proton pada PCH digantikan dengan kation  $\text{NH}_4^+$  yang mana pada  $\text{NH}_4^+$  memiliki muatan proton yang lebih besar sehingga proton tidak dapat berpindah ke lapisan lempung. *Swelling* atau kenaikan antar lapis lempung terjadi akibat penambahan surfaktan dan ko-surfaktan. Kemudian polioksokation logam bersama dengan *tetraethylorthosilicate* (TEOS) akan masuk diantara lapis dan membentuk struktur pilar. Pada proses kalsinasi pilar dari polioksokation terbentuk dan surfaktan pada lempung akan hilang (Chmielarz, *et al.*, 2009).

Menurut Galarneu *et al.*, (1995) menyatakan bahwa yang terpenting dari lempung berpori heterostruktur ini yaitu pada keasaman permukaannya yang terletak

pada permukaan lapisan lempung. Oleh karena itu, keasaman permukaan bergantung pada sifat keasaman dari lempung induk yang digunakan dalam sintesis PCH, dan keasaman PCH ini dapat ditingkatkan dengan penggabungan dari heteroatom (seperti Zn, Ti, Zr, dsb).

### 3.6. Siklisasi sitronelal menjadi isopulegol



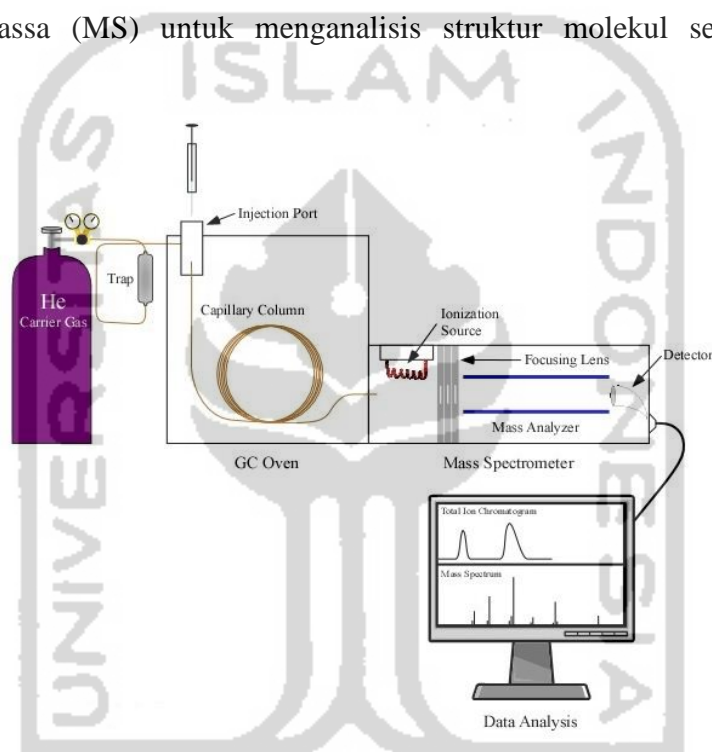
Gambar 8. Skema siklisasi sitronelal menjadi isopulegol

Sitronelal dalam suasana asam akan mengalami siklisasi membentuk isopulegol yang dapat dilihat pada Gambar 8. Isopulegol memiliki dua gugus fungsi yaitu dua ikatan rangkap sebagai alkena dan gugus hidroksil yang berperan sebagai alkohol. Isopulegol merupakan senyawa alkohol tak jenuh yang mempunyai 3 atom C asimetris pada C yang mengikat gugus hidroksil, metil dan isopropena. Sehingga diharapkan mempunyai empat pasang enantiomer atau delapan bentuk stereoisomer yang dapat memutar bidang polarisasi.

Hart (1990) menyatakan bahwa apabila ada dua senyawa asiklik yang bereaksi membentuk suatu senyawa hasil siklik (yang tidak ada tegangan sudutnya), maka pembentukan senyawa isopulegol akan berlangsung relatif cepat apabila senyawa siklik yang terbentuk memiliki sudut yang besar maka kecepatan reaksinya akan relatif lambat. Hal ini terjadi diakibatkan karena nilai dari energi molekul pada rantai terbuka lebih rendah dari pada energi molekul sikliknya.

### 3.7. Gas Chromatography Mass Spectroscopy (GC-MS)

*Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GC-MS) adalah suatu metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisa jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit (Pavia,2006).



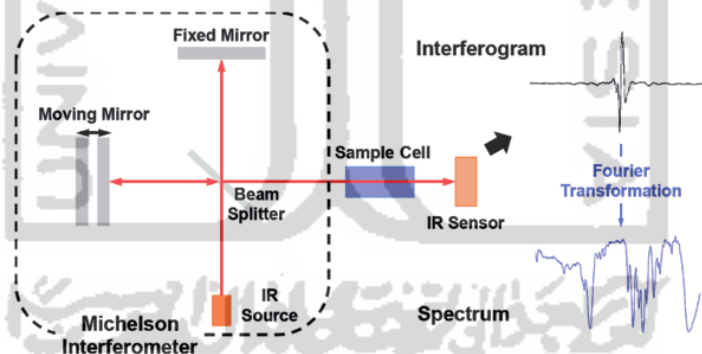
Gambar 9. Skema alat *gas chromatography mass spectroscopy* (GC-MS)

Secara umum GC-MS yang disajikan pada Gambar 9 memiliki tiga konfigurasi utama yaitu GC, konektor dan MS. Prinsip kerja alat GC-MS didasarkan pada perbedaan kepolaran dan massa molekul sampel yang dapat diuapkan. Sampel yang berupa cairan atau gas langsung diinjeksikan ke dalam injektor. Jika sampel berbentuk padatan maka harus dilarutkan pada pelarut yang dapat diuapkan. Aliran gas yang mengalir akan membawa sampel yang diuapkan untuk masuk ke dalam kolom. Komponen-komponen yang ada pada sampel akan dipisahkan berdasarkan partisi diantara fasa gerak (gas pembawa) dan fasa diam (kolom). Hasilnya adalah berupa

volume gas yang kemudian akan dikeluarkan pada spektrofotometer massa sehingga molekul gas itu akan mengalami fragmentasi yang berupa ion ion pasif. Ion akan memiliki rasio yang spesifik antara massa dan muatannya (Seanago *et al.*, 2012).

### 3.8. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Spektroskopi Infra merah atau sering disebut dengan *Fourier Transform Infrared (FTIR)* yang disajikan pada Gambar 10 merupakan instrument yang sangat penting yang dipakai untuk mengidentifikasi senyawa, baik senyawa alami maupun buatan. Dalam bidang fisika bahan, seperti bahan-bahan polimer, inframerah juga dipakai untuk mengkarakterisasi sampel (Basset, 1994). Metode spektroskopi yang digunakan dalam FTIR adalah metode adsorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985).



Gambar 10. Skema alat *gas fourrier transform infrared (FTIR)*

Prinsip kerja dari instrument ini adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikualifikasikan (Syafirdi *et al.*, 2015). Spektroskopi Inframerah berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi suatu senyawa, untuk analisis kualitatif

(identifikasi) dari senyawa organik karena spektrum yang dihasilkan unik dari setiap zat atau senyawa organik dengan puncak struktural yang sesuai dengan fitur yang berbeda. Sayarat suatu senyawa dapat dianalisis dengan menggunakan FTIR yaitu senyawa atau sampel yang berupa serbuk padatan dan termasuk dalam ikatan kovalen (nonlogam) (Silverstein, 2002).

### 3.9. X-Ray Diffraction (XRD)

*X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. Proses difraksi sinar-x tersebut dapat mengidentifikasi struktur, ukuran butir, unsur dan parameter kisi suatu kristal (Frank *et al.* 2011). XRD merupakan teknik analisis non-destruktif untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kuantitatif tentang bentuk-bentuk berbagai kristal, yang disebut dengan fase. Identifikasi diperoleh dengan membandingkan pola difraksi dengan sinar-x. XRD dapat digunakan untuk mengukur macam-macam keacakan, penyimpangan kristal dan karakterisasi material kristal serta bahan-bahan penyusunnya. XRD juga mengidentifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat (Jamaludin,2010).

Prinsip dasar difraksi sinar-x terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-x oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-x dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Selain itu sinar-x yang dihasilkan dari suatu logam tertentu memiliki panjang gelombang tertentu, sehingga dengan melakukan variasi besar sudut pantulan sehingga terjadi pantulan elastis yang dapat dideteksi. Maka menurut hukum Bragg, jarak antar bidang atom dapat dihitung dengan data difraksi yang dihasilkan pada besar sudut-sudut tertentu. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-x untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Hukum Bragg (Karyasa, 2013):

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad ; (n = 1,2,3,4 \dots)$$

Keterangan :

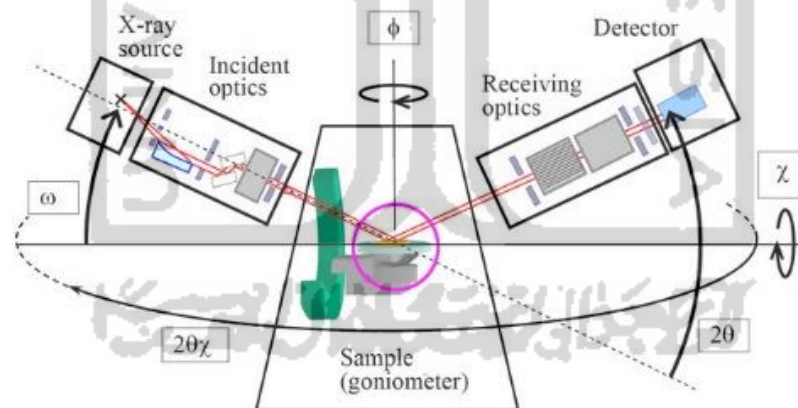
$\lambda$  =panjang gelombang sinar-x yang digunakan,

$d$  = jarak antara dua bidang kisi,

$\theta$  = sudut antara sinar datang dengan bidang normal,

$n$  = bilangan bulat yang disebut orde pembiasan.

Jika berkas sinar-x dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-x yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap dengan detektor, kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (3D). Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-x untuk hampir semua jenis material standar ini disebut XPDS (Warren, 1969). Berikut merupakan skema alat XRD:



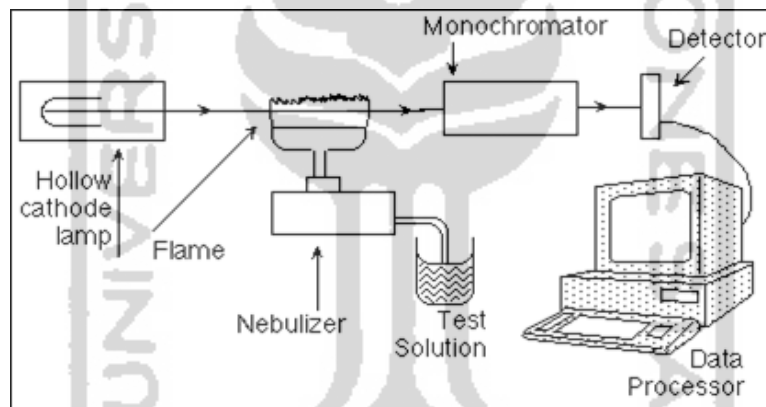
Gambar 11. Skema alat X-Ray diffraction (XRD)

### 3.10. Gas Sorption Analyzer (GSA)

*Gas Sorption Analyzer* (GSA) atau yang sering disebut dengan *Surface Area Analyzer* (SAA) yang disajikan pada Gambar 12 merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi material. Alat ini khususnya berfungsi untuk menentukan luas

permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan (karim *et al.*, 2011).

Prinsip kerja dari alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan biasanya suhu didih dan gas tersebut. Alat tersebut pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu secara sederhana, jika diketahui beberapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu maka diketahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, sehingga luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung (Rosyid, 2012).



Gambar 12. Skema alat *gas sorption analyzer* (GSA)

Tentunya telah banyak teori dan model perhitungan yang dikembangkan para peneliti untuk mengubah data yang dihasilkan alat menjadi data luas permukaan, distribusi pori, volume pori dan lain sebagainya (Hartini *et al.*, 2015). Misalnya untuk menghitung luas permukaan padatan yang paling banyak digunakan adalah teori BET. Teori BET (Brunauer-Emmet-Teller) menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis (Chen, 2012). Teori BET juga menjelaskan mengenai fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas pada permukaan zat padat). Banyaknya molekul gas yang diadsorpsi tergantung



dengan luas permukaan zat padatnya. Oleh karena itu teori BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat. Selain itu, metode BET juga dapat digunakan untuk menentukan porositas suatu zat padat yang berpori (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).



## **BAB IV**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Pembuatan katalis ZnO/PCH dilakukan untuk digunakan dalam proses pembentukan isopulegol dari sitronelal dengan optimal. Dengan menggunakan metode refluks ini dapat mengkonversi sitronelal yang terkandung dalam minyak sereh menjadi isopulegol.

#### **4.1 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **4.1.1 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, sendok sungs, spatula, cawan porselen, gelas Beaker, magnetic stirrer, pipet volum, propipet, kaca arloji, batu didih, corong gelas, alat refluks, labu alas bulat leher tiga, termometer, desikator, oven, alat microwave, dan Furnace. Dan dikarakterisasi dengan menggunakan *Spektrofotometer UV-Vis* (Hitachi UH5300), *X-Ray diffraction* (XRD) (Shimadzu X-6000), *Fourier transform infra-red spectroscopy* (FTIR) (Perkin-elmer) dan *Scanning Electro Microscope* (SEM) , *Gas sorption analyzer* (GSA), *Gas cromatografy and mass spectrometry* (GC-MS).

##### **4.1.2 Bahan Penelitian**

Lempung mineral yang digunakan untuk sintesis Porous Clay Heterostructure (PCH) adalah bentonit yang diperoleh dari Pacitan. *cetyltrimethylammonium bromide* (99%) (Bio Basic Inc.), isopropanol (99,9%), *tetramethylammoniumhidroxide* (TMAOH) (Merck KgaA), *tetraethylorthosilicate* (TEOS) (98%) (Merck KgaA), zink acetate dihydrate (Merck KgaA), kertas saring wattman , piridin, sitronelal (98%) (TCI,Jepang) dan akuades.

## **4.2. Prosedur Penelitian**

### **4.2.1. Preparasi katalis ZnO/PCH**

#### **4.2.1.1. Pembuatan larutan bentonit**

Preparasi bentonit ini diawali dengan cara menimbang 5 gram CTMA dan 5 gram dan 10 gram bentonit yang dilarutkan dalam 300ml akuades dalam gelas beker 500ml, kemudian di stirrer selama 24 jam. Dan ditambahkan sebanyak 1 gram TMAOH ke dalam larutan yang sama kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* kembali selama 4 jam. Dalam preparasi ini dibuat dua variasi konsentrasi bentonit yaitu bentonit 5gram dan bentonit 10 gram, dengan mcara preparasi bentonit yang sama. Larutan ini dapat dikatakan sebagai larutan pertama untuk membuat katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10.

#### **4.2.1.2. Pembuatan agen pemilar**

Pembuatan agen apenilar ini dilakukan dengan menimbang sebanyak 8,86 gram Zn Asetat, 25ml Isopropanol dan 5ml TEOS dalam gelas beker 100ml. kemudian semua bahan tadi diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 6 jam. Larutan ini dapat dikatakan sebagai larutan kedua untuk membuat katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10

#### **4.2.1.2. Pembuatan katalis dengan metode gelombang mikro**

Larutan bentonit dan agen pemilar yang telah disiapkan dimasukkan dalam satu wadah dan diaduk sampai homogen. Setelah itu dilakukan irradiasi gelombang mikro dengan menggunakan gelombang mikro selama 30 menit (100 watt). Larutan hasil gelombang mikro disaring, kemudian endapan dicuci dengan 1 liter akuades. Endapan kemudian dikeringkan dengan cara dipanaskan dengan menggunakan oven selama 24 jam dengan suhu 100 °C. Setelah kering endapan di kalsinasi selama 3 jam dengan suhu 600 °C dan ZnO/bentonit berpori heterotruktur dapat digunakan sebagai katalis.

#### 4.2.2. Uji aktivitas katalitik

Serangkaian alat refluks dipasang dan di rangkai dengan baik, kemudian dimasukkan sebanyak 10 ml sitronelal, 10 ml isopropanol dan ditimbang 0,2 gram tiap variasi katalis ZnO/PCH yang selanjutnya dimasukkan kedalam labu alas bulat leher tiga dimana leher utama dipasangkan dengan kondensor, leher kedua dipasangkan dengan termometer dan leher ketiga di tutup dengan karet. Kemudian dilakukan refluks dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam dan 3 jam serta dijaga suhu antara 60 °C sampai 70 °C. Setelah proses refluks larutan kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring wattman dan didapatkan filtrat dan endapan, filtrat kemudian ditampung dalam botol vial kecil diberi label. Yang selanjutnya akan diuji dengan menggunakan GC-MS.

