

**PREPARASI Ni/BENTONIT TERAKTIVASI ASAM MENGGUNAKAN
REDUKTOR EKSTRAK KULIT BUAH NAGA (*Hylocereus polyrhizus*)
DAN APLIKASINYA SEBAGAI KATALIS DALAM SINTESIS ONE POT
SYSTEM MENTOL DARI SITRONELAL**

SKRIPSI

Untuk memenuhi sebagian persyaratan
Mencapai derajat Sarjana Kimia



STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2023**



KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

Jl. Marsda Adisucipto Telp. (0274) 540971 Fax. (0274) 519739 Yogyakarta 55281

PENGESAHAN TUGAS AKHIR

Nomor : B-302/Un.02/DST/PP.00.9/01/2023

Tugas Akhir dengan judul

: Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktor Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*) dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Sintesis One Pot System Mentol dari Sitronelal

yang dipersiapkan dan disusun oleh:

Nama : YUNI MARHAYUNI
Nomor Induk Mahasiswa : 18106030014
Telah diujikan pada : Selasa, 24 Januari 2023
Nilai ujian Tugas Akhir : A-

dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

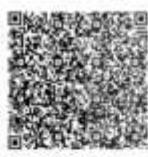
TIM UJIAN TUGAS AKHIR



Ketua Sidang

Priyagung Dhemsi Widiakongko, M.Sc.
SIGNED

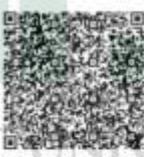
Valid ID: 63d1fb6020945



Pengaji I

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si.
SIGNED

Valid ID: 63d77838940e1



Pengaji II

Endruji Sedyadi, M.Sc.
SIGNED

Valid ID: 63d0ea2a2aa5a

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA



Yogyakarta, 24 Januari 2023

UIN Sunan Kalijaga
Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

Dr. Dra. Hj. Khursul Wardati, M.Si.
SIGNED

Valid ID: 63d8f06a556ad



SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Persetujuan Skripsi / Tugas Akhir

Lamp :

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Yuni Marhayuni
NIM : 18106030014
Judul Skripsi : Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktör Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylorereus polyrhizus*) dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Sintesis *One Pot System* Mentol dari Sitronelal

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Program Studi Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqasyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

**SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA**

Yogyakarta, 16 Januari 2023

Pembimbing

Priyung Dhemie Widiakongko, M.Sc
NIP: 19900330 201903 1 008



NOTA DINAS KONSULTASI

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp :-

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Yuni Marhayuni
NIM : 18106030014

Judul Skripsi : Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktör Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*) dan Aplikasinya sebagai Katalis dalam Sintesis *One Pot System* Mentol dari Sitronelal

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terimakasih.

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 30 Januari 2023

Konsultan

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si.
NIP. 19760621 199903 2 005



NOTA DINAS KONSULTASI

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir
Lamp :-

Kepada
Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Yuni Marhayuni
NIM : 18106030014
Judul Skripsi : Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktor Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*) dan Aplikasinya sebagai Katalis dalam Sintesis *One Pot System* Mentol dari Sitronelal

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terimakasih.

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYA
Yogyakarta, 30 Januari 2023
Konsultan

Endaraji Sedyadi, S.Si., M.Sc.
NIP. 19820205 201503 1 003



SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Yuni Marhayuni
NIM : 18106030014
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul "**Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktor Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocerus Polyrhizus*) dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Sintesis One Pot System Mentol dari Sitronelal**" merupakan hasil penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjana di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 15 Januari 2023



Yuni Marhayuni
NIM. 18106030014

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Tuhan Rabbul'alamiiin yang telah memberi kesempatan dan kekuatan sehingga tugas akhir yang berjudul “Preparasi Ni/Bentonit Teraktivasi Asam Menggunakan Reduktor Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*) dan Aplikasinya sebagai Katalis dalam Sintesis *One Pot System* Mentol dari Sitronelal” dapat diselesaikan sebagai persyaratan untuk mencapai derajat sarjana kimia.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dorongan, semangat dan ide-ide kreatif sehingga tahap demi tahap penyusunan tugas akhir ini telah selesai. Ucapan terima kasih secara khusus penulis sampaikan kepada:

