

SINTESIS NANOZIRKONIA MESOPORI TERSULFATASI DARI MINERAL IKUTAN TAMBANG TIMAH SEBAGAI KATALIS ASAM HETEROGEN UNTUK ESTERIFIKASI ASAM OLEAT

Abi Farhan Fawwaz
19/442494/PA/19243

INTISARI

Material nanozirkonia mesopori tersulfatasi telah disintesis dari mineral ikutan tambang timah dan diaplikasikan sebagai katalis untuk esterifikasi asam oleat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis nanozirkonia tersulfatasi dari bahan baku pasir zirkon yang merupakan mineral ikutan tambang timah serta mempelajari aktivitas katalitiknya sebagai katalis asam heterogen untuk reaksi esterifikasi asam oleat.

Proses sintesis diawali dengan fusi alkali pasir zirkon menggunakan padatan NaOH dengan variasi suhu 600, 700 dan 800 °C. Sintesis dilanjutkan dengan proses *acid leaching* menggunakan larutan HCl dan metode sol-gel menggunakan larutan NH₄OH. Hasil dari metode sol-gel dikalsinasi dengan variasi suhu 600, 700 dan 800 °C. Padatan zirkonia yang diperoleh dimodifikasi dengan metode sulfatasi. Produk akhir zirkonia tersulfatasi dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, SAA, dan TPD.

Kadar zirkonia pada material yang telah disintesis adalah sebesar 77,10 % dengan fase kristal tetragonal dan derajat kristalinitas sebesar 86,79 % untuk suhu fusi 800 °C. Material zirkonia tersulfatasi memiliki jenis pori mesopori dengan ukuran pori 3,56 nm, luas permukaan spesifik BET 55,13 m²/g dan rerata ukuran partikel 108,83 nm. Sifat keasaman zirkonia mengalami peningkatan lebih dari 2 kali setelah sulfatasi, yakni dari 0,81 g/mmol menjadi 1,89 g/mmol. Material zirkonia tersulfatasi digunakan sebagai katalis asam heterogen untuk reaksi esterifikasi asam oleat dengan variasi suhu reaksi meliputi suhu ruang, 60, 90, 120 dan 150 °C. Produk dominan yang diperoleh adalah metil oleat dengan nilai konversi asam oleat terbaik yaitu sebesar 87,61 % pada suhu reaksi 90 °C.

Kata kunci: esterifikasi asam oleat, katalis asam heterogen, nanozirkonia mesopori tersulfatasi, pasir zirkon.

SYNTHESIS OF SULFATED MESOPOROUS NANOZIRCONIA FROM BEARING MINERAL OF TIN MINING AS HETEROGENEOUS ACID CATALYST FOR OLEIC ACID ESTERIFICATION

Abi Farhan Fawwaz
19/442494/PA/19243

ABSTRACT

Sulfated mesoporous nanozirconia has been synthesized from bearing mineral of tin mining which has been further applied as catalyst for oleic acid esterification. The purpose of this research was to synthesize sulfated nanozirconia from zircon sand which is a bearing mineral of tin mining and to study its catalytic activity as a heterogeneous acid catalyst for the esterification of oleic acid.

The synthesis process was first carried out by alkali fusion of zircon sand using solid NaOH at various temperatures of 600, 700 and 800 °C. The process was continued with acid leaching using HCl solution and sol-gel method using NH₄OH solution. The product was calcined at various temperatures of 600, 700 and 800 °C. The zirconia obtained was modified using the sulfation method. The product was characterized using XRF, XRD, FTIR, SAA and TPD.

The result shows that the crystal phase of the synthesized zirconia is tetragonal. The composition of the synthesized zirconia is 77.10 % with degree of crystallinity as high as 86.79 % at the fusion temperature of 800 °C. The sulfated zirconia was shown to have the characteristic of mesoporous pores with pore size of 3.56 nm, the BET specific area of 55.13 m²/g and average particle size of 108.83 nm. The acidity of zirconia was successfully increased two times after sulfation from 0.81 g/mmol to 1.89 g/mmol. The sulfated zirconia was used as a catalyst for oleic acid esterification at various reaction temperatures of room temperature, 60, 90, 120 and 150 °C. The reaction produced methyl oleate as the dominant product with the highest conversion rate of 87.61 % at a reaction temperature of 90 °C.

Keywords: heterogeneous acid catalyst, oleic acid esterification, sulfated mesoporous nanozirconia, zircon sand.