Hasil isolat yang diperoleh dari hasil refluks selanjutnya dihitung hasil konversi sitronelal menjadi isopulegol (yield). Rumus yang digunakan untuk menghitung yield konversi sitronelal menjadi isopulegol adalah :

$$\% \text{ Konversi: } \left( \frac{\text{Luas area sitronelal standar} - \text{Luas area sitronelal sampel}}{\text{Luas area standar sitronelal}} \right) \times 100\%$$

Selektivitas katalis ZnO/PCH terhadap isopulegol juga ditentukan dan dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ Selektivitas terhadap isopulegol: } \left( \frac{\text{Luas area isopulegol}}{\text{Luas area total} - \text{luas sitronelal}} \right) \times 100\%$$

#### 4.2.3. Uji Keasaman Katalis

Uji keasaman katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dilakukan dengan metode penyerapan piridin. Ditimbang krus kosong, kemudian timbang serbuk katalis sebanyak 1 gram masukkan dalam krus kosong dan dikeringkan dalam oven selama 24 jam dengan temperatur 100 °C. Timbang kembali berat krus yang berisi katalis. Setelah itu dimasukkan ke dalam desikator bersama dengan larutan piridin dimana akan terjadi proses penguapan piridin. Proses penguapan piridin dalam desikator akan berlangsung

selama 24 jam dimana katalis akan mengadsorpsi piridin. Kemudian katalis ditimbang dan diuji dengan menggunakan FTIR.

#### 4.2.4. Karakterisasi katalis

Sampel yang sudah dilakukan kalsinasi kemudian di karakterisasi untuk mengetahui morfologi permukaan dan analisis unsur sampel dievaluasi dengan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) dan untuk penyelidikan luas permukaan spesifik sampel katalis diukur sesuai dengan *Gas sorption analyzer* (GSA) metode Brunauer-Emmett-Teller (BET).

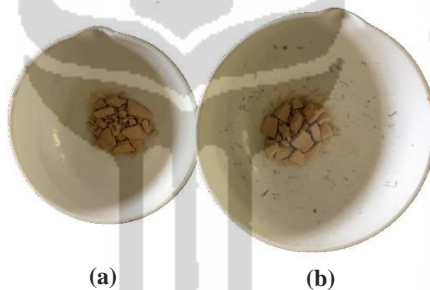


## BAB V

### PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dibahas tentang uji aktivitas sitronelal dari minyak sereh menjadi isopulegol dengan katalis ZnO/PCH menggunakan metode gelombang mikro. Pengujian aktivitas katalitik katalis dilakukan dengan menggunakan metode refluks dengan variasi konsentrasi yang kemudian dianalisis menggunakan GC-MS. Preparasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dilakukan dengan menggunakan metode microwave, karakterisasi dilakukan dengan FTIR, XRD dan GSA menggunakan metode BET.

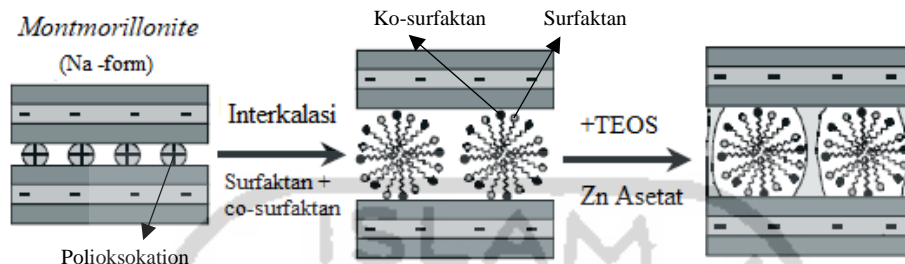
#### 5.1. Sintesis Katalis



Gambar 13. Katalis (a) ZnO/PCH-5 (b) ZnO/PCH-10

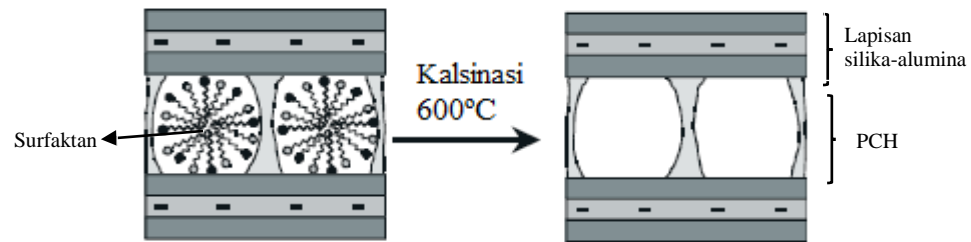
Katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 yang terbentuk disajikan pada Gambar 13, Sintesis katalis pada penelitian ini menggunakan metode *microwave*. Metode gelombang mikro merupakan cara cepat pemanasan bahan untuk keperluan rumah tangga, industri dan medis. Gelombang mikro menawarkan sejumlah keunggulan dibandingkan pemanasan konvensional seperti pemanasan non-kontak (pengurangan panas berlebih pada permukaan material), lebih mengutamakan perpindahan energi dari pada perpindahan panas (radiasi penetrasi), selektivitas material dan pemanasan volumetri, pemanasan yang singkat dan dapat membalikkan efek termal. Selain itu, berkurangnya waktu pemrosesan dalam kondisi gelombang mikro yang ditemukan

untuk sejumlah besar reaksi kimia dan membutuhkan energi yang kecil adalah alasan utama untuk digunakan para kimiawan dalam ranah kimia hijau.



Gambar 14. ZnO/PCH pada ruang antar lapis

Proses sintesis katalis ZnO/PCH diawali dengan interkalasi CTMA yang disajikan pada Gambar 13. Interkalasi CTMA bertujuan untuk menaikkan jarak antar lapis silika. Setelah itu ditambahkan dengan TMOH yang berfungsi untuk menstabilkan CTMA. Selanjutnya dimasukkan larutan pemilar. Pembuatan larutan pemilar dilakukan dengan menggunakan seng asetat sebanyak 8,86 g sebagai sumber logam Zn, dan ditambahkan TEOS yang dilarutkan dalam 25 ml isopropanol yang kemudian dilakukan pengadukan selama 6 jam. Proses pengadukan ini dilakukan agar larutan menjadi homogen secara merata. Setelah proses pengadukan selesai kemudian larutan pemilar dengan larutan pertama dicampurkan dan dipanaskan dalam oven microwave selama 30 menit dengan menggunakan daya sebesar 100 watt. Penggunaan dari gelombang mikro ini dapat dikatakan sangat efektif karena menggunakan daya yang rendah dengan waktu yang cepat serta panas yang di hasilkan gelombang mikro yang langsung ditembakkan pada katalis membuat hasil dari penggunaan metode gelombang mikro lebih bagus. Penggunaan gelombang mikro sendiri juga termasuk dalam metode green chemistry karena tidak mengandung produk samping. Setelah 30 menit kemudian larutan di saring dan di pisahkan endapan dan filtrat. Endapan yang dihasilkan di bilas dengan 1 liter akuades. Endapan yang didapat kemudian dipanaskan dengan menggunakan oven pada rentan suhu 100 °C selama 24 jam. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan kadar air dalam endapan.



Gambar 15. Pembentukan pilar pada katalis ZnO/PCH

Tahap selanjutnya adalah proses kalsinasi yang dapat dilihat pada Gambar 14 dengan menggunakan alat *Furnace*, yang dipanaskan secara bertahap dan perlahan sampai dengan suhu 600 °C selama 3 jam. Menurut Galambos *et al.*, (2010), untuk meningkatkan sifat katalitik pada bentonit, maka perlu dilakukan modifikasi struktur bentonite melalui proses PCH yaitu proses distribusi logam pada bentonit melalui interkalasi oleh agen pemilar berupa kation hidroksi logam ke dalam antar lapis silika pada truktur lempung melalui pemanasan pada kalsinasi, kation hidroksi logam pada antar lapis struktur akan mengalami dehidrasi dan dehidroksilasi yang menghasilkan oksida logam pada antar lapis silikat sehingga memiliki stabilitas termal yang tinggi dan menghasilkan ruang interlayer dalam dimensi molekular.

Tahap kalsinasi merupakan proses terbentuknya pilar-pilar oksida logam ZnO yang memisahkan lapisan silikat lempung bentonit seperti yang ditunjukkan pada Gambar 14. Pada proses kalsinasi ini terjadi dehidrasi dan dehidroksilasi sehingga polioksokation Zn akan berubah menjadi seng oksida stabil yang nantinya akan berperan sebagai tiang yang akan menjaga jarak antar lapisan. Disamping itu, juga akan terjadi pelepasan proton ( $H^+$ ) yang akan menetralkan muatan lempung.

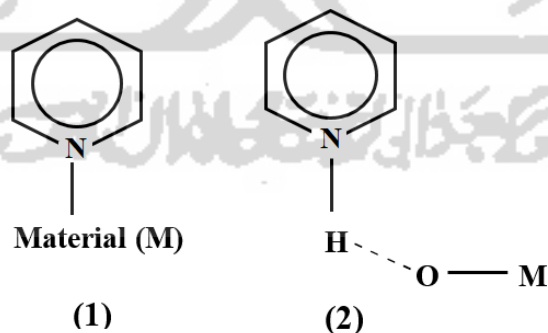
## 5.2. Uji Keasaman Katalis

Uji keasaman permukaan katalis dipelajari dengan menggunakan metode serapan piridin yang dilanjutkan dengan menggunakan FTIR. Aktivitas dan selektivitas dalam mekanisme reaksi isopulegol dapat ditentukan dari peran asam Lewis dan Bronsted. Spektrum sampel katalis ZnO/PCH-5 dibandingkan dengan ZnO/PCH-10. Telah

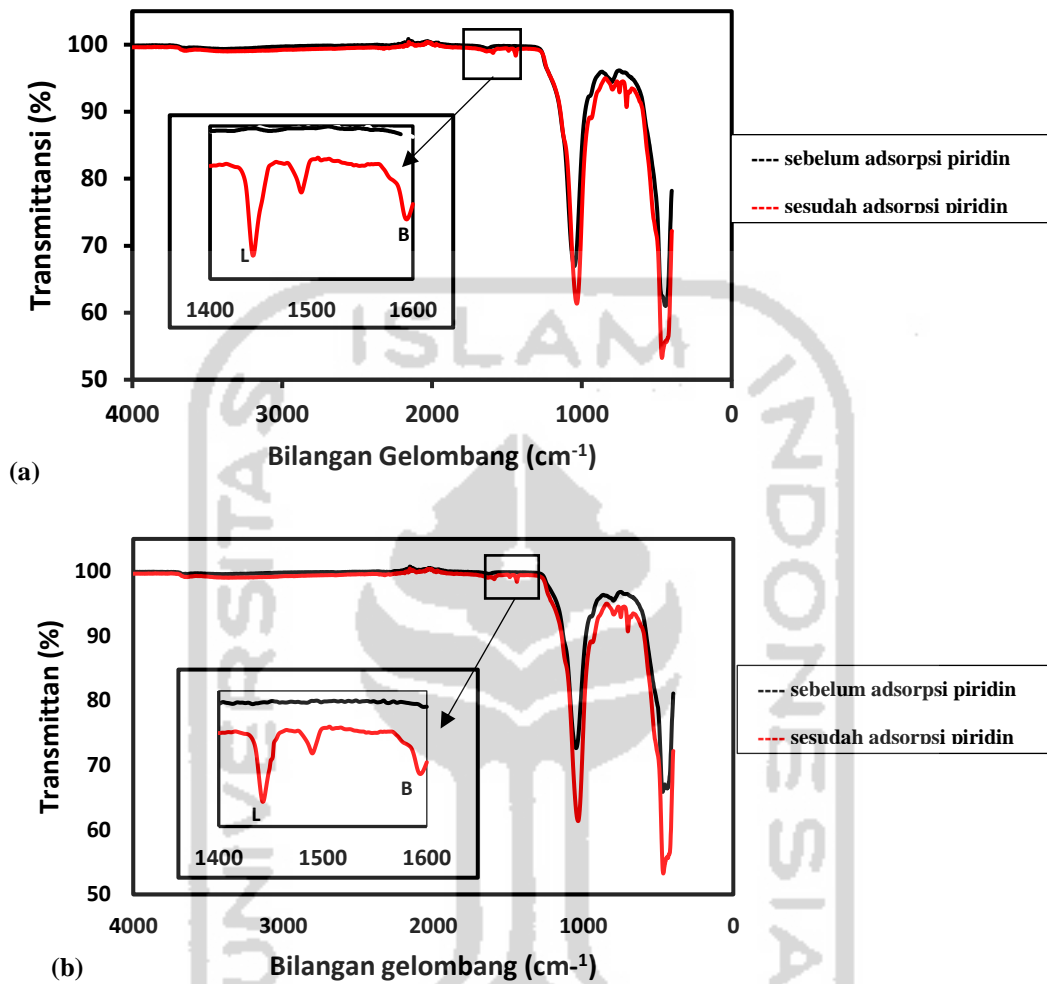


dilaporkan oleh (Layman *et al.*, 2003) pada proses penentuan keasaman suatu katalis harus diperlukan *probe* yang akan berinteraksi dengan katalis pada sisi katalitiknya. Pada penelitian ini, jenis *probe* yang digunakan adalah piridin, karena dilihat dari karakteristik dan sifat piridin yang merupakan basa lewis dan lebih stabil dan selektif dibandingkan dengan amonia. Selain itu, piridin lebih mudah teradsorpsi daripada CO dan CH<sub>3</sub>CN dan lebih sensitif jika dibandingkan dengan NO (Zaki *et al.*, 2001).

Piridin merupakan senyawa yang bersifat basa yang kemudian teradsorpsi pada permukaan katalis yang sifatnya asam. Ketika semakin banyak piridin yang terserap, maka intensitas dari spectrum IR yang dihasilkan akan semakin tinggi. Spesies-spesies piridin yang terbentuk melalui interaksi dengan katalis disajikan pada gambar 16. Spesies pertama merupakan spesies Lewis-piridin yang terbentuk dari ikatan koordinasi piridin melalui pasang elektron bebas atom nitrogen dari Zn permukaan. Spesies kedua merupakan Bronsted-piridin yaitu ion piridinium yang terbentuk dari adanya transfer H<sup>+</sup> dari keasaman Bronsted-OH<sup>2+</sup> pada struktur lempung dengan piridin. Vibrasi yang menunjukkan gugus piridin muncul pada daerah serapan 1400-1700 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan untuk asam Bronsted-piridin muncul pada daerah 1540 cm<sup>-1</sup> dan pita serapan pada daerah 1450-1455 cm<sup>-1</sup> untuk situs asam Lewis-piridin.



Gambar 16. Spesies piridin pada permukaan padatan (1) asam Lewis (2) asam Bronsted



Gambar 17. Spektrum FTIR (a) ZnO/PCH-5 (b) ZnO/PCH-10 sebelum dan sesudah adsorpsi

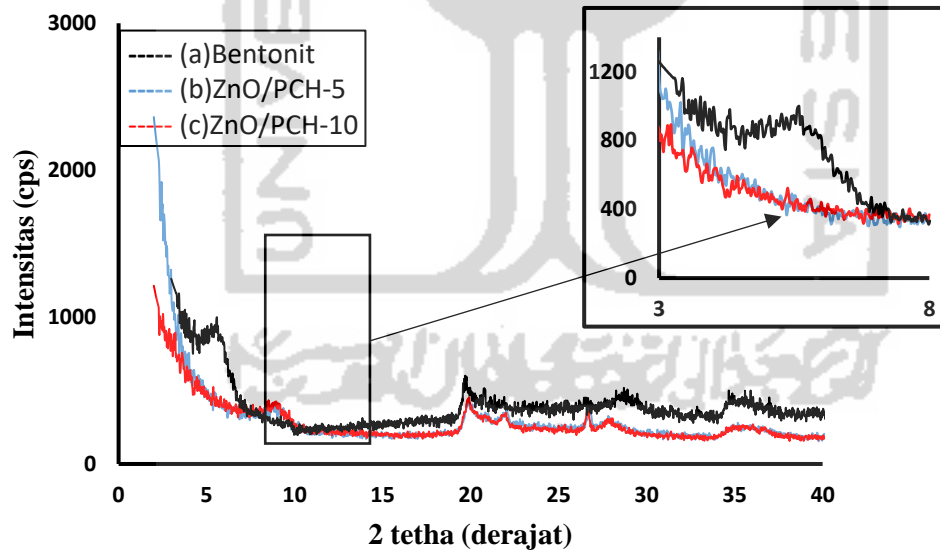
Instrumen FTIR yang digunakan dalam percobaan kali ini ditujukan untuk mengetahui sifat keasaman katalis ZnO/PCH. Rasio asam Lewis dan Bronsted dapat ditinjau dari hasil perhitungan perbandingan dengan rumus :

$$\text{Rumus perbandingan : } \frac{\text{intensitas asam Lewis}(1450\text{cm}^{-1})}{\text{Intensitas asam Bronsted}(1540\text{cm}^{-1})}$$

Pada gambar 17 menunjukkan bahwa spektrum ZnO/PCH-5 merupakan situs asam Lewis sebesar 0,99 dan untuk spektrum ZnO/PCH-10 sebesar 1,00. Dari hasil perbandingan rasio tersebut dapat disimpulkan bahwa dari kedua katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dengan metode gelombang mikro cenderung menghasilkan sifat asam Lewis dilihat peak tertinggi dari grafik FTIR.