1. Ibu Dr. Khurul Wardati, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Ibu Dr. Imelda Fajriyati, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga.
3. Bapak Priyagung Dhemi Widiakongko, M.Si. selaku Dosen Pembimbing skripsi yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan, arahan, nasihat, dukungan serta motivasi kepada penulis dalam penulisan tugas akhir maupun penelitian.
4. Segenap PLP Laboratorium Kimia Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu dalam melaksanakan penelitian.
5. Bapak Wahidin, Ibu Nunung Aisyah serta segenap keluarga yang senantiasa mendoakan, memotivasi, membimbing, membantu penulis baik dalam segi finansial maupun psikis.
6. Iqlima Barokah selaku teman satu perjuangan di Laboratorium dan Darmawan Ali Saputra selaku teman satu bimbingan.
7. Teman-teman Kimia Caffein 2018 yang telah sama-sama berjuang dan memberi motivasi kepada penulis.
8. Julieta Riyani Putri, Rafida, Risma Nurrohmah Ramdani, Muhammad Nur Faizi, Ghanisa Anggit Askara, Ahmad Azmi Mauludin selaku sahabat yang senantiasa bersama-sama dan mendengarkan keluh kesah penulis.
9. Annisa Nurul Syakina, Astri Arnamalia, Adi Riswan, Rafida selaku keluarga Bravo yang senantiasa memberikan motivasi dan sharing.
10. Seluruh pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu atas bantuannya dalam penyelesaian tugas akhir.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati, kritik dan saran yang membangun penulis harapkan. Penulis berharap tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Yogyakarta, 14 Januari 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PENGESAHAN TUGAS AKHIR.....	ii
SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	iii
NOTA DINAS KONSULTASI.....	iv
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKIRPSI.....	vi
HALAMAN MOTTO.....	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
ABSTRAK.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Batasan Masalah.....	5
C. Rumusan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian	6
E. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI	7
A. Tinjauan Pustaka	7
B. Dasar Teori.....	11
1. Sitronelal	11
2. Mentol	12
3. Reaksi Siklisasi-Hidrogenasi.....	13
4. Katalis Heterogen	14
5. Bentonit alam	16
6. Katalis Nikel.....	17
7. Ekstrak Kulit Buah Naga.....	18
8. Kalium Format	19
9. Impregnasi	19
10. X-Ray Diffraction (XRD).....	21
11. Fourier Transform Infra Red (FTIR)	22
12. Gas Cromatography and Mass Spectroscopy (GC-MS)	23
C. Kerangka Berpikir dan Hipotesis Penelitian.....	24
BAB III METODE PENELITIAN.....	27
A. Waktu & Tempat Penelitian.....	27
B. Alat dan Bahan Penelitian.....	27
C. Prosedur Kerja Penelitian.....	27
BAB IV PEMBAHASAN.....	30
A. Aktivasi Bentonit alam dengan HCl 2 M.....	30
B. Preparasi Katalis Ni/Bentonit Teraktivasi Asam	35
C. Karakterisasi Katalis Ni/Bentonit Teraktivasi Asam.....	38
D. Keasaman Katalis.....	41
E. Sintesis <i>One Pot System</i> Mentol dari Sitronelal.....	45

F. Karakterisasi Hasil Reaksi	49
BAB V KESIMPULAN	58
A. Kesimpulan	58
B. Saran.....	58
DAFTAR PUSTAKA.....	59
LAMPIRAN.....	66



DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Keasaman Bentonit dan Katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam.....	42
Tabel 4. 2 Kandungan Senyawa dalam minyak sereh dan hasil GC-MS	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Sitronelal.....	11
Gambar 2. 2 Struktur Mentol	13
Gambar 4. 1 Spektra FTIR bentonit alam dan bentonit teraktivasi asam.....	31
Gambar 4. 2 Difraktogram bentonit alam dan bentonit teraktivasi asam	33
Gambar 4. 3 Reaksi Flavonoid dengan HCl dan Mg (Ergina, et al., 2014).....	37
Gambar 4. 4 Spektra FTIR bentonit teraktivasi asam, katalis A (Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan reduktor H ₂ dan katalis B (Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan reduktor ekstrak kulit buah naga).	38
Gambar 4. 5 Difraktogram XRD bentonit teraktivasi asam, katalis A (Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan reduktor H2 dan katalis B (Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan reduktor ekstrak kulit buah naga).....	40
Gambar 4. 6 Spektra FTIR katalis A & B sebelum dan setelah adsorpsi piridin	44
Gambar 4. 7 Kromatogram minyak sereh	46
Gambar 4. 8 Spektrum FTIR minyak sereh.....	47
Gambar 4. 9 Reaksi mentol dari sitronelal (Rocha, et al., 2007).....	48
Gambar 4. 10 Spektrum FTIR Hasil reaksi one pot system sitronelal	49
Gambar 4. 11 Kromatogram Hasil reaksi ke-3.....	50
Gambar 4. 12 Grafik perbandingan kandungan senyawa dalam minyak sereh dan hasil reaksi ke-3.....	51
Gambar 4. 13 Reaksi siklisasi sitronelal menjadi isopulegol (Virtanen, et al 2019).....	52
Gambar 4. 14 Reaksi Konversi Oksidasi Limonen menjadi Terpin Hidrat.....	53
Gambar 4. 15 Hidrogenasi Isopulegol menjadi Mentol.....	54
Gambar 4. 16 Reaksi Hidrogenasi Sitronelal menjadi Sitronelol.....	55
Gambar 4. 17 Reaksi Hidrolisis 11-Tetradecen-1-ol-asetat menjadi asam asetat.....	55
Gambar 4. 18 Reaksi Esterifikasi Sitronelol menjadi Sitronelil Asetat.....	56
Gambar 4. 19 Reaksi Esterifikasi Geraniol menjadi Geranil Asetat	56

STATE ISLAMIC UNIVERSITY
SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA

ABSTRAK

PREPARASI Ni/BENTONIT TERAKTIVASI ASAM MENGGUNAKAN REDUKTOR EKSTRAK KULIT BUAH NAGA (*Hylocereus polyrhizus*) DAN APLIKASINYA SEBAGAI KATALIS DALAM SINTESIS *ONE POT* *SYSTEM MENTOL DARI SITRONELAL*

Oleh:
Yuni Marhayuni
18106030014

Pembimbing:
Priyagung Dhemi Widiakongko, M.Sc.

