

INTISARI

Penelitian ini mengeksplorasi pendekatan inovatif dalam valorisasi lumpur silika geotermal sebagai sumber silika untuk sintesis katalis heterogen. Secara spesifik, penelitian bertujuan mengembangkan katalis nanosilika magnetik melalui integrasi metode kopresipitasi dan sol-gel yang dimodifikasi. Inti magnetik besi oksida disintesis dari prekursor garam besi dengan bantuan sonikasi, dimana pengaruh variasi agen pengendap (NH_4OH dan NaOH) terhadap karakteristik material dievaluasi secara mendalam. Karakterisasi komprehensif menggunakan XRD, TGA, VSM, BET, XPS, FTIR, NH_3 -TPD dan SEM-EDX menunjukkan bahwa penggunaan NH_4OH sebagai agen pengendap menghasilkan katalis dengan properti fisikokimia yang superior. Material ini didominasi oleh fasa magnetit (Fe_3O_4) dengan sifat feromagnetik yang kuat, ditunjukkan oleh magnetisasi saturasi sebesar 47,91 emu/g yang memfasilitasi pemisahan katalis. Modifikasi silika tersulfatasi berhasil meningkatkan luas permukaan spesifik secara signifikan menjadi 166,62 m^2/g dengan struktur mesopori berdiameter rata-rata 7,3 nm. Selain itu, total keasaman meningkat tiga kali lipat menjadi 0,2987 mmol/g, menandakan keberhasilan pembentukan situs aktif asam pada permukaan katalis. Kinerja katalitik dievaluasi pada reaksi esterifikasi asam oleat menjadi metil ester. Penerapan *Response Surface Methodology* (RSM) dengan desain Box-Behnken memprediksi kondisi operasi optimum pada konsentrasi katalis 14,18 %, rasio molar metanol terhadap minyak 10,77:1, dan suhu reaksi 87,60 °C dengan prediksi konversi 95,95 %. Validasi eksperimental pada kondisi optimum yang dibulatkan (katalis 14%, rasio 11:1, suhu 88°C) menghasilkan konversi aktual sebesar 88,18 %, yang menunjukkan akurasi model yang cukup baik dengan penyimpangan sebesar 8,10 %. Studi kinetika mengonfirmasi bahwa reaksi mengikuti orde satu semu dengan energi aktivasi (E_a) sebesar 29,66 kJ/mol. Nilai ini jauh lebih rendah dibandingkan katalis komersial Amberlite IR-120 (E_a 64,29 kJ/mol), membuktikan efisiensi energi yang ditawarkan oleh katalis nanosilika magnetik ini.

Kata kunci: Silika Geotermal, Katalis Magnetik, Esterifikasi, Metil Ester, RSM.

ABSTRACT

This study explores an innovative approach to the valorization of silica geothermal sludge as a silica source for heterogeneous catalyst synthesis. Specifically, the research aims to develop magnetic nanosilica catalysts via an integrated sonication-assisted coprecipitation and modified sol-gel method. The iron oxide magnetic core was synthesized from iron salt precursors utilizing sonication assistance, where the effect of precipitating agents (NH_4OH and NaOH) on material characteristics was thoroughly evaluated. Comprehensive characterization revealed that the use of NH_4OH as a precipitating agent resulted in catalysts with superior physicochemical properties compared to NaOH . The material was dominated by the magnetite phase (Fe_3O_4) with strong ferromagnetic properties, indicated by a saturation magnetization of 47.91 emu/g, facilitating easy catalyst separation. Sulfated silica modification successfully significantly increased the specific surface area to 166.62 m^2/g with a mesoporous structure averaging 7.3 nm in diameter. Furthermore, the total acidity increased threefold to 0.2987 mmol/g, indicating the successful formation of acidic active sites on the catalyst surface. Catalytic performance was evaluated in the esterification reaction of oleic acid to methyl ester. Response Surface Methodology (RSM) with a Box-Behnken design predicted optimum operating conditions at a catalyst concentration of 14.18%, a methanol-to-oil molar ratio of 10.77:1, and a reaction temperature of 87.60 °C with a predicted conversion of 95.95%. Experimental validation under rounded optimum conditions (14% catalyst, 11:1 ratio, 88°C) yielded an actual conversion of 88.10 %, demonstrating good model accuracy with a deviation of 8.10 %. Kinetic studies confirmed that the reaction followed pseudo-first-order kinetics with an activation energy (E_a) of 33.28 kJ/mol. This value is significantly lower than that of the commercial catalyst Amberlite IR-120 (E_a 68.87 kJ/mol), proving the energy efficiency offered by this magnetic nanosilica catalyst.

Keywords: Geothermal Silica, Magnetic Catalyst, Esterification, Methyl Ester, RSM.