### 5.3. Karakterisasi ZnO/PCH dengan XRD

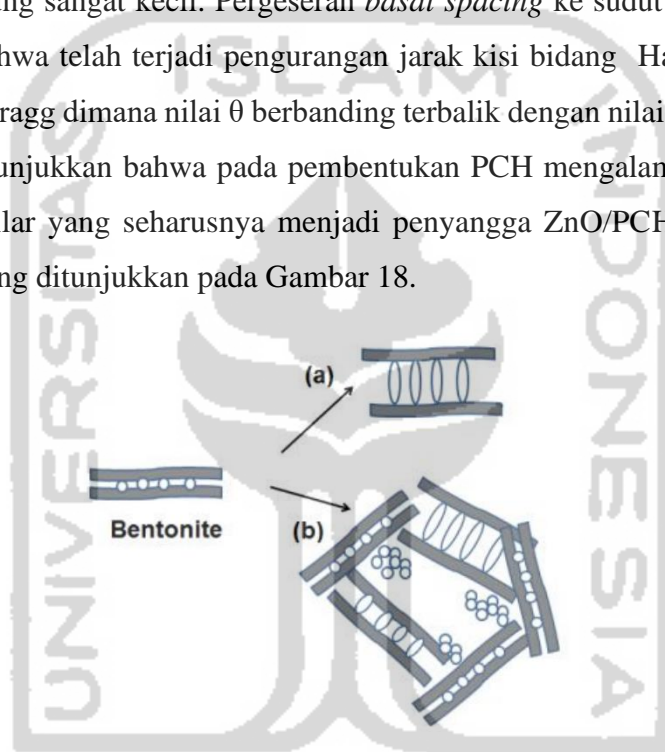
Karakterisasi dengan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) pada penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui terbentuknya katalis bentonit berpori heterostruktur ZnO yang dapat diidentifikasi melalui adanya pergeseran puncak *basal spacing* ( $d_{001}$ ). Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini berupa difraktogram yang menggambarkan data informasi mengenai perubahan *basal spacing* dan kristalinitas dari suatu material dengan ditunjukkannya puncak-puncak pada beberapa sudut difraksi  $2\theta$ .



Gambar 18. Difraktogram (a) Bentonit (b) ZnO/PCH-5 (c) ZnO/PCH-10

Gambar 18 menunjukkan hasil difraktogram perbandingan antara bentonit, ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10. Bentonit alam mempunyai sudut  $2\theta$  sekitar  $5,83^\circ$

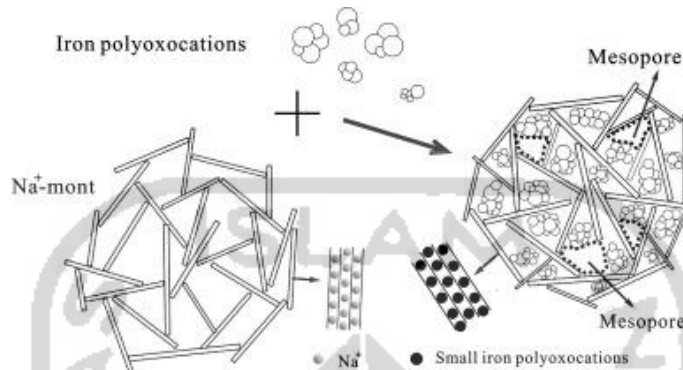
dengan nilai  $d$  sebesar  $15,12 \text{ \AA}$ . Hasil difraktogram ZnO/PCH yang disintesis dengan menggunakan metode gelombang mikro menunjukkan adanya pergeseran jarak interlayer ( $d_{001}$ ) ke arah kanan sehingga menunjukkan sudut yang lebih besar yaitu untuk ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 yang berada pada sudut  $2\theta$  sekitar  $8,57^\circ$  ( $d=10,31 \text{ \AA}$ ) dan  $8,93^\circ$  ( $d=9,891 \text{ \AA}$ ) yang menunjukkan bahwa luas permukaan yang dihasilkan lempung sangat kecil. Pergeseran *basal spacing* ke sudut yang lebih besar menunjukkan bahwa telah terjadi pengurangan jarak kisi bidang. Hal tersebut sesuai dengan hukum Bragg dimana nilai  $\theta$  berbanding terbalik dengan nilai jarak bidang kisi ( $d$ ). Hal ini menunjukkan bahwa pada pembentukan PCH mengalami *house of card*. Dalam hal ini pilar yang seharusnya menjadi penyangga ZnO/PCH tidak beraturan karena runtuh yang ditunjukkan pada Gambar 18.



Gambar 19. Struktur (a) ZnO/PCH (b) ZnO/PCH *House of Card*

Dapat dilihat dari gambar 18 bahwa kerangka kedua katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 ini masuk dalam 3D-*house of card*. Zhu dan Lu (2000) mengatakan bahwa *house of card* terjadi karena kekuatan antarmuka yang kuat dari air yang menyebabkan kerusakan mikropori selama proses pengeringan, hal ini disebabkan oleh pori-pori yang lebih kecil memiliki tegangan antarmuka yang lebih tinggi dan lebih mudah untuk rusak. Sehingga pada penelitian ini *house of card* terjadi pada kedua katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 saat proses kalsinasi dengan suhu  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  yang

dimungkinkan masih terkandungnya air pada katalis. Berikut merupakan mekanisme house of card yang terdapat pada Gambar 19 dan 20.



Gambar 20. Struktur *house of card* bentonit

Keberhasilan pembentukan ZnO/PCH dengan metode gelombang mikro ini ditunjukkan dengan adanya beberapa refleksi yang menunjukkan keberadaan ZnO yang disesuaikan dengan data JCPDS (*Joint Comminttee of Powder Diffraction Standars*) No 036-1451 yang dapat dilihat dari Tabel 3.

Tabel 3. Difraktogram katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10

ZnO/PCH-5 ( $2\theta$ )	ZnO/PCH-10 ( $2\theta$ )	JCPDS (N 036-1451) ( $2\theta$ )
8,57	8,93	-
22,09	22,01	-
27,87	27,90	-
35,61	35,41	36,25
61,69	61,66	62,86

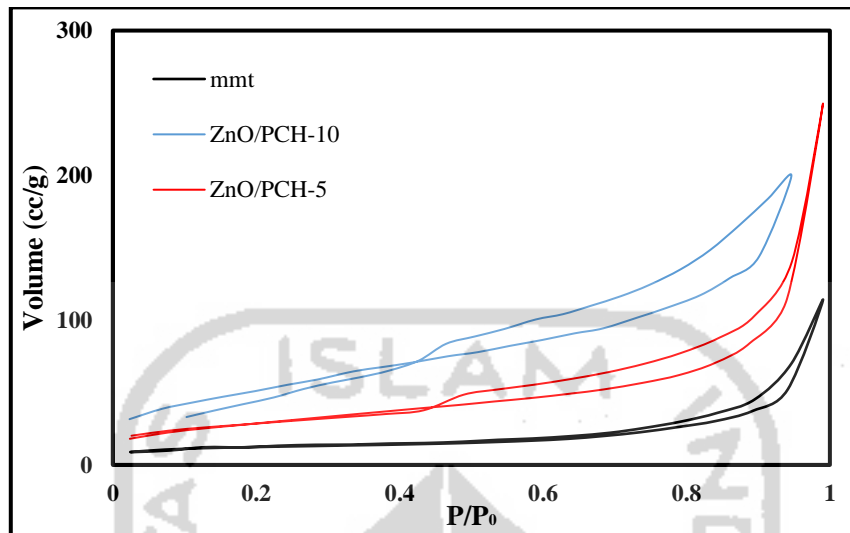
Hasil difraksi katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dibandingkan dengan JCPDS ZnO dapat diambil kesimpulan bahwa proses mobilisasi ZnO oleh bentonit telah berhasil dilakukan sesuai dengan sudut  $2\theta$  yang mengindikasikan adanya ZnO pada sudut  $35,61^\circ$  dan  $61,69^\circ$  untuk ZnO/PCH-5 serta  $35,41^\circ$  dan  $61,66^\circ$  untuk ZnO/PCH-10.

#### 5.4. Karakterisasi ZnO/PCH dengan *Gas Sorption Analyzer* (GSA) dengan metode BET

Karakterisasi dengan menggunakan *Gas Sorption Analyzer* (GSA) pada penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui luas permukaan katalis antara ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dengan menggunakan metode BET. Salah satu hal penting dalam aktivitas katalitik dalam suatu material adalah luas permukaan material tersebut. Dalam karakterisasi luas permukaan ini digunakan metode BET, dimana pada metode ini ditujukan untuk mengetahui distribusi volume ukuran pori terhadap bahan yang akan disintesis dari pola adsorpsi dan desorpsi. Hasil dari grafik isotherm atau pola adsorpsi desorpsi yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 20. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pada katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 (Gambar 21) menunjukkan pola isotherm tipe V, dimana kurva jenis ini dihasilkan dari padatan adsorben (bentonit) dengan distribusi ukuran pori berada pada mesopori yaitu 14-25 Å dan diameter pori antara 2-50 nm.

Tabel 4. Hasil karakterisasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10

Katalis	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Volume Pori (cc/g)	Jari-jari pori (nm)
Bentonit	76,02	0,12	-
ZnO/PCH-5	105,39	0,65	0,94
ZnO/PCH-10	188,78	1,14	0,95



Gambar 21. Pola adsorpsi desorpsi bentonit, ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10.

Hasil pola adsorpsi desorpsi menyajikan informasi luas permukaan, jari-jari pori dan volume pori yang disajikan pada Tabel 4, dimana dapat dilihat bahwa luas permukaan ZnO/PCH-10 sebesar  $188,78 \text{ m}^2/\text{g}$  yang dibandingkan dengan ZnO/PCH-5 sebesar  $105,9 \text{ m}^2/\text{g}$ . Dari hasil data luas permukaan tersebut dapat diketahui bahwa luas permukaan yang besar, lebih mudah dalam mengadsorpsi pereaksi-pereaksi serta menjadikan katalis lebih reaktif (Lin *et al.*). Meningkatnya luas permukaan spesifik berbanding lurus dengan nilai volume pori, apabila luas permukaan spesifik semakin besar, maka semakin besar pula volume pori suatu material. Sehingga dengan besarnya volume pori suatu material maka semakin besar juga kemampuan material tersebut dalam mengkonversi sitronelal menjadi isopulegol.

### 5.5. Uji Aktivitas Katalitik

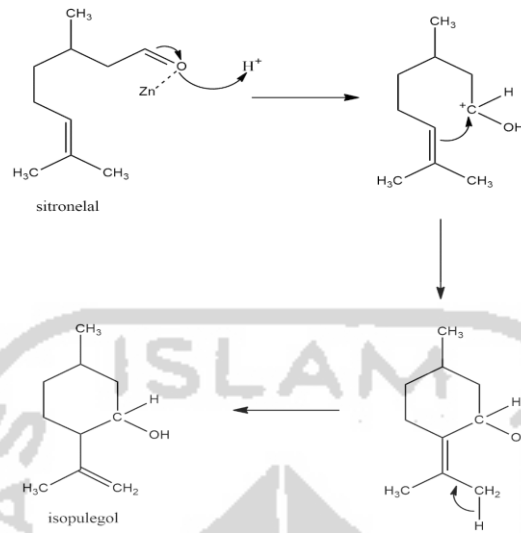
Dalam uji aktivitas katalitik pada percobaan ini digunakan metode refluks untuk mengkonversi sitronelal menjadi isopulegol. Refluks merupakan metode pemisahan suatu senyawa dengan pelarut pada temperatur titik didihnya, selama waktu tertentu dan jumlah pelarut yang relatif konstan, karena pelarut terus bersikulasi di dalam refluks (menguap, didinginkan, kondensasi, kemudian menetes kembali ke

menstrum (campuran simplisia dan pelarut) didalam rangkaian alat) dengan adanya pendingin balik. Pada metode ini digunakan dua variasi konsentrasi katalis dan tiga variasi waktu pada tiap konsentrasi katalis.

Pada proses uji aktivitas katalitik digunakan sebanyak 10 ml sitronelal dengan pelarut isopropanol sebanyak 10 ml dan katalis ZnO/bentonit berpori heterostruktur masing-masing sebanyak 0,2 gram dalam labu alas bulat. Proses refluks dilakukan dengan tiga variasi waktu, yaitu 1 jam, 2 jam dan 3 jam. Variasi waktu ini dilakukan untuk mengetahui katalis mana yang memiliki aktivitas katalitik yang signifikan dan optimal. Pada saat refluks dilakukan penjagaan suhu kurang lebih 60 °C sampai 70 °C, karena apabila lebih dari titik didih sitronelal maka senyawa sitronelal akan menguap atau hilang dan apabila sebaliknya maka sitronelal tidak terkonversi dengan optimal. Setelah proses refluks isolat kemudian disaring untuk memisahkan katalis dengan filtrate atau isolat. Isolat yang didapat kemudian diuji dengan menggunakan GC-MS untuk mengetahui persen konversi sitronelal menjadi isopulegol dan selektivitas katalis ZnO/bentonit berpori heterostruktur terhadap isopulegol. Katalis yang telah disaring dapat digunakan kembali dengan cara dicuci menggunakan akuades sebanyak 1 liter untuk menghilangkan pengotor dan dipanaskan dengan menggunakan oven hingga kering sehingga dapat digunakan kembali untuk mengkonversi sitronelal menjadi isopulegol, sehingga katalis ini dikatakan ramah lingkungan karena dapat digunakan secara berulang (*reusable*).

Mekanisme yang terjadi pada konversi sitronelal menjadi isopulegol dapat dilihat pada Gambar 22.

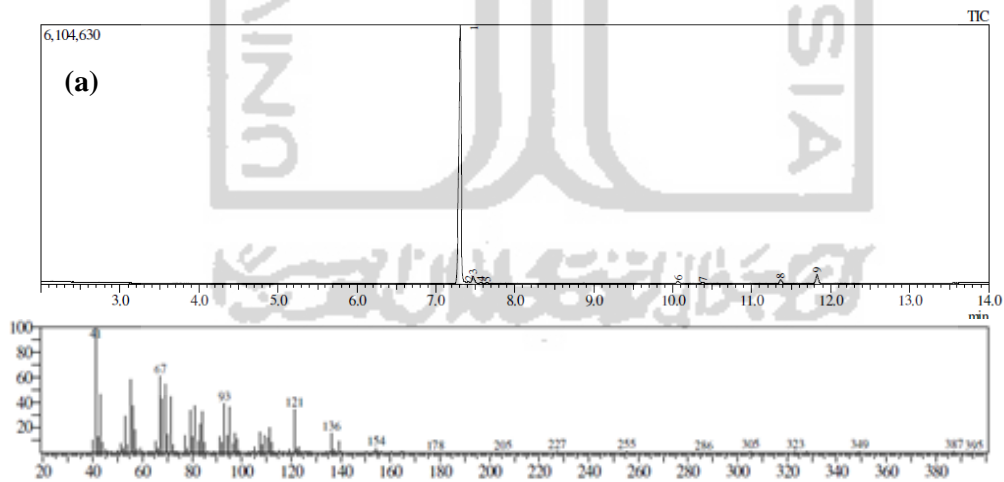


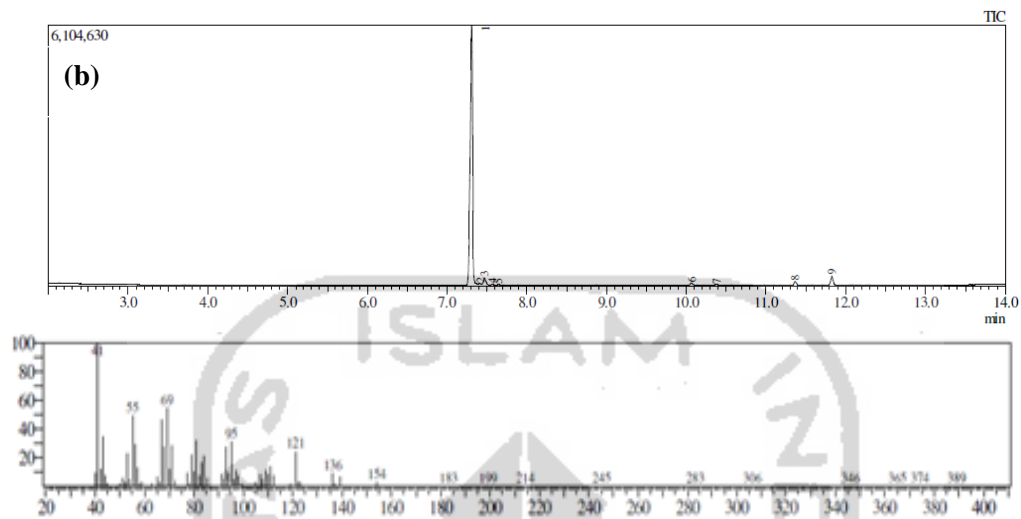


Sumber: Fatimah *et al.*, 2020

Gambar 22. Konversi Sitronelal menjadi Isopulegol

Hasil dari konversi sitronelal diujikan dengan menggunakan instrumentasi GC-MS yang dapat dilihat pada Gambar 10.