Preparasi Ni/Bentonit teraktivasi asam menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) dan aplikasinya dalam sintesis *one pot system* mentol dari sitronelal telah dilakukan. Tujuan dari penelitian ini adalah karakterisasi Ni/Bentonit teraktivasi asam menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga berdasarkan spektrofotometri FTIR dan karakterisasi difraksi sinar X berdasarkan difraktogram XRD serta menganalisis produk yang dihasilkan dalam sintesis *one pot system* mentol dari sitronelal menggunakan katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam.

Katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam disintesis dengan metode impregnasi basah dengan penambahan ekstrak kulit buah naga sebagai reduktor alami. Ni/Bentonit teraktivasi asam berhasil disintesis berdasarkan identifikasi spektrum FTIR oleh adanya serapan pada panjang gelombang $1049,28\text{ cm}^{-1}$ dan $694,37\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan gugus Si-O dalam bentonit serta difraktogram XRD mengindikasikan keberadaan Ni pada puncak serapan $2\theta = 40,5^\circ$ dan $2\theta = 47,74^\circ$. Katalis tersebut dapat mengkonversi mentol sebesar 0,77% melalui reaksi *one pot system* tanpa penggunaan sumber H₂ berupa kalium format.

Kata kunci: *mentol, one pot system, Ni/Bentonit, impregnasi*

ABSTRACT

PREPARATION OF Ni/BENTONITE ACID ACTIVATED USING REDUCTOR EXTRACT OF DRAGON FRUIT (*Hylocereus polyrhizus*) AND ITS APPLICATION AS A CATALYST IN SYNTHESIS ONE POT SYSTEM MENTHOL FROM CITRONELLA

By:
Yuni Marhayuni
18106030014

Supervisor:
Priyagung Dhemi Widiakongko, M.Sc.

Preparation of Ni/bentonite acid activated using a reducing agent from dragon fruit peel extract (*Hylocereus polyrhizus*) and its application in the synthesis of one pot system menthol from citronellal has been carried out. The aims of this study were to characterize acid-activated Ni/Bentonite using reducing agents of dragon fruit peel extract based on FTIR spectrophotometry and X-ray diffraction characterization based on XRD diffractograms and to analyze the product produced in the synthesis of one pot system menthol from citronellal using acid-activated Ni/bentonite catalyst.

The catalyst of Ni/Bentonite acid activated was synthesized by the wet impregnation method with the addition of dragon fruit peel extract as a natural reducing agent. Acid-activated Ni/Bentonite was successfully synthesized based on the help of the FTIR spectrum with absorption at wavelengths of 1049.28 cm^{-1} and 694.37 cm^{-1} which indicated the Si-O group in bentonite and the XRD diffractogram indicated the presence of Ni at the absorption peak of $2\theta = 40.5^\circ$ and $2\theta = 47.74^\circ$. The catalyst can convert 0.77% of menthol through a one pot system reaction without using a source of H_2 in the form of potassium formate.

Keywords: menthol, one pot system, Ni/Bentonite, impregnation

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Mentol merupakan suatu senyawa yang diperoleh dari ekstrak daun *Mentha piperita L* atau melalui proses sintesis di laboratorium (Cantanahede, et al., 2021). Terdapat delapan bentuk stereoisomer dari mentol, tetapi hanya (-)-mentol yang mempunyai nilai tinggi (Trasarti, et al., 2013). Penggunaan mentol di seluruh dunia diperkirakan mencapai 32.000 ton/tahun (Su, et al., 2019). Hal tersebut disebabkan karena banyaknya manfaat dari mentol. Mentol sering dimanfaatkan sebagai pemberi aroma dan rasa dari produk-produk yang bersifat komersil. Mentol digunakan secara luas dalam industri makanan, minuman, kosmetik (Adilina, et al., 2015), pasta gigi, rokok serta obat-obatan (Trasarti, et al., 2013). Dalam bidang obat, mentol digunakan untuk mengatasi sakit tenggorokan ringan, bau mulut, flu, hidung tersumbat, nyeri otot, memar dan kram (Su, et al., 2019). Mentol bekerja dengan memberikan sensasi dingin sehingga membantu meredakan rasa sakit untuk sementara waktu (Trasarti, et al., 2013). Tingginya permintaan mentol tidak sebanding dengan ketersedian mentol di alam. Hal tersebut mendorong peneliti untuk melakukan pengembangan dalam meningkatkan produksi mentol secara sintesis di laboratorium (Lothe, et al., 2021). Salah satu upaya yang dilakukan yaitu mensintesis mentol dari sitronelal yang berasal dari bahan baku yang diperoleh dengan distilasi minyak atsiri (Virtanen, et al., 2009).