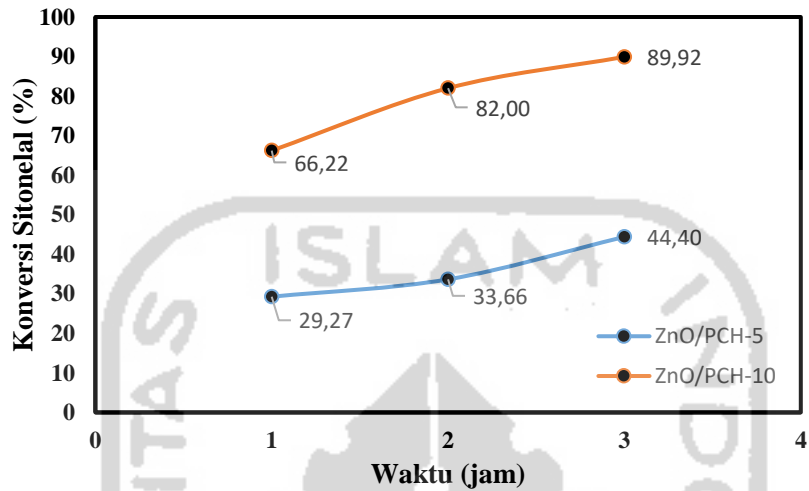


Gambar 23. Hasil analisis GCMS hasil reaksi menggunakan katalis (a) ZnO/PCH-5  
(b) ZnO/PCH-10

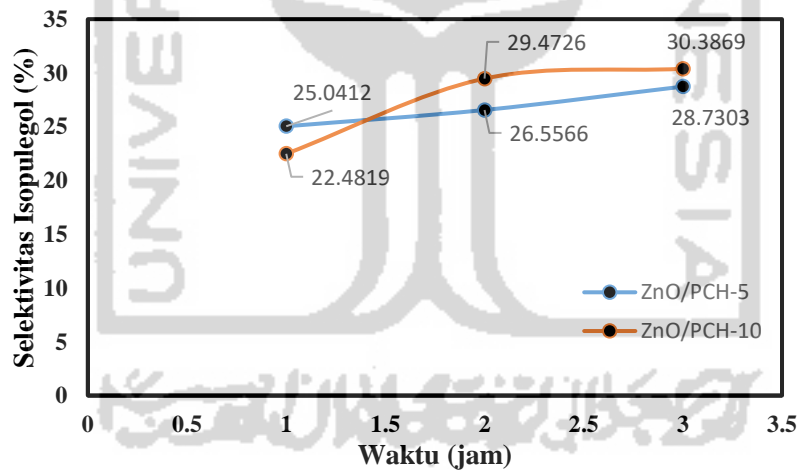
Hasil kromatogram pada Gambar 23 menunjukkan bahwa pada katalis ZnO/PCH-5 senyawa isopulegol berada di peak ketiga pada menit ke 7,47 dengan persen area 2,74% sedangkan untuk katalis ZnO/PCH-10 senyawa isopulegol berada di peak pertama pada menit ke 7,29 dengan persen area 47,50%.

Tabel 5. Hasil Uji GC-MS

Katalis	Waktu (jam)	Konversi (%)	Selektivitas (%)
ZnO/PCH-5	1	29,27	25,04
	2	33,66	26,56
	3	44,40	28,73
ZnO/PCH-10	1	66,22	22,48
	2	82,00	29,47
	3	89,92	30,39



Gambar 24. Grafik konversi Sitronelal menjadi Isopulegol



Gambar 25. Grafik Selektivitas Isopulegol

Dari uji aktivitas katalitik dengan menggunakan GC-MS didapat hasil konversi sitronelal yang disajikan pada Gambar 23 dan selektivitas terhadap isopulegol yang disajikan pada Gambar 24. Hasil GCMS yang disajikan pada Tabel 5 menunjukkan bahwa variasi konsentrasi katalis ZnO/PCH-5 dan katalis ZnO/PCH-10 dengan variasi waktu refluks selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam didapatkan hasil yang signifikan untuk

hasil konversi sitronelal dan selektivitas katalis terhadap isopulegol. Pada ZnO/PCH-5 dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam dan 3 jam didapatkan persen konversi sebesar 29,27 %, 33,66 % dan 44,40%. Sedangkan pada ZnO/PCH-10 dengan variasi waktu yang sama didapatkan persen konversi sebesar 66,22 %, 82,00 % dan 89,92%. Gambar 10 dan 11 menunjukkan bahwa kedua katalis tersebut dapat mengkonversi sitronelal menjadi isopulegol dengan hasil yang signifikan, bahwa katalis ZnO/PCH-10 lebih baik dari pada ZnO/PCH-5 karena memberikan hasil konversi yang lebih tinggi dan optimal. Sehingga banyaknya konsentrasi bentonit dalam katalis ZnO/PCH dapat meningkatkan presentase konversi sitronelal menjadi isopulegol.

Selain presentase hasil konversi sitronelal menjadi isopulegol, GC-MS juga menunjukkan hasil selektivitas katalis terhadap isopulegol. Hasil GC-MS menunjukkan nilai selektivitas katalis terhadap isopulegol yaitu pada ZnO/PCH-5 dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam dan 3 jam didapatkan persen selektivitas sebesar 25,04 %, 26,56 % dan 28,73 %. Sedangkan untuk ZnO/PCH-10 dengan variasi waktu yang sama yaitu sebesar 22,48 %, 29,47 % dan 30,39 %. Dilihat dari hasil selektivitas katalis terhadap isopulegol dua variasi katalis memberikan hasil yang signifikan, sehingga dari hasil diatas dapat disimpulkan bahwa katalis ZnO/PCH-10 lebih baik dari pada ZnO/PCH-5 karena memiliki nilai selektivitas yang lebih tinggi dan signifikan. Hasil presentase konversi sitronelal dan selektivitas terhadap isopulegol membuktikan bahwa banyaknya kandungan Zn dalam ZnO/PCH dapat meningkatkan nilai selektivitas katalis terhadap isopulegol. Selain itu Zn/PCH-10 memiliki luas permukaan yang lebih tinggi.

Hasil dari persen konversi dan selektivitas menunjukkan bahwa waktu yang paling optimal ditunjukkan pada proses refluks selama 3 jam dari 3 variasi waktu yang digunakan. Hasil persen konversi dengan waktu refluks selama 3 jam di dapatkan untuk ZnO/PCH-5 sebesar 44,40% dan ZnO/PCH-10 sebesar 89,92%. Dan hasil selektivitas refluks selama 3 jam di dapatkan untuk ZnO/PCH-5 sebesar 28,73 % dan ZnO/PCH-10 sebesar 30,39 %.

## **BAB VI**

### **KESIMPULAN**

#### **6.1. Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis katalis ZnO/PCH-bentonit berhasil dilakukan dengan metode gelombang mikro.
2. Hasil konversi sitronelal menjadi isopulegol menggunakan variasi katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum ada pada katalis ZnO/PCH-10 yang dibuktikan dengan persen konversi sebesar 66,22% (1jam), 82% (2jam), 89,92% (3jam) dan persen selektivitas sebesar 22,48% (1jam), 29,47% (2jam) , 30,39% (3jam).

#### **6.2. Saran**

Dengan dilakukannya penelitian Preparasi katalis ZnO/PCH dengan menggunakan metode microwave dan uji aktivitas pasa konversi sitronelal ini dapat dipergunakan sebagai acuan penelitian selanjutnya terkait dengan hal serupa. Dalam penyempurnaan hasil penelitian ini.

## Daftar Pustaka

- Abdullah, M., V. Yudistira, Nirmin and Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. 1: hal. 33 – 36.
- Abulais, D., (2015), “Sintesis dan Kinerja katalis ZnO berpendukung MgF<sub>2</sub> pada Reaksi Asetilasi Glycerol”. *Tesis*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Ammar, M., Jiang, S., dan Ji, S., (2016), “Heteropoly acid encapsulated into zeolite imidazolate framework (ZIF-67) cage as an efficient heterogeneous catalyst for Friedel–Crafts alkylation”, *Journal of Solid State Chemistry*, Vol.233, hal. 303-310
- Atkins, P.W, Kartohadiprojo, Irma I, Kimia Fisika , Jilid 1, Jakarta: Erlangga. 1999, Jilid. 1, Edisi. 4.
- Augustine. R.L., (1996), “Heterogenous Catalysis for Chemist”, Marcel Dekker, New York.
- Asteland, Donald R., Pradeep P. Fullay and Wendensin. 2010. The Science and Engineering of materials 6<sup>th</sup> Edition. Journal Wright.Cengage Learning, USA.
- Aziz, M., dan Hariyati. 2014. Pengaruh penambahan Al (Doping Al) terhadap struktur mikro dan fasa TiO<sub>2</sub> hasil proses sol-gel. *Jurnal Teknik DOMITS*, wol.1, no.1.
- Bauer, K..D., Garbe, H., Surburg., 1997, *Common Fragrance and Flavor Materials, Preparation, Properties and Uses*, Third Edition, Wiley-VCH, Weinheim.
- Basset, J., 1994. Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, Penerbit Buku Kedokteran. Jakarta.
- Cecilia, J.A.,Garcí'a-Sancho, C.,Vilarrasa-Garcí'a, E.,Jime'nez-Jime'nez, J., and Rodriguez-Castello'n, E., 2018. Synthesis, Characterization, Uses and Applications of Porous Clays Heterostructures:A Review. *Chem. Rec.* 2018, 18, 1–21 .

- Cecilia, J.A., C.García-Sancho, F. Franco.2013. *Montmorillonite* based porous clay heterostructures: Influence of Zr in the structure and acidic properties. *Microporous and Mesoporous Materials* 176 (2013) 95–102.
- Chatwall, G., 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Himalaya Publishing House, Bombay.
- Chen, X.Q., Ping, W., And Xie Feng, YE. 2012. Structural characterization and property study on the Activated alumina –activated carbon composite material, *Chinese Journal Structure Chemistry*, vol.31. no.3. Page 315-320.
- Choirul Anam, Sirojudin, K Sofjan Firdausi. 2007. [Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji bensin dan Spirtus Menggunakan Metode Spektroskopi FT-IR](#). *Jurnal Berkala Fisika*, vol.10(1), Page 79-85.
- Chmielarz, L., Barbara Gil, Piotr Kus'trowski, Zofia Piwowarska, Barbara Dudek, Marek Michalik .2009. *Montmorillonite-based porous clay heterostructures (PCHs) intercalated with silica–titaniapillars—synthesis and characterization*. *Applied Catalysis B: Environmental* 88 (2009) 331–340.
- De la Hoz, A .; Diaz-Ortiz, A .; Moreno, A. *Chem. Soc. Rev.* 2005 , 164-178.
- Devakumar, C., Narayan, M.R. & Khan, M.N.A., (1977). Synthetic product from oil of citronella. *Indian Perfumer*. 21(3): 139-145.
- Doyle, M.P. & Mungall, W.S., 1980. *Experimental of Organic Chemistry*, John Wiley and Sons, New York, pp. 24-33, 86-92.
- Ellingham, Thompson, dan Islam. 2017. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX) : A Rapid Diagnostic T001 to Aid the indentification of Burn Bine and contested Cremains. *Journal Forensic Science*, 63(2);504-510.
- Ertl, G., Knozinger, H., Weitkamp, J., (2009), *Handbook Heterogenous Catalysis*. Third., Willey-VCH Verlag gmbH and Co.KGaA, Weinheim.
- Evans , M., dan Heller. 2003. *EnvironmentMagnesium Principles and Application of Environmagnetics*, Academic Press; California.

- Ezzah-Mahmudah, S., Lokman, I.M., Saiman, M.I. dan Taufiq-Yap, Y.H. Jom FTEKNIK Volume 4 No.1 Februari 2017 9 2016. Synthesis and Characterization of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO Derived from Anadara Granosa for Methyl Ester Production. Energy Conversion and Management. 126:124-131.
- Falaras, P., Lezou, F., Seiragakis, G. & Petrakis, D.2000.Bleaching properties of alumina-pillared acid-activated *montmorillonite*. Clays Clay Miner. 48, 549–556
- Fatimah, I. 2014.Adsorpsi dan Katalisis Menggunakan Material Berbasis Clay Ed.1. Graha Ilmu.Yogyakarta.
- Fatimah, I., Dwiarso Rubiyanto, Nurcahyo Imam Prekoso, Imam Sahroni dan Rico Nurillahi .2020. *ZnO-PCH from saponite as Green Catalyst for Citronelal Cyclization*. Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalyst, 15(1).
- Fatimah, I., Dwiarso Rubiyanto, Nurcahyo Imam Prekoso, Amri Yahya, Yoke-Leng Sim. 2019. *Green conversion of citral and citronellal using tris(bipyridine)ruthenium (II)-supported saponite catalyst under gelombang mikro irradiation*. Sustainable Chemistry and Pharmacy Volume 11, March 2019, Pages 61-70
- Fatimah, I., Dwiarso Rubiyanto, dan Torikul Huda.2014. *Effect of Sulfation on Zirconia-Pillared Montmorillonite to the Catalytic Activity in Gelombang mikro-Assisted Citronellal Conversion*. International Journal of Chemical Engineering.
- Fatimah, I., Dwiarso Rubiyanto, dan Torikul Huda.2008. Peranan Katalis TiO/SiO<sub>2</sub>-Montmorillonit pada reaksi konversi sitronelal menjadi isopulegol.Reaktor, Vol.12. No.2. Hal. 83-89.
- Fuentes, M., Mag Malherbe, R., Pariente, J.P., and Corma, A., (1998), Cyclization of Citronellal to Isopulegol by Zeolite Catalysis, *Appl. Catal*, 47(2),pp. 367-374.
- Frank, E., Bambang S.P. Suhanda., Rifki, S., Leandas, N., 2011. Synthesis of nano Alumina composite crystalline zirconia oryza sativa. Pulp by template method precursor calcination. Jurnal Risert Industri.5, 79-86.
- Galarneau, A; Barodawalla, A.;Pinnavaia, T.J. 1995. *Nature*, 374,529.
- Galarneau, A; Barodawalla, A.;Pinnavaia, T. 1997.*Comunication.. J.Chem.* 1661



- Garea, S.A., Mihai, A.I., Vasile, E., Nistor, C., Sarbu, A., Mitran R., 2016. *Synthesis of new porous clay heterostructures: The influence of cosurfactant type*. Journal of [Materials Chemistry and Physics](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.04.056). DOI: [10.1016/j.matchemphys.2016.04.056](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.04.056)
- Gates, B. C., (1992), "Catalytic Chemistry", John Wiley and Sons Inc, Singapore, hal. 259-276
- Greenwood, N. N. & Earnshaw, A. (1997). *Chemistry of the Elements*. Oxford: Butterworth-Heinemann. [ISBN 0-7506-3365-4](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.04.056).
- Guenther, E., 1990, Minyak Atsiri, Jilid III, Diterjemahkan oleh Ketaren, 133-145, Universitas Indonesia, Jakarta
- Hagen, J., (2006), "Industrial Catalysis. Willey VCH, Weinheim", Germany, ISBN-13: 978-3-527-31144-6
- Harjadi, W., 1993. Ilmu Kimia Dasar Analitik, Erlangga. Jakarta.
- Hartini, Yuniawan Hidayat, Mudjijono. 2015. Study karakteristik pori terhadap composite dan alumina karbon aktif dan limbah kulit singkong, Jurnal Penelitian Kimia, vol.11. no.2. hal. 47-57.
- Happy Bunga Naszirahul Sajidah. 2015. Konversi Sitronelal menjadi Mentol menggunakan Metode Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS) dengan Variasi Berat Katalis Pt/Zr-MMT. Skripsi. FMIPA.UII. Yogyakarta.
- Holleman, A.F.; Wiberg, E. 2001. Inorganic Chemistry. San Diego: Academic Press
- Iftitah, D.E., M. Muchalal, W. Trisunaryanti, dan R. Armunanto. 2010. "Cyclization and Hydrogenation of (+)-Citronellal to Menthols over ZnBr<sub>2</sub> and Ni Catalysts Supported on  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>." *Indo. J. Chem* 10 (2): 208–13.
- Imachi, S., K. Owada, dan M. Onaka. 2007. "Intramolecular Carbonyl-Ene Reaction of Citronellal to Isopulegol over ZnBr<sub>2</sub>- Loading Mesoporous Silica Catalysts." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 272 (1–2): 174–81
- Jamaludin, K. 2010. Makalah Fisika Material XRD (X-ray Diffraction). Pendidikan Fisika Universitas Haluoleo. Kendari
- James, J. 1983. A Quantitative GC Ethanol Determination a contemporary analytical experiment. *J. Chem Edu.* 60(8). P 675.

- Kaniawati, D., Kadarohman, A. & Dwiyantri, G. (2004). Konversi Sitronelal Hasil Isolasi Minyak sereh Wangi Menjadi Sitronellol dan Isopulegol. Seminar Nasional Penelitian dan Pendidikan Kimia. Bandung: FMIPA ,UPI.
- Karim,M.R., Rahman, M.A., Miah MAJ and I to M, 2011. Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> partikel and surface characterization. The open called screen.Journal, vol 4. No 5. Page 32-36.
- Karyasa, I. W., 2013, Studi X-Ray Fluoresence dan X-Ray Diffraction Terhadap Bidang Belah Batu Pipih Asal Tejakula, Jurnal Sains dan Teknologi, Vol. 2, No. 2, Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Ganesha, hal. 204-212
- Ketaren, S., 1985, Pengantar Teknologi Minyak Atsiri, Balai Pustaka, Jakarta, 21, 45-47, 142-143.
- Knobloch, K.A., B. Paul., H. Ilber, Weigand, and W. Weil. 1989. Antibacterial and Antifungal Properties of Essential Oil Components. J. Ess. Oil. 1 : 119-128
- Lambert, J.F. and Poncelet, G., 1997, Top. Catal., 4, 43.
- Le Page J.,(1987), *Applied Heterogenous Catalyst*. First ed., Edition Technip,France
- Long, R.Q., Yang, R.T., Appl. Catal. B 24 (2000) 13.
- Lucjan Chmielarz, Barbara Gil , Piotr Kus ´trowski , Zofia Piwowarska , Barbara Dudek , Marek Michalik. 2009. *Montmorillonite*-based porous clay heterostructures (PCHs) intercalated with silica–titanium pillars—synthesis and characterization. Journal of Solid State Chemistry 182. 1094–1104.
- Luthfirda Sjahfirdi, Nikki Aldi, Hera Maheshwari, dan Pudji Astuti. 2015. aplikasi fourier transform infrared (FTIR) dan pengamatan pembengkakan Genital pada Spesies primate, lutung jawa untuk mendeteksi masa subur. Jurnal Kedokteran Hewan, vol.9, no.2.
- Mahmudha, S., dan Irwan Nugraha. 2016. Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Terhadap Pengikatan Kandungan Senyawa Isopulegol pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues-Aceh. Fakultas Sains, UINSK. Yogyakarta.

- Marcel De Liedekerke, "2.3. Zinc Oxide (Zinc White): Pigments, Inorganic, 1" in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2006, Wiley-VCH, Weinheim. [doi:10.1002/14356007.a20\\_243.pub2](https://doi.org/10.1002/14356007.a20_243.pub2)
- Miessler, G, L., dan Tarr, D, A., (1998), "Inorganic Chemistry Third Edition", St. Olaf College Northfield, Minnesota.
- Morrison, 1986, *Chiral Compounds*, Fluka Chemie AG, Switzerland.
- Murray, H.H. (2007). *Applied clay mineralogy. Developments in clay science*, 2. London: Elsevier.
- Nasikin, M. dan Susanto, B. 2010. Katalis Heterogen. Jakarta: UI Press. pp. 12-52.
- Nisyak, K., Iftitah, E.D., Tjahjanto, R.T. (2017). Konversi Sitronelal Menjadi Senyawa Isopulegol dengan Katalis  $ZnBr_2/\beta$ -Zeolit. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 39, 47.
- Oktaviana, A., 2009. Teknologi Penginderaan Mikroskop; Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Pavia, D.L. 2006. Introduction for Spectroscopy. United State:Thompson.
- Polverejan, M., Liu, Y., Pinnavaia, T.J., 2002. Chem. Mater. 14 2283.
- Prasetyo, Yudi. 2011. Scanning Elektron Microscope dan Optical Emission spectroscopy. <https://yudiprasetyo53.wordpress.com/2011/11/07/scanning-electron-microscope-sem-dan-optical-emission-spectroscopy-oes/>. 2 hal. Tanggal akses 23 januari 2017.
- Priatmoko, P., 1990, Sintesis mentol dari sitronelal hasil isolasi dari minyak serih. Tesis FMIPA UGM Jogjakarta.
- Rosyid, M., Endang Nawangsih, Dewita. 2012. Perbaikan Surface Area Analyzer Nova-1000 (Alat Penganalisis Luas Permukaan Serbuk). Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir. Yogyakarta: BATAN.
- Sastrohamidjojo, H., 1981, *Study of Indonesian Essential Oils*, Fakultas Ilmu Pasti dan Alam Universitas Gadjah Mada: Yogyakarta.
- Seanago, Christian, T., And Ronald, N. 2012. (Identification and antibacterial evaluated of bioactive compound from *Garcinia kola* (Heckel) seed South Africa. *Molecules*, vol 17; 6569-6584.

- Setyawan, D., (2003), “Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton”, *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol.4, hal. 2-5
- Silverstain. 2002. *Identification of Organic Compound*, John Wiley & Sons Ltd, New York.
- Siti Mahmudha dan Irwan Nugraha, 2016. Pengaruh penggunaan Bentonit Teraktivasi asam sebagai katalis terhadap Peningkatan Kandungan Senyawa Isopulegol pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues-Aceh. *Chimical et Natura Acta* Vol. 4 No. 3 123-129
- Sujatno, Agus, Rohmad Salam, Bandriyana, dan Arbi Dimiyati. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk karakterisasi Proses Oksidasi paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir*, vol.9, no.2.
- Suzuki, E., 2002. High-Resolution Scanning Electron Microscope of Immunogold-Labelled Cells by the use of thin plasma coating of Cesium. *Journal Microscopy*, 208(3); 153-157.
- Skoog, Douglas A., Donald M. West., F. James Holler. 1991. *Fundamental of analytical chemistry*. New York:Sounders Collage Publishing.
- Strauss C dan Trainor R.(1995). Perkembangan Dalam Kimia Organik berbantuan dengan microwave. *J. Chem.*, 48, 1665
- Thomas, J. M., dan Thomas, W. J., (1997), “Principles and Practice of Heterogenous Catalyst”, VCH Publisher, Inc., New York.
- Warren, S.E., 1969. *X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley pub: Massachusetts.
- Wens, Y., Ilyah M., Indrawati, dan Khatrin. 2012. Analisis kinerja kromatografi gas tipe Shimadzu pada pengaruh perubahan temperatur. *Jurnal Teknik Fisika*, vol.1, no.1.
- Wijaya, K., Tahir, I. & Mudasir. (2003). Sintesis dan karakterisasi montmorilonit terpolimer serta aplikasi sebagai fotokatalis, bahan foto fungsional dan adsorben. *Berkala ilmiah MIPA*.13(2): 1-16.
- Wijesekera, R.O.B., 1973, *The Chemical Composition and Analysis of Citronella Oil*, *Journal of the National Science Council of Srilanka*, 1, 67-81.

Windholz, M., Budavari, S., Blumetti, R.F., Otterbein, E.S. (1983). The Merck Index an Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. Tenth Edition. New Jersey. Merck & Co., In

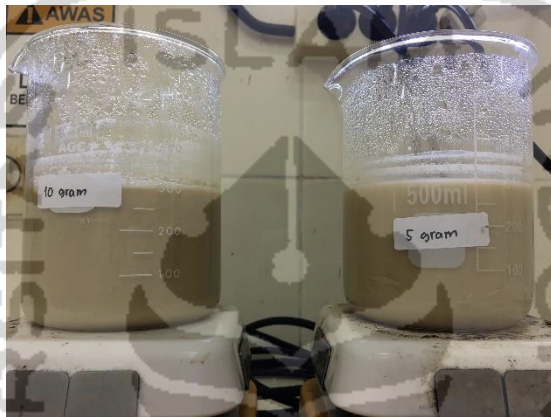
Zhu Ding H.Y and Lu G.Q. (2000). Techniques for tailoring the pore structure of  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  Sol-pillared clays. Dept.of Chem Engineering University of Queensland, Australia.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Dokumentasi Penelitian

#### 1. Preparasi ZnO/PCH



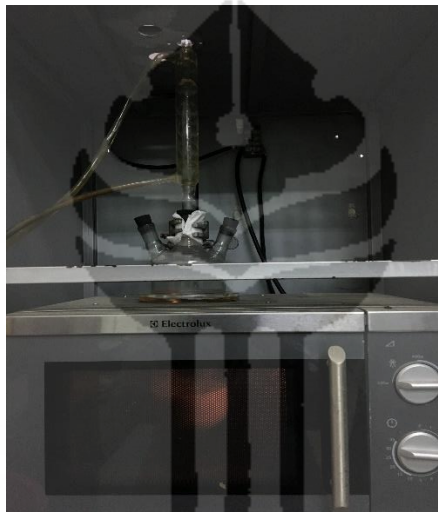
Pembuatan larutan bentonit



Pembuatan larutan pemilar



Preparasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 sebelum gelombang mikro



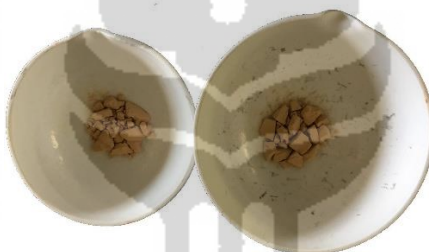
Sintesis ZnO/PCH dengan metode gelombang mikro



Penyaringan larutan



Hasil sintesis katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 setelah di panaskan dengan menggunakan oven

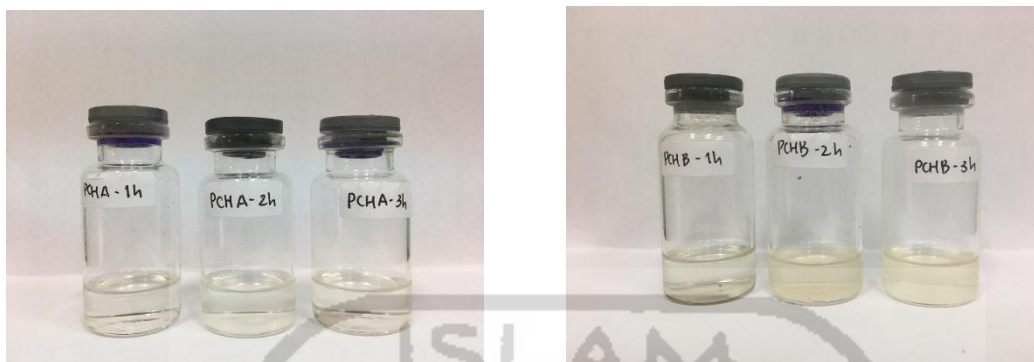


Katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 setelah dikalsinasi (600 °C)



Reaksi siklisasi dengan ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 menggunakan metode refluks dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam dan 3 jam.





Konversi sitronelal dengan katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 (1 jam, 2 jam dan 3 jam)



## Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan ZnO/PCH

### 2.1 Pembuatan Larutan Bentonit

$$\text{Mol bentonit-5} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{5 \text{ g}}{549,07 \text{ g/mol}} = 9,11 \text{ mmol}$$

$$\text{Mol bentonit-10} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{10 \text{ g}}{549,07 \text{ g/mol}} = 18,21 \text{ mmol}$$

$$\text{Mol CTMA} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{5 \text{ g}}{364,46 \text{ g/mol}} = 13,72 \text{ mmol}$$

$$\text{Mol TMAOH} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{1 \text{ g}}{91,154 \text{ g/mol}} = 10,97 \text{ mmol}$$

### 2.2. Pembuatan Larutan Pemilar

$$\text{Mol Zn-asetat} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{8,86 \text{ g}}{219,50 \text{ g/mol}} = 40 \text{ mmol}$$

$$\text{Diketahui: Ar Zn} = 65,39 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ b/b Zn-5} &= 0,014 \text{ mol} \times 65,39 \text{ g/mol} = 0,92 \text{ g} \\ &= \frac{0,92}{5 \text{ g MMT}} = 18,4 \% \text{ b/b} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ b/b Zn-10} &= 0,014 \text{ mol} \times 65,39 \text{ g/mol} = 0,92 \text{ g} \\ &= \frac{0,92}{10 \text{ g MMT}} = 9,2 \% \text{ b/b} \end{aligned}$$

$$\rho \text{ TEOS} = 0,94 \times 5 \text{ ml} = 4,7 \text{ gram}$$

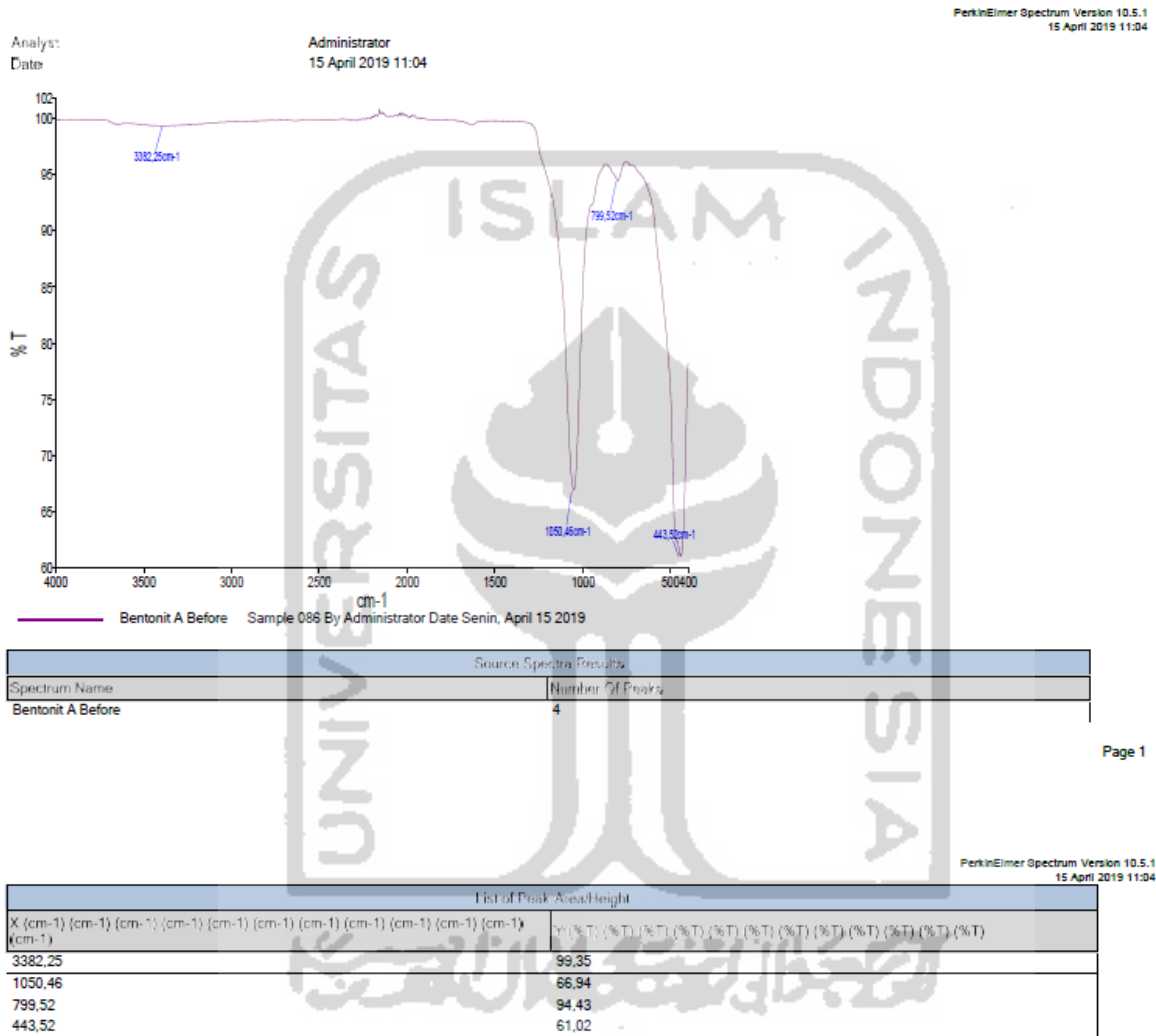
$$\text{Mol TEOS} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{4,7 \text{ g}}{208,33 \text{ g/mol}} = 20 \text{ mmol}$$

$$\text{Ar Si} = 28,0855 \text{ g/mol}$$

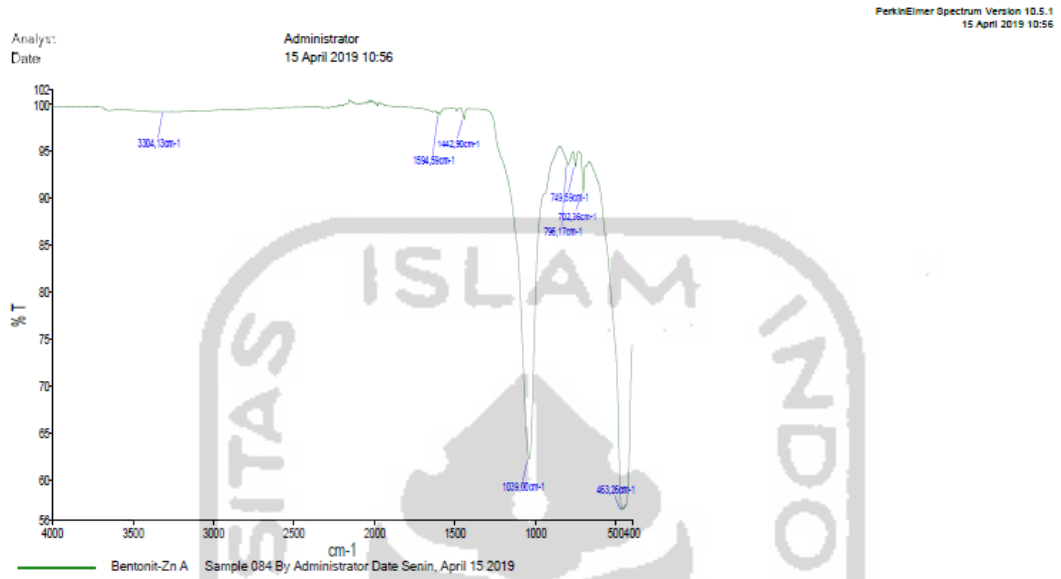
$$\begin{aligned} \% \text{ b/b Si-5} &= 0,04 \text{ mol} \times 28,0855 \text{ g/mol} = 0,112 \text{ g} \\ &= \frac{0,112 \text{ g}}{5 \text{ g MMT}} = 2,24\% \text{ b/b} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ b/b Si-10} &= 0,04 \text{ mol} \times 28,0855 \text{ g/mol} = 0,112 \text{ g} \\ &= \frac{0,112 \text{ g}}{10 \text{ g MMT}} = 1,12 \% \text{ b/b} \end{aligned}$$