Salah satu minyak atsiri yang dapat digunakan sebagai prekursor mentol adalah sitronelal yang diperoleh dari hasil ekstraksi daun sereh. Mentol dapat

disintesis dari sitronelal melalui dua tahap reaksi. Tahapan pertama yaitu siklisasi sitronelal menjadi isopulegol yang dikatalisis asam. Secara industri, ZnBr₂ digunakan sebagai katalis homogen dalam proses siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dengan selektivitas 94%. Namun, katalis tersebut menimbulkan masalah lingkungan karena pembentukan limbah pada pemisahan katalis dari sistem reaksi (Adilina, et al., 2015).

Tahap kedua yaitu hidrogenasi isopulegol menjadi mentol dengan bantuan katalis logam (Sastrohamidjojo, 2017). Pada tahapan reaksi kedua, katalis logam yang dapat mengadsorpsi molekul hidrogen dan mempercepat reaksi diperlukan (Sulaswatty, et al., 2019). Katalis-katalis tersebut antara lain Ni, Pd, Ru, Pt yang diembankan pada bahan asam (Cortes, et al., 2011). Akan tetapi, Katalis logam tunggal memiliki kestabilan termal yang rendah, dapat membentuk logam pejal yang akan memperkecil luas permukaan serta mudah terdeaktivasi. Sehingga katalis logam perlu terdispersi ke dalam material pengembangan yang berpori, stabil terhadap panas dan memiliki luas permukaan yang besar. Logam dapat terdispersi secara merata di seluruh sistem pori pengembangan sehingga dihasilkan permukaan logam yang aktif (Trisunaryanti, 2018).

Sintesis mentol dari sitronelal dengan dua tahap reaksi yang terpisah membutuhkan katalis yang berbeda dalam setiap tahapannya, serta membutuhkan waktu yang cukup lama. Untuk menyederhanakan langkah sintesis, terdapat rute sintesis yang lebih efisien yang dapat meminimalkan langkah sintesis yaitu sintesis *one pot system* menggunakan katalis heterogen. Reaksi *one pot system* menggunakan katalis heterogen berupa pengembangan logam ke dalam material

berpori yang memiliki situs asam. Pengembangan katalis logam ke dalam suatu padatan asam akan memberikan rasio permukaan-volume dan aktivitas katalitik yang tinggi (Catita, et al., 2020). Maka katalis heterogen untuk sintesis *one pot* system mentol dari sitronelal dapat dibentuk dengan membuat efek bifungsionalitas asam dan logam (Cortes, et al., 2011).

Katalis heterogen dapat dibuat dengan mengembangkan katalis logam ke dalam material berpori yang memiliki situs asam (Trisunaryanti, 2018). Logam nikel merupakan katalis logam yang dapat berfungsi sebagai sisi situs aktif katalis karena belum penuhnya elektron pada orbital *d* sehingga efektif untuk menerima pasangan elektron dari reaktan untuk mencapai suatu reaksi (Trisunaryanti, 2018). Akan tetapi, logam nikel mempunyai luas permukaan yang kecil, mudah terjadi aglomerasi, sehingga ketika digunakan dalam suatu reaksi, reaksi tersebut menjadi kurang efektif dan efisien karena kurangnya kontak yang terjadi antara pusat aktif logam dengan reaktan (Utami, 2019). Oleh karena itu, logam nikel perlu terdispersi ke dalam material berpori untuk meningkatkan kinerja katalis.

Bentonit merupakan salah satu material berpori yang memiliki keasaman permukaan terkait asam Bronsted dan asam Lewis sehingga berpotensi digunakan sebagai katalis. Selain itu, bentonit memiliki sifat penukar ion (Ruskandi, et al., 2020). Akan tetapi, bentonit alam memiliki pengotor berupa kalsit dan kation-kation yang menutupi pori bentonit. Preparasi bentonit alam sangat diperlukan untuk menghilangkan pengotor melalui proses aktivasi asam sehingga pori bentonit menjadi terbuka dan memiliki luas permukaan yang besar. Luas

permukaan yang besar digunakan sebagai tempat untuk mendistribusikan logam (Trisunaryanti, 2018).

Proses reduksi Ni(II) menjadi Ni(0) dalam pembuatan katalis heterogen biasanya menggunakan gas H₂ sebagai sumber hidrogen (Adilina, et al., 2015). Gas H₂ memiliki kekurangan yaitu harganya relatif mahal serta sangat berbahaya jika terkena oksigen. Sebagai solusi atas masalah tersebut, beberapa penelitian telah dilakukan dalam memanfaatkan berbagai sistem hayati seperti bakteri, jamur dan ekstrak tumbuhan sebagai alternatif reduktor katalis logam. Ekstrak kulit buah naga dapat digunakan sebagai reduktor alami seperti yang telah dilakukan Rahmawita & Ulianah, (2021). Dalam penelitiannya, nanopartikel NiFe₂SO₄ disintesis menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga. Ekstrak kulit buah naga memiliki kandungan antioksidan berupa vitamin C, flavonoid, tannin, alkaloid, steroid dan saponin yang berpotensi digunakan sebagai pereduksi dan penstabil alami (Noor, et al., 2016). Akan tetapi, penelitian tersebut tidak melakukan uji fitokimia untuk mengetahui keberadaan senyawa flavonoid sebagai sumber reduktor.

Sumber hidrogen dalam sintesis *one pot* mentol dapat menggunakan bahan alternatif yang lebih ramah lingkungan serta hemat biaya sebagai pengganti gas H₂. Salah satu sumber hidrogen yang umum digunakan yaitu kalium format. Ion format merupakan donor hidrogen yang sangat aktif jika dikontakkan dengan logam transisi (Zoran, et al., 1984).

Berdasarkan latar belakang di atas, konversi mentol dari sitronelal pada penelitian ini akan dilakukan *one pot system* menggunakan katalis Ni/Bentonit

teraktivasi asam dengan tujuan untuk mengembangkan sistem katalitik yang mampu mensintesis mentol dari sitronelal dalam satu wadah. Metode tersebut dapat meminimalkan langkah sintetik serta lebih ramah lingkungan. Selain itu, dalam penelitian ini akan digunakan reduktor ekstrak kulit buah naga dan kalium format sebagai sumber hidrogen untuk menghindari penggunaan bahan yang berbahaya, ramah lingkungan serta hemat biaya.

B. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini meliputi:

1. Material pengembangan yang digunakan merupakan bentonit alam
2. Logam yang digunakan yaitu nikel yang diembankan pada bentonit alam dengan metode impregnasi menggunakan ekstrak kulit buah naga sebagai reduktor alami dan gas H₂ sebagai pembanding.
3. Analisis karakteristik katalis menggunakan FTIR, XRD dan uji keasaman katalis.
4. Katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam digunakan dalam reaksi *one pot system* sitronelal menjadi mentol.
5. Sumber hidrogen dalam reaksi *one pot system* sitronelal menjadi mentol merupakan kalium format.

C. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini meliputi:

1. Bagaimana karakteristik serapan inframerah berdasarkan spektrofometri FTIR dan karakteristik difraksi sinar X berdasarkan difraktogram XRD dari

katalis Ni/bentonit teraktivasi asam menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga ?

2. Bagaimana produk yang dihasilkan dari sintesis *one pot system* mentol dari sitronelal dengan katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam ?

D. Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini meliputi:

1. Karakterisasi serapan inframerah berdasarkan spektrofotometri FTIR dan karakterisasi difraksi sinar X berdasarkan difraktogram XRD dari katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga.
2. Menganalisis produk yang dihasilkan dari sintesis *one pot system* mentol dari sitronelal dengan katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam.

E. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai sintesis mentol dari sitronelal melalui sintesis *one pot system*. Selain itu juga diharapkan penelitian ini dapat meningkatkan rendemen produk yang dihasilkan dari reaksi *one pot system* sitronelal menggunakan katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam.

**SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA**

BAB V

KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga berhasil terbentuk berdasarkan karakterisasi gugus fungsional menggunakan FTIR dan XRD yang mengindikasikan adanya Ni & NiO dalam bentonit yang diembankan.
2. Katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan menggunakan reduktor ekstrak kulit buah naga dapat mengkonversi mentol dari sitronelal dalam *one pot system* sebesar 0,77% tanpa penambahan sumber H₂ berupa kalium format.

B. Saran

Saran yang disampaikan dalam penelitian lebih lanjut adalah sebagai berikut:

1. Melakukan optimasi massa nikel yang diembankan ke dalam bentonit teraktivasi asam.
2. Melakukan optimasi waktu reaksi dalam sintesis *one pot system* mentol dari sitronelal.
3. Melakukan reaksi *one pot system* mentol menggunakan katalis Ni/Bentonit teraktivasi asam dengan sitronelal murni.

DAFTAR PUSTAKA

- Adilina, B. I., Pertiwi, R. & Sulaswatty, A., 2015. Conversion of Citronellal and Its Derivates to (-)-Menthol Using Bifunctional Nickel Zeolite Catalysts. *Biopropal Industri*, 6(1). 1-6.
- Al Anshori, J. & Muchalal, 2009. Hidrogenasi Pulegil Asetat Dikatalisis Ni/ γ -Al₂O₃. *Sains dan Terapan Kimia*, 3(2), 104-111.
- Amiliya, Maya, Esti. 2019. Adsorpsi Kalsium dan Magnesium dalam Limbah Air Tambak Garam menggunakan Bentonit Teraktivasi Sulfat. *Skripsi*. Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Ardine, Edra, Aditya, Fhillipa. 2019. Sintesis dan Karakterisasi NiO/Zeolit serta Uji Aktivitasnya pada Catalytic Cracking Crude Biodiesel. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Arjek, H. C. O. & Fatimah, I., 2017. Modifikasi Zeolit dengan Tembaga (Cu) dan Uji Sifat Katalitiknya Pada Reaksi Esterifikasi. *IJCR-Indonesian Journal of Chemical Research*, 3(1-2), 20-27.
- Arvela, M. P., Kumar, N., Nieminen, V. & Sjofolm, R., 2004. Cyclization of citronellal over zeolites and mesoporous materials for production of isopulegol. *Journal of Catalysis*, Volume 225, 155-169.
- Augustine, R., 1996. *Heterogeneous Catalysis for The Synthetic Chemist*. New York: Marcell Dekker.
- Bartholomew, C. & Farrauto, R., 2006. *Fundamentals of Industrial Catalytic Processes*. 2nd ed. New Jersey: John Willey and Sons.
- Berniyanti, T., 2008. *Biomarker Toksisitas Paparan Logam Tingkat Molekuler*. 1st ed. Surabaya: Airlangga University Press.
- Bintang, M., Rahmawati, F., Safira, M. U. & Andriyanto, D., 2020. *Biokimia Fisik*. 1st ed. Bogor: IPB Press Printing.
- Budiman, A., Kusumaningtyas, D. R., Pradana, S. Y. & Lestari, A. N., 2018. *Biodiesel*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Cagli, E. E. & Ayas, N., 2022. H₂ rich gas production from agricultural waste mixture over Ni/kaolin and Ni/bentonite catalyst by gasification. *International Journal of Hydrogen Energy*, 4(3), 1-14.
- Cantanhede, S. M. et al., 2021. Menthol Exposure Induces Reversible Cardiac Depression and Reduces Lipid Peroxidation in The Heart Tissue of Tambaqui Colossoma macropomum. *Aquaculture*, 541(736847), 1-9.