**Lampiran 3. Hasil karakterisasi ZnO/PCH5 dan Zno/PCH-10 dengan FTIR**



Hasil karakterisasi ZnO/PCH-5 sebelum adsorpsi



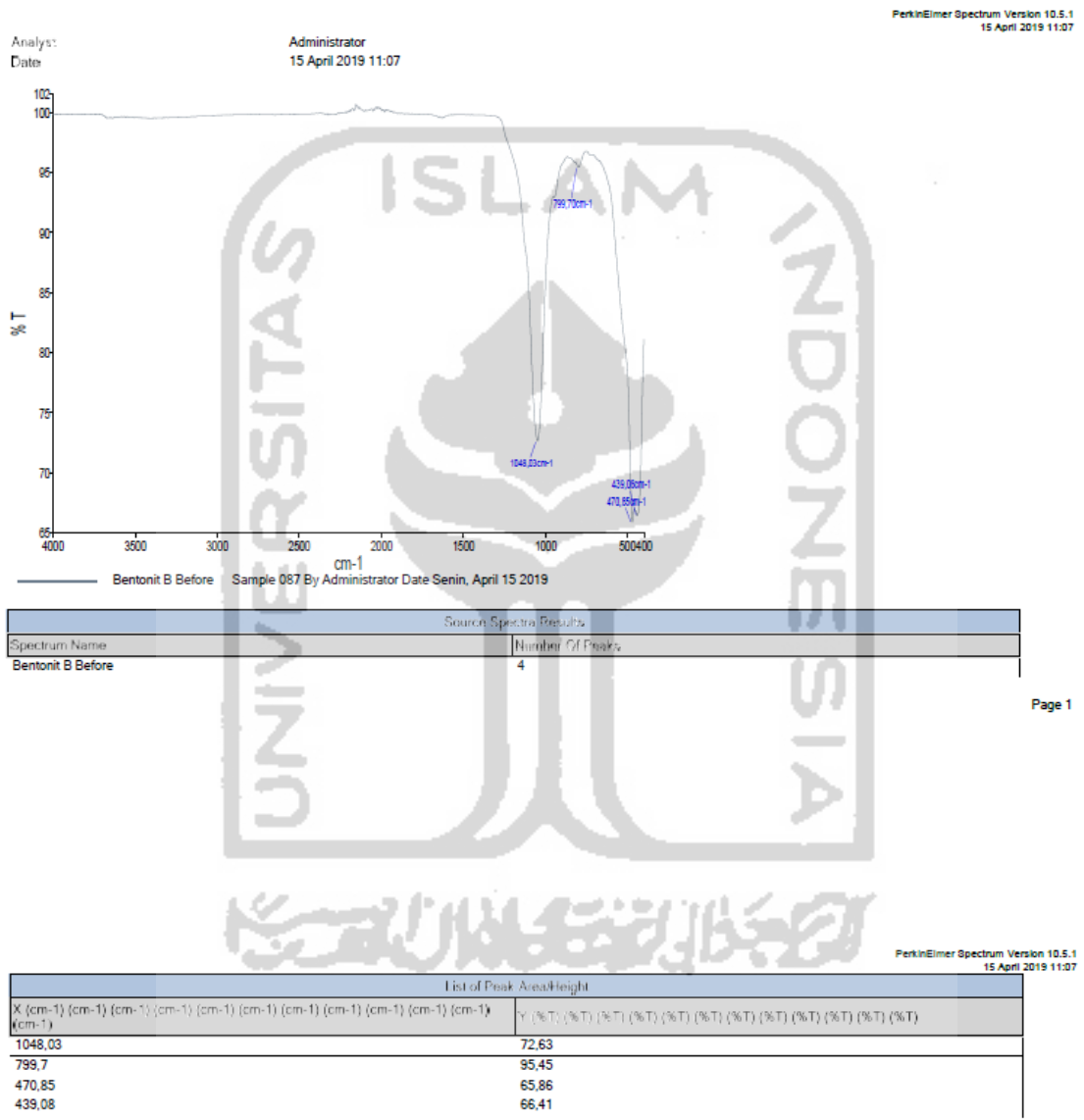
Source Spectra Results	
Spectrum Name	Number Of Peaks
Bentonit-Zn A	8

Page 1

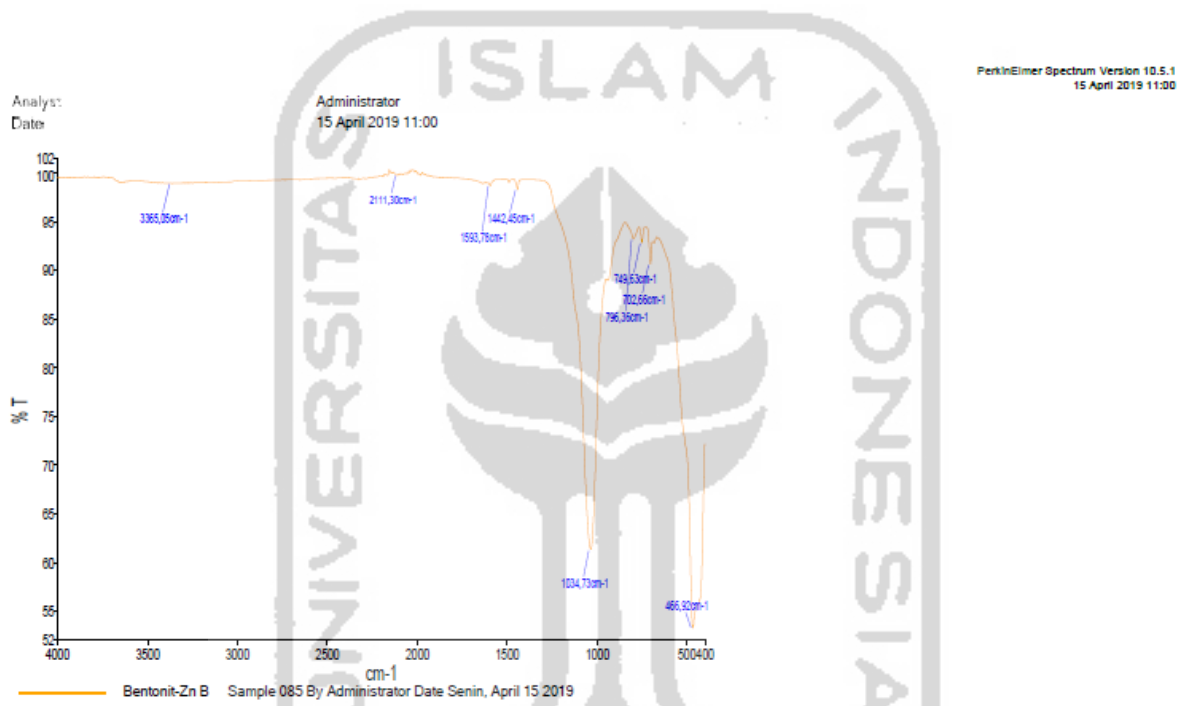
PerkinElmer Spectrum Version 10.5.1  
15 April 2019 10:56

List of Peak Area/Height	
X (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1)	Y (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T)
3304.13	99.15
1594.59	98.81
1442.9	98.34
1039	62.25
796.17	93.54
749.59	93.34
702.36	90.6
463.26	56.87

Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-5 sesudah adsorpsi



Hasil karakterisasi ZnO/PCH-10 sebelum adsorpsi



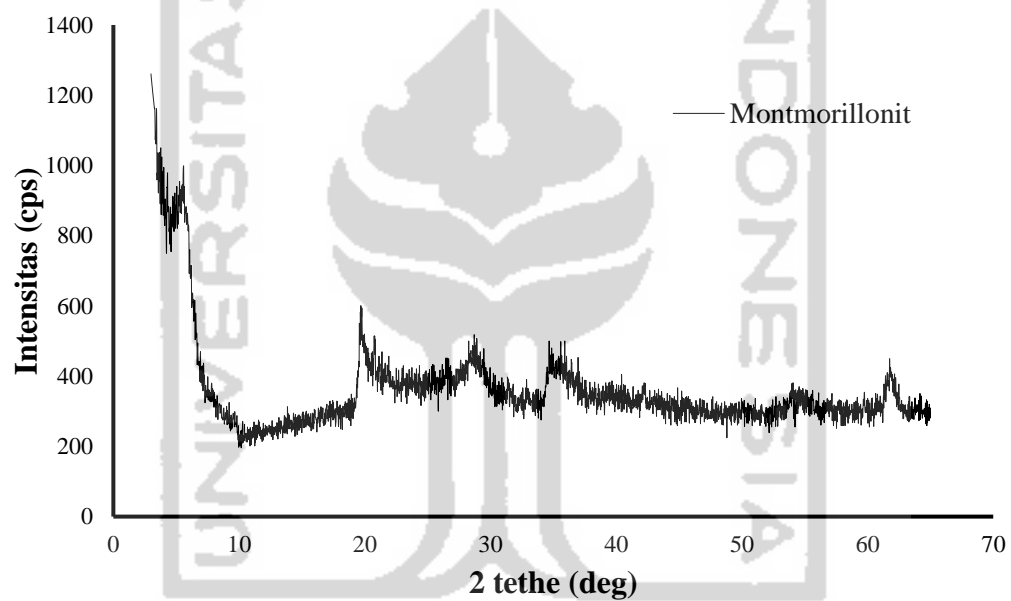
Source: Spectra Results	
Spectrum Name	Number Of Peaks
Bentonit-Zn B	9

List of Peak Area/height	
X (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1) (cm-1)	Y: (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T) (%T)
3365,05	98,99
2111,3	99,82
1593,78	98,77
1442,45	98,36
1034,73	61,35
796,36	93,3
749,63	92,89
702,66	90,68
466,92	53,24

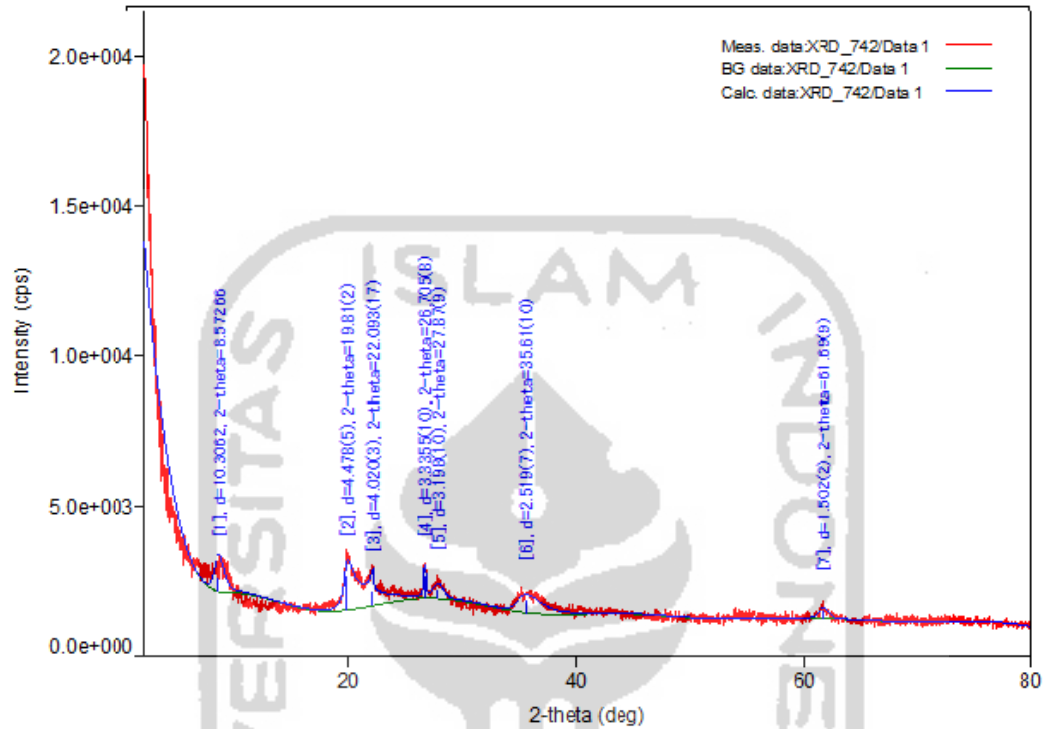
Hasil karakterisasi ZnO/PCH-10 sesudah adsorpsi

#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dengan XRD

##### 4.1. Hasil Karakterisasi Bentonit Alam



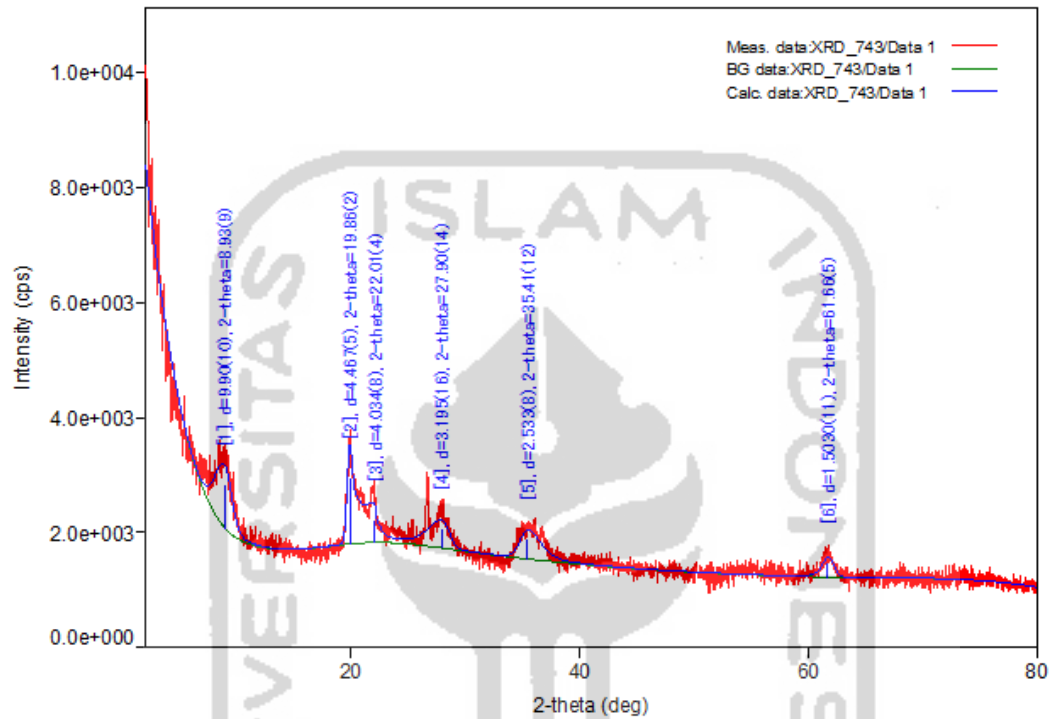
#### 4.2 Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-5



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps)	Int. W(deg)	Asym factor
1	8.57266	10.3062	474.534	1.07431	1143.54	2.409817	0.911
2	19.81(2)	4.478(5)	1111(96)	1.34(5)	3067(48)	2.8(3)	0.22(
3	22.093(17)	4.020(3)	464(62)	0.27(4)	233(25)	0.50(12)	5.0(1
4	26.705(8)	3.3355(10)	710(77)	0.25(2)	195(19)	0.27(6)	0.9(4)
5	27.87(9)	3.198(10)	295(50)	1.01(11)	326(27)	1.1(3)	1.0(3)
6	35.61(10)	2.519(7)	396(57)	2.54(11)	1266(50)	3.2(6)	0.59(
7	61.69(9)	1.502(2)	230(44)	1.07(8)	263(26)	1.1(3)	0.9(3)



### 4.3 Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-10



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	8.93(9)	9.90(10)	730(78)	1.74(9)	1425(94)	2.0(3)	1.4(3)
2	19.86(2)	4.467(5)	1145(98)	0.68(6)	1297(151)	1.1(2)	0.67(14)
3	22.01(4)	4.034(8)	377(56)	1.3(2)	593(124)	1.6(6)	4.2(8)
4	27.90(14)	3.195(16)	316(51)	2.21(15)	832(62)	2.6(6)	2.0(6)
5	35.41(12)	2.533(8)	334(53)	2.20(12)	869(51)	2.6(6)	0.59(14)
6	61.66(5)	1.5030(11)	240(45)	1.17(8)	348(20)	1.4(4)	1.10(18)