- Catita, L. et al., 2020. Mathematical Modeling and Magnetic Resonance Imaging Experimental Study of The Impregnation Step: A New Tool to Optimize The Preparation of Heterogeneous Catalysts. *Microporous and Mesoporous Materials*, 1-52.
- Cortes, B. C., Galvan, T. V., Pedro, S. S. & Garcia, V. T., 2011. One Pot Synthesis of Menthol from Citronellal on Nickel Sulfated Zirconia Catalysts. *Catalysis Today*, Volume 172, 21-26.
- Duarte, M. Y., Landerreche, H. A. & Marschhoff, C. M., 1983. Some Aspects of Limonenen Oxidation at Pt Electrodes in Aqueous and Acetonitrile Solutions. *Electrochimica Acta*, 28(3), 331-334.
- Fatimah, F. N. & Utami, B., 2017. Sintesis dan Analisis Spektra IR, Difraktogram XRD, SEM pada Material Katalis Berbahan Ni/zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Impregnasi. *Journal Cis-Trans (JC-T)*, 1(1), 35-39.
- Fatimah, I., Rubiyanto, D. & Huda, T., 2014. Effect of Sulfation on Zirconia-Pillared Montmorillonite to the Catalytic Activity in Microwave-Assisted Citronellal Conversion. *International Journal of Chemical Engineering*, 1-7.
- Fatimah, I. et al., 2019. Green Cinversion of Citral and Citronellal Using tris(bipyridine)ruthenium(II)-supported Saponite Catalyst Under Microwave Irradiation. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, Volume 11, 61-70.
- Fessenden, R. J. & Fessenden, R. J., 1982. *Kimia Organik*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Hamzah, S., Rohman, S. & Suwardi, J., 2009. Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1), 48-51.
- Hardjadinata, S., 2010. *Budi Daya Buah Naga Super Red secara Organik*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Hidayat, T. M. & Nugraha, I., 2018. Kajian Kinerja Ca-Bentonit Kabupaten Pacitan-Jawa Timur Teraktivasi Asam Sulfat Sebagai Material Lepas Lambat (Slow Release Material) Pupuk Organik Urin Sapi. *Indonesian Journal of Materials Chemistry*, 1(1), 27-37.
- Hindryawati, N., 2020. *Fotokatalisis dalam Pengolahan Limbah Tekstil*. Yogyakarta: Penerbit Deepublish.
- Hudaya, T., Jairus, A. N. & Soerawidjaja, H. T., 2016. *The Effect of Catalyst Support on the Bimetallic Ni-Ag Hydrogenation Catalyst Activity*. Yogyakarta, Penerbit UPN.

- Iftitah, D. E., Armunanto, R., Trisunaryanti, W. & Psaro, R., 2011. One Pot Transformation of Citronellal to Menthol Over Ni/gamma-Al₂O₃. *Journal of Applied Sciences Research*, 7(5), 680-689.
- Imachi, S., Owada, K. & Onaka, M., 2007. Intramolecular Carbonyl-ene Reaction of Citronellal to Isopulegol Over ZnBr₂-Loading Mesoporous Silica Catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Volume 272, 174-181.
- Jemain, I., Alimuddin, A. H. & Wahyuni, N., 2015. Impregnasi Pigmen Norbixin Dalam Bentonit Teraktivasi HCl. *JKK*, 4(2), 95-101.
- Jiang, Y. et al., 2018. Ni/bentonite catalysts prepared by solution combustion method for CO₂ methanation. *Chinese Journal Of Chemical Engineering*, Volume 26, 2361-2367.
- Lanisthi, D. F., Febriana, L. & Masruhim, M. A., 2015. *Analisis Senyawa Metabolit Sekunder Ekstrak Etanol dan Ekstrak Air Kulit Buah Naga Merah (Hylocereus polyrhizus)*. Samarinda, Prosiding Seminar Nasional Kefarmasian.
- Lazuardi, M., 2019. *Bagian Khusus Ilmu Farmasi Veteriner*. Jawa Timur: Airlangga University Press.
- Lenardao, E. et al., 2007. Citronellal as Key Compound in Organic Synthesis. *Tetrahedron*, Volume 63, 6671-6712.
- Lothe, B. N. et al., 2021. Maximizing Yields and Economics by Supplementing Additional Nutrients for Commercially Grown Mnethol Mint (*Mentha arvensis* L.) Cultivars. *Industrial Crops and Products*, 160 (113110), 2-8.
- Mahmudha, S. & Nugraha, I., 2016. Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam sebagai Katalis Terhadap Peningkatan Kandungan Senyawa Isopulegol pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues-Aceh. *Chimica et Natura Acta*, 4(3), 123-129.
- Maki-Arvela, P. et al., 2004. Cyclization of Citronellal Over Zeolites and Mesoporous Materials for Production of Isopulegol. *Journal of Catalysis*, Volume 225, 155-169.
- Marianou, A. et al., 2018. Effect of Lewis and Brønsted acidity on glucose conversion to 5-HMF and lactic acid in aqueous and organic media. *Applied Catalysis A, General*, Volume 555, 75-87.
- Mazlan. 2019. Preparasi Ni/Zeolit Alam Teraktivasi Asam sebagai Katalis pada Reaksi Esterifikasi Biodisel dari Minyak Kelapa Sawit off Grade. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.