## Lampiran 5. Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10 dengan GSA

### 5.1. Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-5

#### UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta  
LABORATORIUM TERPADU  
Quantachrome TouchWin v1.11



<b>Report date:</b>	Wed Feb 26 2020	<b>Operator:</b>	Lab Terpadu
<b>Filename:</b>	200116_ZnO PCHB.qcuPhysIso		
<b>Analysis Information</b>			
<b>Sample</b>	ID Zn	<b>Weight</b>	0.07g
<b>Description</b>	ZnO PCHA		
<b>Analysis</b>	<b>Data ID</b> (f993b6a4-fff8-4805-a85f-92ff9caa0946)	<b>Date</b> 2020.02.25	<b>Duration</b> 1125min
<b>Operator</b>	St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17017051001]		<b>Firmware</b> 1.0
<b>Instrument</b>	description of sample		
<b>Comments</b>			
<b>Ambient Temp.</b>	0°C	<b>Void Volume Mode</b> NOVA mode	<b>Cell ID</b> 21
<b>Cell Type</b>	9mm w/o rod	<b>Thermal Delay</b> 600sec	<b>Po Mode</b> Continuous
<b>Adsorbate</b>	<b>Name</b> Nitrogen	<b>Molecular Weight</b> 28.013g/mol	<b>Cross Section Area</b> 16.2Å <sup>2</sup> /mol
	<b>Non-ideality</b> 6.58e-005 1/torr	<b>Bath Temperature</b> 77.35K	
<b>Degas information</b>	<b>Time</b> 1 hours	<b>Temp.</b> 90°C	
<b>Data Reduction Parameters</b>			
<b>Thermal Transpiration</b>	no		
<b>Adsorbate Model</b>	<b>Name</b> Nitrogen	<b>Molecular Weight</b> 28.0134g	<b>Cross Section Area</b> 16.2Å <sup>2</sup> /molec
	<b>Bath Temperature</b> 77.35K		
<b>BET Multi-point BET results</b>			
	<b>Isotherm Branch</b> Adsorption		
	<b>Slope</b> 32.5723		
	<b>Intercept</b> 0.472834		
	<b>Correlation coeff., r</b> 0.999988		
	<b>C constant</b> 69.8874		
	<b>Surface area</b> 105.387 m <sup>2</sup> /g		
<b>Table - BET Multi-point BET</b>			
<b>Relative Pressure</b>	<b>Volume Adsorbed</b>	<b>1 / [ W((P/Po) - 1) ]</b>	
	<b>@STP</b>		
<b>BJH Pore Size Distribution Adsorption results</b>			
	<b>Surface Area</b> 58.6474 m <sup>2</sup> /g		
	<b>Pore Volume</b> 0.359948 cc/g		
	<b>Pore radius Dv(r)</b> 1.64679 nm		
<b>BJH Pore Size Distribution Desorption results</b>			
	<b>Surface Area</b> 99.5795 m <sup>2</sup> /g		
	<b>Pore Volume</b> 0.382576 cc/g		
	<b>Pore radius Dv(r)</b> 1.85651 nm		
<b>Total Pore Volume results</b>			
	<b>Total Pore Volume</b> 1.7771e-001 cc/g		
	<b>for pores smaller than</b> 17.01 nm (radius)		
	<b>at relative pressure</b> 0.94012		

## LABORATORIUM TEKNIK KIMIA

INSTITUT TEKNOLOGI BANDUNG  
Quantachrome TouchWin v1.2



Report date: Kam Apr 25 2019 Operator: operator  
 Filename: 44 Pts Full Isotherm - St3\_20190423\_153040.qcuPhysIso

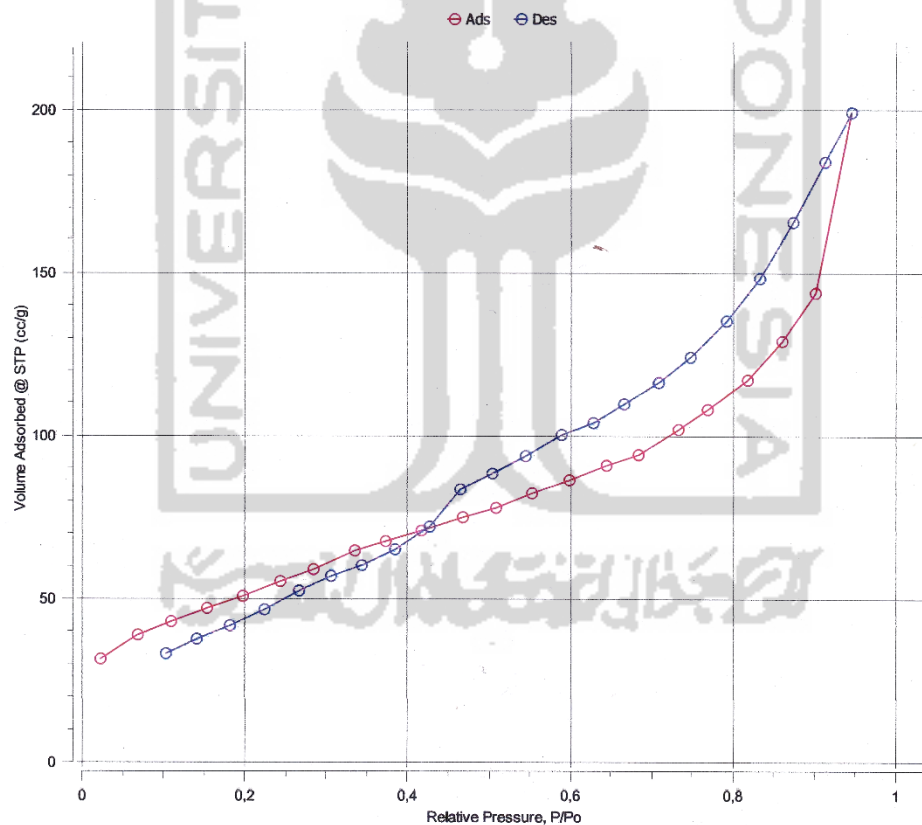
### Analysis Information

<b>Sample ID</b>	bentonitAzn_is	<b>Weight</b>	0,0439g
<b>Description</b>			
<b>Analysis Data ID</b>	{6965fac1-b76a-4dd2-beee-42120ba6d6f0}	<b>Date</b>	2019.04.23
<b>Operator</b>	operator	<b>Duration</b>	284,117 min
<b>Instrument</b>	St 3 on NOVA touch 4LX [s/n:17018063001]	<b>Firmware</b>	1.04
<b>Comments</b>			
<b>Ambient Temp.</b>	38,2307 °C	<b>Void Volume Mode</b>	NOVA mode
<b>Cell Type</b>	9mm with rod	<b>Thermal Delay</b>	600sec
<b>Adsorbate Name</b>	Nitrogen	<b>Molecular Weight</b>	28,013 g/mol
<b>Non-ideality</b>	6,58e-005 1/torr	<b>Bath Temperature</b>	77,35K
<b>Degas information Type</b>	Vacuum Degassing	<b>Cross Section Area</b>	16,2 Å <sup>2</sup> /mol
<b>Operator Description</b>			

Thermal Transpiration no

### Data Reduction Parameters

### Graph - Isotherm Isotherm



Quantachrome TouchWin™ v1.2

{Report ID: QC20190425132830359-16062} Page 1 of 1

Grafik isotherm adsorpsi desorpsi ZnO/PCH-5

## 5.2. Hasil Karakterisasi ZnO/PCH-10

**LABORATORIUM TEKNIK KIMIA**INSTITUT TEKNOLOGI BANDUNG  
Quantachrome TouchWin v1.2

**Report date:** Kam Apr 25 2019 **Operator:** operator  
**Filename:** 44 Pts Full isotherm - St3\_20190423\_153040.qcuPhysIso

## Analysis Information

**Sample ID** bentonitAzn\_js **Weight** 0,0439g  
**Description**  
**Analysis Data ID** {6965fac1-b76a-4dd2-beee-42120ba6d6f0}  
**Operator** operator **Date** 2019.04.23 **Duration** 284,117 min  
**Instrument** St 3 on NOVA touch 4LX [s/n:17018063001] **Firmware** 1.04  
**Comments**  
**Ambient Temp.** 38,2307°C **Void Volume Mode** NOVA mode **Cell ID** 32  
**Cell Type** 9mm with rod **Thermal Delay** 600sec **Po Mode** Continuous  
**Adsorbate Name** Nitrogen **Molecular Weight** 28,013g/mol **Cross Section Area** 16,2Å<sup>2</sup>/mol  
**Non-ideality** 6,58e-0051/torr **Bath Temperature** 77,35K  
**Degas information Type** Vacuum Degassing  
**Operator Description**

## Data Reduction Parameters

**Thermal Transpiration** no  
**Adsorbate Model Name** Nitrogen **Molecular Weight** 28,0134g **Cross Section Area** 16,2Å<sup>2</sup>/molec  
**Bath Temperature** 77,35K

## BET Multi-point BET results

**Isotherm Branch** Adsorption  
**Slope** 18.1969  
**Intercept** 0.250208  
**Correlation coeff., r** 0.999678  
**C constant** 73.7268  
**Surface area** 188.784 m<sup>2</sup>/g

## BJH Pore Size Distribution Adsorption results

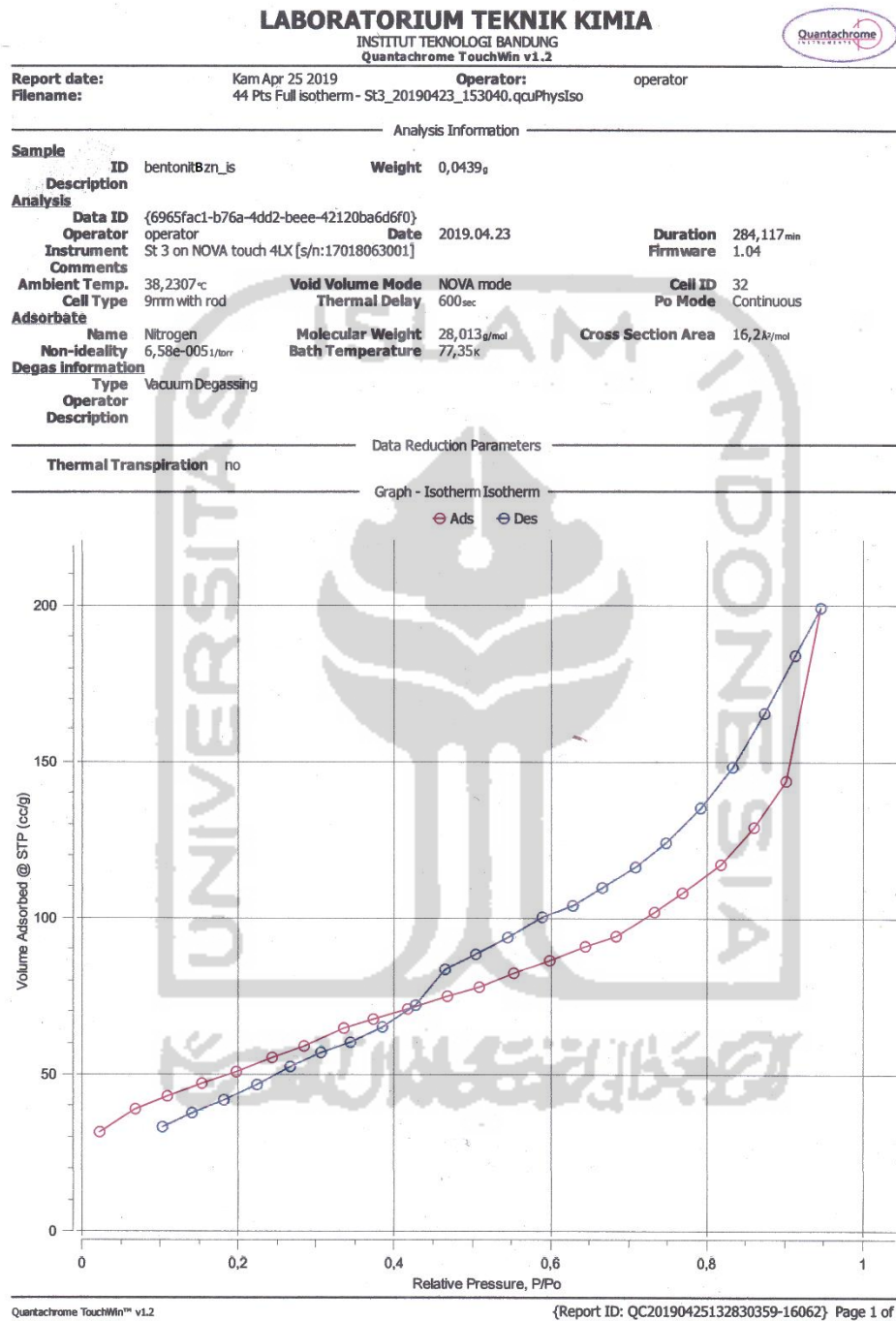
**Surface Area** 90.4601 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.163281 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.77822 nm

## BJH Pore Size Distribution Desorption results

**Surface Area** 161,65 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.263929 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.78873 nm

## Total Pore Volume results

**Total Pore Volume** 3,0895e-001 cc/g  
**for pores smaller than** 18,85 nm (radius)  
**at relative pressure** 0,94621

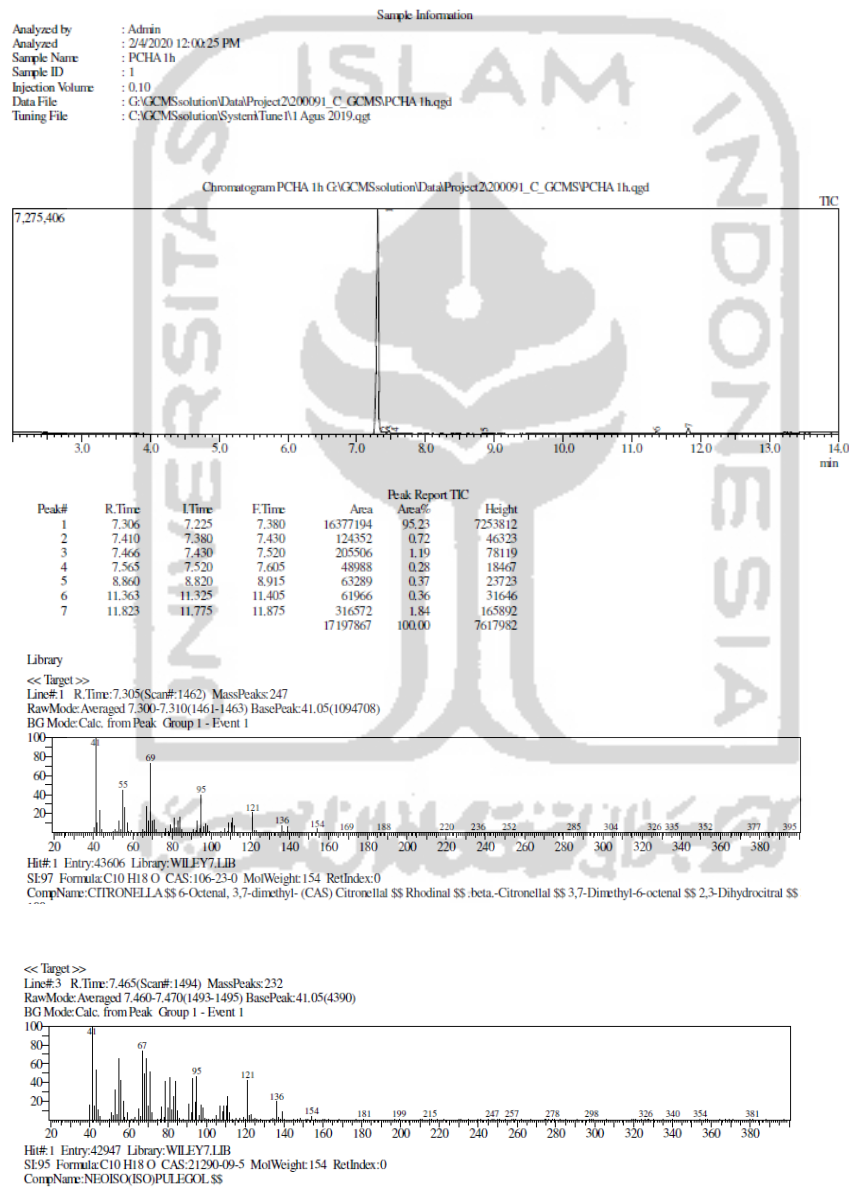


Grafik isotherm adsorpsi-desorpsi ZnO/PCH-10

## Lampiran 6. Hasil Analisis GCMS pada konversi sitronelal menjadi isopulegol dengan katalis ZnO/PCH-5 dan ZnO/PCH-10

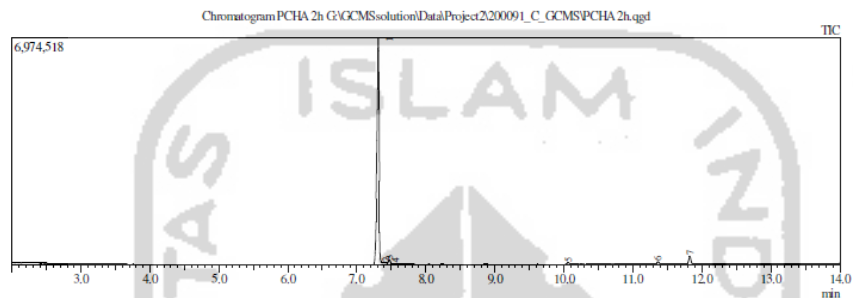
### 6.1. Hasil GCMS ZnO/PCH-5

#### a. ZnO/PCH-5 (1 jam)



## b. ZnO/PCH-5 (2 jam)

Sample Information  
 Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 2/4/2020 12:17:53 PM  
 Sample Name : PCHA.2h  
 Sample ID : 2  
 Injection Volume : 0.10  
 Data File : G:\GCMSsolution\Data\Project2\200091\_C\_GCMS\PCHA.2h.qgd  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tune\11\_Agus\_2019.qgt

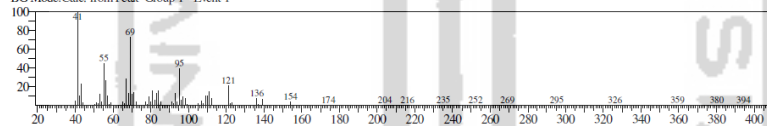


Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.310	7.255	7.380	15361313	92.78	6953619
2	7.420	7.380	7.435	131300	0.79	40406
3	7.470	7.435	7.540	317456	1.92	135771
4	7.569	7.540	7.615	45631	0.28	20530
5	10.063	10.015	10.120	91698	0.55	35637
6	11.365	11.325	11.415	132383	0.80	64358
7	11.825	11.775	11.900	476926	2.88	246287
				16556707	100.00	7496608

### Library

<< Target >>

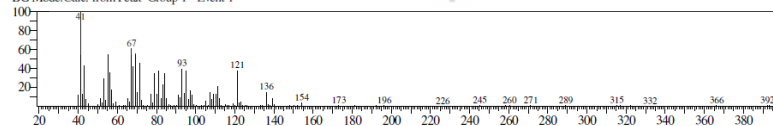
Line#:1 R.Time:7.310(Scan#:1463) MassPeaks:259  
 RawMode:Averaged 7.305-7.315(1462-1464) BasePeak:41.10(1027858)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:43606 Library:WILEY7.LIB  
 SI:97 Formula:C10H18O CAS:106-23-0 MolWeight:154 RetIndex:0  
 CompName:CITRONELLAL SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinal SS .beta.-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-octenal SS 2,3-Dihydrocitra

<< Target >>

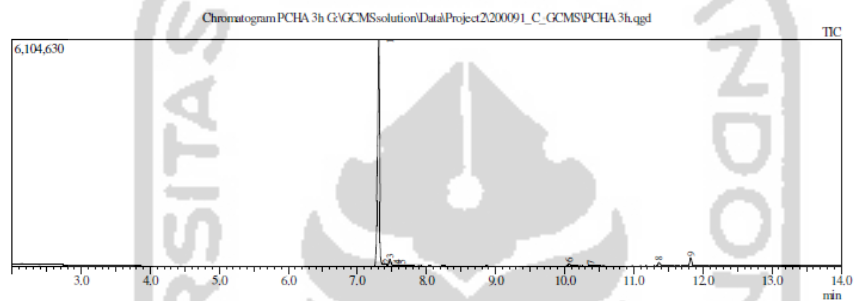
Line#:3 R.Time:7.470(Scan#:1495) MassPeaks:220  
 RawMode:Averaged 7.465-7.475(1494-1496) BasePeak:41.10(90991)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:43851 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C10H18O CAS:89-79-2 MolWeight:154 RetIndex:0  
 CompName:(-)-Isopulegol SS Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)]- (CAS) I-Isopulegol SS Isopulegol SS p-Menth-8-en

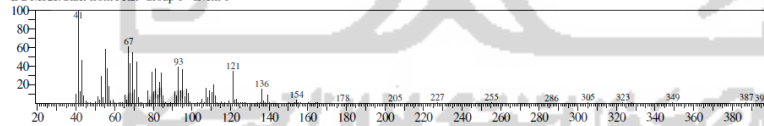
## c. ZnO/PCH-5 (3 jam)

Sample Information  
 Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 2/4/2020 12:35:15 PM  
 Sample Name : PCHA3h  
 Sample ID : 3  
 Injection Volume : 0.10  
 Data File : G:\GCMSsolution\Data\Project2\200091\_C\_GCMS\PCHA3h.qgd  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tune\11\_Agus\_2019.qgd



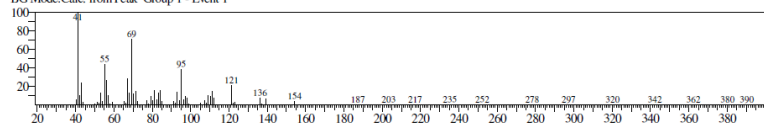
Peak#	R.Time	LTime	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.309	7.285	7.385	12875510	90.46	6087303
2	7.415	7.385	7.435	109984	0.77	41817
3	7.471	7.435	7.545	390188	2.74	172144
4	7.573	7.545	7.605	47730	0.34	20543
5	7.647	7.605	7.695	50226	0.35	19960
6	10.066	10.020	10.140	136187	0.96	52207
7	10.378	10.340	10.430	54181	0.38	22271
8	11.367	11.320	11.415	171097	1.20	81954
9	11.826	11.780	11.885	398515	2.80	210470
				14233618	100.00	6708669

<< Target >>  
 Line#:3 R.Time:7.470(Scan#:1495) MassPeaks:239  
 RawMode:Averaged 7.465-7.475(1494-1496) BasePeak:41.05(13386)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:43851 Library:WILEY7.LIB  
 SE96 Formula:C10H18O CAS:89-79-2 MolWeight:154 RetIndex:0  
 CompName:(-)-Isopulegol SS Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-, [1R-(1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)]- (CAS) Isopulegol SS Isopulegol SS p-Menth-8-en

Library  
 << Target >>  
 Line#:1 R.Time:7.310(Scan#:1463) MassPeaks:262  
 RawMode:Averaged 7.305-7.315(1462-1464) BasePeak:41.10(889737)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

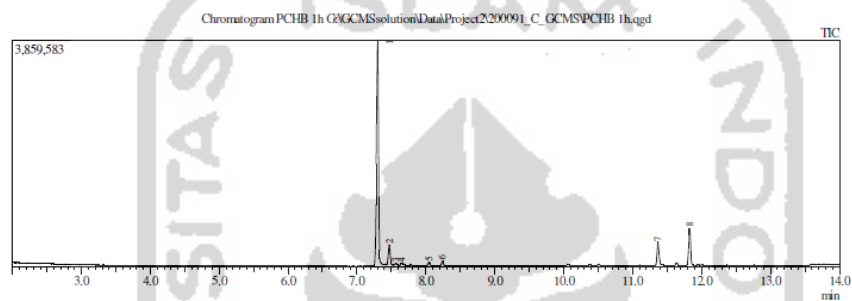


Hit#1 Entry:43606 Library:WILEY7.LIB  
 SE97 Formula:C10H18O CAS:106-23-0 MolWeight:154 RetIndex:0  
 CompName:CITRONELLA SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinol SS .beta.-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-octenal SS 2,3-Dihydrocitral SS



### d. ZnO/PCH-10 (1 jam)

Sample Information  
 Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 2/4/2020 12:52:44 PM  
 Sample Name : PCHB 1h  
 Sample ID : 4  
 Injection Volume : 0.10  
 Data File : G:\GCMSsolution\Data\Project2\200091\_C\_GCMS\PCHB 1h.qgd  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\SystemTune\11\_Agus 2019.qgd

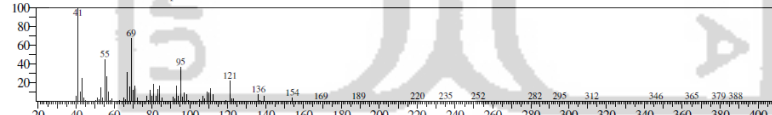


Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.299	7.240	7.375	7822543	71.34	3843415
2	7.467	7.430	7.525	706519	6.44	357876
3	7.568	7.525	7.605	108111	0.99	44427
4	7.645	7.605	7.715	117301	1.07	40785
5	8.044	8.005	8.090	117994	1.08	66606
6	8.241	8.200	8.285	138342	1.26	79572
7	11.369	11.320	11.425	747132	6.81	591870
8	11.827	11.775	11.890	1207219	11.01	652085
				10965161	100.00	5456636

Library

<< Target >>

Line# 1 R.Time: 7.300(Scan#: 1461) MassPeaks: 250  
 RawMode: Averaged 7.295-7.305(1460-1462) BasePeak: 41.05(548867)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



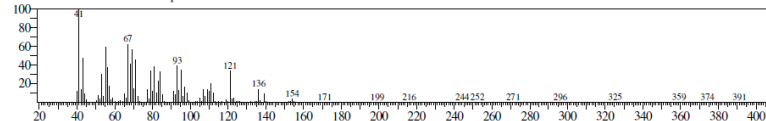
Hit# 1 Entry: 43606 Library: WILEY7.LIB

SE95 Formula: C10H18O CAS: 106-23-0 MolWeight: 154 RetIndex: 0

CompName: CITRONELEA S5 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal S8 Rhodinal S5, beta-Citronellal S5 3,7-Dimethyl-6-octenal S5 2,3-Dihydrocitra

<< Target >>

Line# 2 R.Time: 7.465(Scan#: 1494) MassPeaks: 223  
 RawMode: Averaged 7.460-7.470(1493-1495) BasePeak: 41.05(29702)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



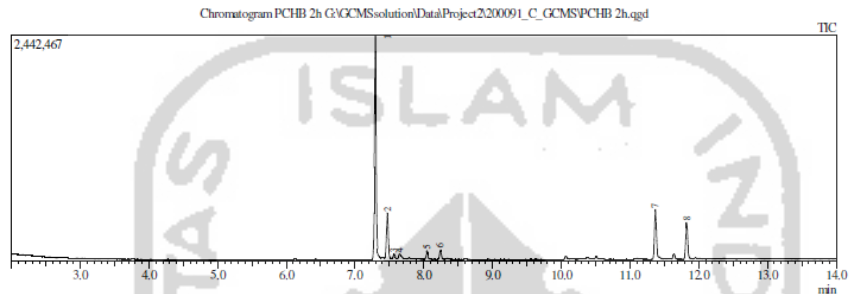
Hit# 1 Entry: 42947 Library: WILEY7.LIB

SE96 Formula: C10H18O CAS: 21290-09-5 MolWeight: 154 RetIndex: 0

CompName: NBOISO(ISO)PULEGOL S5

## e. ZnO/PCH-10 (2 jam)

Sample Information  
 Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 2/4/2020 1:10:10 PM  
 Sample Name : PCHB 2h  
 Sample ID : 5  
 Injection Volume : 0.10  
 Data File : G:\GCMS\solution\Data\Project2\200091\_C\_GCMS\PCHB 2h.qgd  
 Tuning File : C:\GCMS\solution\SystemTune\11\_Agus 2019.qgt

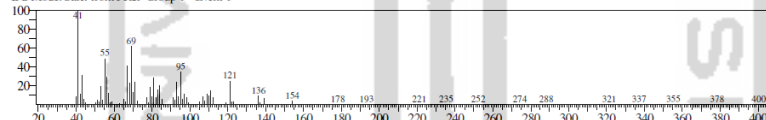


Peak#	R.Time	LTime	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.205	7.240	7.380	4168335	55.64	2425685
2	7.470	7.380	7.525	979467	13.07	498607
3	7.568	7.525	7.610	109470	1.46	51411
4	7.646	7.610	7.715	136870	1.83	55125
5	8.046	8.005	8.085	164665	2.20	92060
6	8.244	8.205	8.285	173080	2.31	101705
7	11.371	11.325	11.425	992399	13.25	526075
8	11.826	11.775	11.880	767349	10.24	396025
				7491635	100.00	4147593

### Library

<< Target >>

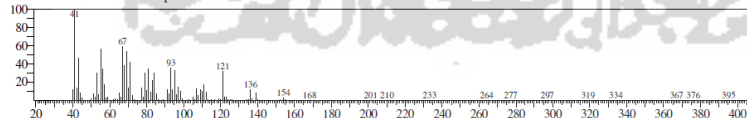
Line# 1 R.Time: 7.205 (Scan#: 1460) MassPeaks: 251  
 RawMode: Averaged 7.200-7.300 (1459-1461) BasePeak: 41.05 (285151)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 43603 Library: WILEY7.LIB  
 SE: 95 Formula: C10 H18 O CAS: 106-23-0 MolWeight: 154 RetIndex: 0  
 CompName: CITRONELLA SS 6-Octenal, 3,7-dimethyl- (CAS) Citronellal SS Rhodinol SS beta-Citronellal SS 3,7-Dimethyl-6-octenal SS 2,3-Dihydrocitral SS

<< Target >>

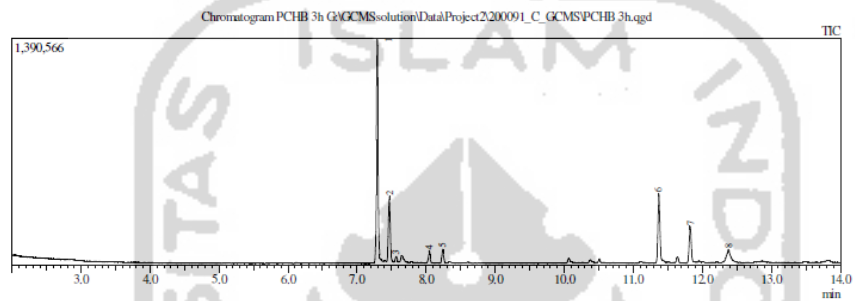
Line# 2 R.Time: 7.470 (Scan#: 1495) MassPeaks: 243  
 RawMode: Averaged 7.465-7.475 (1494-1496) BasePeak: 41.05 (45316)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 43851 Library: WILEY7.LIB  
 SE: 96 Formula: C10 H18 O CAS: 89-79-2 MolWeight: 154 RetIndex: 0  
 CompName: (-)-Isopulegol SS Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)]- (CAS) l-Isopulegol SS Isopulegol SS p-Menth-8-en

## f. ZnO/PCH-10 (3 jam)

Sample Information  
 Analyzed by : Admin  
 Analyzed : 2/4/2020 1:27:43 PM  
 Sample Name : PCHB 3h  
 Sample ID : 6  
 Injection Volume : 0.10  
 Data File : G:\GCMSsolution\Data\Project2\200091\_C\_GCMS\PCHB 3h.qgd  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tune\11\_Agus\_2019.qgt

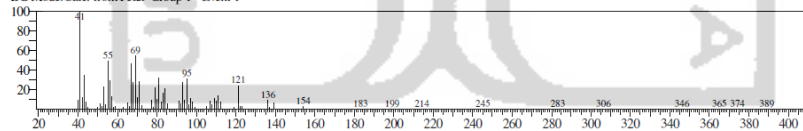


Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.292	7.245	7.375	2334756	47.50	1376942
2	7.466	7.375	7.530	784243	15.95	406261
3	7.568	7.530	7.605	70524	1.43	35260
4	8.045	8.005	8.085	130015	2.64	76720
5	8.241	8.205	8.285	138992	2.83	82344
6	11.373	11.330	11.420	771599	15.70	412886
7	11.826	11.780	11.880	441267	8.98	222897
8	12.380	12.325	12.470	244219	4.97	71024
				4915615	100.00	2684343

## Library

&lt;&lt; Target &gt;&gt;

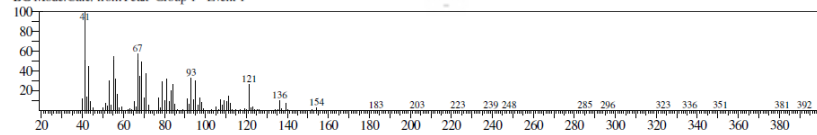
Line#:1 R.Time:7.290(Scan#:1459) MassPeaks:255  
 RawMode:Averaged 7.285-7.295(1458-1460) BasePeak:41.05(153768)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:43852 Library:WILEY7.LIB  
 SE94 Formula:C10 H18 O CAS:89-79-2 MolWeight:154 RetIndex:0

&lt;&lt; Target &gt;&gt;

Line#:2 R.Time:7.465(Scan#:1494) MassPeaks:241  
 RawMode:Averaged 7.460-7.470(1493-1495) BasePeak:41.05(40041)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:43851 Library:WILEY7.LIB  
 SE96 Formula:C10 H18 O CAS:89-79-2 MolWeight:154 RetIndex:0  
 CompName:(-)-Isopulegol SS Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)]- (CAS) l-Isopulegol SS Isopulegol SS p-Menth-8-en

## Lampiran 7. Perhitungan Konversi dan Selektivitas Katalis ZnO/PCH

$$\% \text{ Konversi} = \left( \frac{\text{Luas area sitronelal standar} - \text{Luas area sitronelal sampel}}{\text{Luas area standar sitronelal}} \right) \times 100\%$$

$$\% \text{ Selektivitas terhadap isopulegol} = \left( \frac{\text{Luas area isopulegol}}{\text{Luas area total} - \text{luas sitronelal}} \right) \times 100\%$$

### 7.1. Katalis ZnO/PCH-5

#### a. ZnO/PCH-5 (1 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 16377194}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 29,27\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{205506}{17197867 - 16377194} \right) \times 100\% \\ &= 25,04\% \end{aligned}$$

#### b. ZnO/PCH-5 (2 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 15361313}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 33,66\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{317456}{16556707 - 15361313} \right) \times 100\% \\ &= 26,56\% \end{aligned}$$

#### c. ZnO/PCH-5 (3 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 12875510}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 44,40\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{390188}{14233618 - 12875510} \right) \times 100\% \\ &= 28,73\% \end{aligned}$$

## 7.2.Katalis ZnO/PCH-10

### a. ZnO/PCH-10 (1 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 7822543}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 66,22 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{706519}{1096161 - 7822543} \right) \times 100\% \\ &= 22,48 \% \end{aligned}$$

### b. ZnO/PCH-10 (2 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 4168355}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 82,00\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{979462}{7491635 - 4168335} \right) \times 100\% \\ &= 29,47 \% \end{aligned}$$

### c. ZnO/PCH-10 (3 jam)

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \left( \frac{23155656 - 2334756}{23155656} \right) \times 100\% \\ &= 89,92 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Selektivitas} &= \left( \frac{784243}{4915615 - 2334756} \right) \times 100\% \\ &= 30,39 \% \end{aligned}$$