- Menger, F. & Mandell, L., 2013. *Electronic interpretation of Organic Chemistry: a problems-oriented*. Plenum: Springer.
- Mertens, P., Verpoort, F., Parvulescu, A.-N. & Vos, D. D., 2006. Pt/H-beta zeolites as productive bifunctional catalysts for the one-step citronellal-to-menthol conversion. *Journal of Catalysis*, Volume 243, 7-13.
- Muhaini, Syukri, A. & Syukri, 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Tembaga dari Teusi dengan Variasi Reduktor Melalui Metode Reduksi Kimia. *Jurnal Kimia Unand*, 3(4), 12-17.
- Mustikowati. 2013. Transformasi Sitronelal Menjadi Sitronelol dengan Menggunakan Reduktor NaBH₄ dan Hidrogenasi Terkatalisis Ni/Zeolit Beta. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Nisyak, K., Iftitah, D. E. & Tjahjanto, T. R., 2017. Konversi Sitronelal Menjadi Senyawa Isopulegol dengan Katalis ZnBr₂/β-Zeolit. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 39(2), 47-54.
- Noor, I. M., Yufita, E. & Zulfalina, 2016. Identifikasi Kandungan Ekstrak Kulit Buah Naga Merah Menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Fitokimia. *Journal of Aceh Physics Society*, 5(1), 14-16.
- Nugrahaningtyas, D. K., Widjonarko, M. D., Daryani, a. & Haryanti, Y., 2016. Kajian Aktivasi H₂SO₄ Terhadap Proses Pemilaran Al₂O₃ pada Lempung Alam Pacitan. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 12(2), 190-203.
- Nugroho, H. L., 2017 . *Struktur dan Produk Jaringan Sekretori Tumbuhan*. Yogykarta: Gadjah Mada University Press.
- Nurisman, Ade. 2009. Sintesa Mentol dari Sitronelal dalam Proses Satu Tahap dengan Katalis Dwifungsi. *Skripsi*. Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Nuryanti, Wijayanti, R. & Masdikoh, 2019. Produksi Isopulegol dengan Siklisasi Citronellal Menggunakan Katalis Heterogen ZnBr₂/SiO₂ untuk Aplikasi Green Medicine. *Jurnal Sains Farmasi & Klinis*, 6(2), 85-94.
- Prakoso, D. et al., 2020. Sintesis Katalis Ni/Zeolit dan Aplikasinya pada Pirolysis Limbah Serabut Batang Sagu. *Jurnal Binawakya*, 14(10), 3267-3274.
- Putri, E. S., Herawati, N. & Fudhail, A., 2018. *Pengaruh PVA terhadap kestabilan nanopartikel tembaga dari CuSO₄ menggunakan bioreduktor kulit buah naga merah (*Hylocereus costaricensis*)*. Makassar , Penerbit UNM.

- Rahayu, F. L., Nuryanto, R. & Suyati, L., 2013. Pengaruh Diameter Kanal Pelet Katalis Zeolit Aktif dan Ni-Zeolit terhadap Pirolisis Limbah Batang Pohon Sagu (*Metroxylonsp.*). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 16(1), 33-37.
- Rahmawita, S. & Ulianah, A., 2021. Sintesis dan Karakterisasi Magnetic Nanopartikel NiFe₂O₄ Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus Polyrhizus*). *Periodic*, 10(1), 1-6.
- Rocha, d. S. K. et al., 2007. Pd-Heteropoly Acid as a Bifunctional Heterogeneous Catalyst for One-Pot Conversion of Crotoneal to Menthol. *Applied Catalysis A: General*, Volume 317, 171-174.
- Ruskandi, C., Siswanto, A. & Widodo, R., 2020. Karakterisasi Fisik dan Kimia Bentonite untuk Membedakan Natural Sodium Bentonite dengan Sodium Bentonite Hasil Aktivasi. *Jurnal Polimesin*, 18(1), 53-60.
- Santosa, E., Ulipi, N., Arief, I. I. & Marliyati, A. S., 2021. *Sirkular Ekonomi dan Ketahanan Pangan: Inovasi Teknologi, Bioprospektif dan Tata-Kelola Pangan Lokal*. Bogor: PT Penerbit IPB Press.
- Sastrohamidjojo, H., 2020. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Setiawan, A. A., Noviyanto, F. & Ningsih, D. S., 2015. Uji Metabolit Sekunder Air Perasan Kulit Buah Naga Daging Putih (*Hylocereus undatus*) serta Profil Kromatogramnya. *Farmagazine*, II(1), 30-34.
- Setiawan, A. A., Noviyanto, F. & Ningsih, D. S., 2015. Uji Metabolit Sekunder Air Perasan Kulit Buah Naga Daging Putih (*Hylocereus undatus*) serta Profil Kromatogramnya. *Farmagazine*, II(I), 30-34.
- Sibarani, Kezia, Landia. 2012. Preparasi, Karakterisasi dan Uji Aktifitas Katalis Ni-Cr/Zeolit Alam pada Proses Perengkahan Limbah Plastik menjadi Fraksi Bensi. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Smith, G. V. & Notheisz, F., 1999. *Heterogeneous Catalysis in Organic Chemistry*. USA: Academic Press.
- Su, A. et al., 2019. Cutinases as Stereoselective Catalysts: Spesific Activity and Enantioselectivity of Cultinases and Lipases for Menthol and Its Analogs. *Enzyme and Microbial Technology*, 1-26.
- Sufah, F., 2020. *Keanekaragaman Hayati*. Yogyakarta: Guepedia.
- Suharto, E. T., 2022. *Katalis dalam Industri Kimia*. Yogyakarta: UAD Press.
- Sulaswatty, A., Meika, S., Haznan, A. & Silvester, T., 2019. *Quo Vadis Minyak Serai dan Produk Turunannya*. Jakarta: LIPI Press.

- Suparno, O., Kartika, I. A. & Muslich, 2013. *Sains dan Teknologi Proses Produksi Minyak/Lemak dan Kulit Samoa (Chamois leather)*. 1st ed. Bandung: IPB Press.
- Supeno, M., 2009. *Interaksi Asam Basa: Kimia Anorganik*. 1st ed. Medan: USU Press.
- Trasarti, A., Marchi, A. & Apesteguia, C., 2013. Synthesis of Menthols from Citral on Ni/SiO₂-Al₂O₃ Catalysts. *Catalysis Communications*, Volume 32, 62-66.
- Trisunaryanti, W., 2018. *Material Katalis dan Karakternya*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Virtanen, P. et al., 2009. Towards One-Pot Synthesis of Menthol from Citral: Modifying Supported Ionic Liquid Catalysts (SILCAs) with Lewis and Bronsted Acids. *Journal of Catalysis*, Volume 263, 209-219.
- Warsito, 2018. *Derivatisasi Sitronelal*. 1st ed. Malang : UB Press.
- Wijaya, K., Hadi, K., Herlina, I. & Kurnia, T., 2016. *Nano Material (Aplikasinya dalam Pembuatan Biofuel)*. Yogyakarta: UGM Press.
- Wijaya, K., Kurniawan, M. A., Saputri, W. D. & Trisunaryanti, W., 2021. Synthesis of nickel catalyst supported on ZrO₂/SO₄ pillared bentonite and its application for conversion of coconut oil into gasoline via hydrocracking process. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, Volume 9, 1-11.
- Wijayanti, L. W., 2015. Isolasi Sitronellal dari Minyak Sereh Wangi (*Cymbopogon winterianus Jowit*) dengan Distilasi Fraksinasi Pengurangan Tekanan. *Jurnal Farmasi Sains dan Komunitas*, 12(1), 22-29.
- Yahya, Rafsanjani, Susfa. 2018. Pembuatan Katalis NiSn/H-Bentonit untuk Siklisasi-Hidrogenasi Sitronelal. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Yang, S. et al., 2010. Impact of Environmental Conditions on The Sorption Behavior of Pb(II) in Na-Bentonite Suspensions. *Journal of Hazardous Materials*, Volume 183, 632-640.
- Yao, D., Yang, H., Chen, H. & Williams, P. T., 2018. Investigation of nickel-impregnated zeolite catalysts for hydrogen/syngas production from the catalytic reforming of waste polyethylene. *Applied Catalysis B: Environmental*, Volume 227, 477-487.
- Yustira, Y., Usman, T. & Wahyuni, N., 2015. Sintesis Katalis Sn/Zeolit dan Uji Aktivitas pada Reaksi Esterifikasi Limbah Minyak Kelapa Sawit (Palm Sludge Oil). *JKK*, 4(1), 58-66.

Zhirong, L., Uddin, A. M. & Zhanxue, S., 2011. FT-IR and XRD Analysis of Natural Na-Bentonite and Cu(II)-loaded Na-Bentonite. *Spectrochimica Acta*, Volume 79, 1013-1016.

Zoran, A., Sasson, Y. & Blum, J., 1984. Catalytic Transfer Hydrogenation of Unsaturated Compounds by Solid Sodium Formate in The Presence of Palladium on Carbon. *Journal of Molecular Catalysis*, 26(3), 321-326.

