

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN APLIKASI KATALIS ZIRKONIA MESOPORI TERSULFATASI DENGAN PROMOTOR Al₂O₃ DAN Fe₂O₃ UNTUK REAKSI HIDROLISIS α -SELULOSA

Addy Rachmat

NIM: 13/350559/SPA/00455

INTISARI

Telah dilakukan penelitian untuk memodifikasi proses sintesis katalis zirkonia dengan menggunakan campuran prekursor zirkonil oksiklorida, setiltrimetilammonium bromida (CTAB) yang diendapkan menjadi gel dengan bantuan NH₃ dan direndam dengan (NH₄)₂SO₄. Modifikasi dilakukan dengan variasi suhu kalsinasi (MZS400, MZS500, MZS600, dan MZS700) dan perbandingan mol zirkonil terhadap CTAB (MZS 1, MZS 3, dan MZS 9). Katalis pembanding juga disintesis yaitu zirkonia tanpa CTAB dan perendaman (NH₄)₂SO₄ (Z), zirkonia dengan CTAB saja (MZ), dan zirkonia hanya dengan perendaman (NH₄)₂SO₄ (ZS). Semua katalis dikarakterisasi menggunakan XRD-powder, FTIR, *gas sorption analyzer*, dan keasaman. Uji aktivitas katalis dilakukan terhadap reaksi esterifikasi asam laurat. Katalis terbaik kemudian dikembangkan lebih lanjut dengan penambahan promotor dengan kadar (% berat) bervariasi masing-masing Al₂O₃ (Al1-MZS, Al2-MZS, dan Al5-MZS) dan Fe₂O₃ (Fe1-MZS, Fe2-MZS, dan Fe5-MZS). Katalis zirkonia dengan promotor ini dikarakterisasi dengan instrumen yang sama dan diaplikasikan pada reaksi hidrolisis α -selulosa.

Hasil analisis menunjukkan zirkonia yang dikalsinasi pada suhu 600 °C dan perbandingan mol zirkonil/CTAB 3 memiliki karakter terbaik dengan luas permukaan 147 m²/g, diameter pori 66 Å dengan tipe H3 berbentuk baji atau celah, fasa kristal dominan tetragonal dan keasaman 3,344 mmol NH₃/g. Semua katalis hasil modifikasi menunjukkan aktivitas terhadap esterifikasi asam laurat dengan persen hasil metil laurat 87% atau lebih ditunjukkan oleh MZS500, MZS600, MZS700, MZS 3, dan MZS 9. Penambahan promotor terlihat meningkatkan luas permukaan dan keasaman sejalan dengan jumlah promotor yang ditambahkan. Al5-MZS dan Fe5-MZS memperlihatkan luas permukaan yang besar masing-masing 170 dan 180,7 m²/g yang dikonfirmasi oleh citra TEM dan keasaman yang tinggi (10,5268 dan 9,7433 mmol NH₃/g). Aplikasi katalis pada hidrolisis α -selulosa dengan perbandingan berat katalis/selulosa 0,5 menunjukkan suhu 150 °C menghasilkan glukosa lebih banyak dibanding 130 °C. Katalis Al2-MZS merupakan katalis promotor Al₂O₃ dengan hasil glukosa terbesar (3658 ppm) untuk hidrolisis selama 5 jam. Katalis dengan promotor Fe₂O₃ memperlihatkan hasil glukosa terbanyak (5024 ppm) oleh katalis Fe5-MZS pada hidrolisis selama 24 jam.

Kata kunci: Zirkonia mesopori tersulfatasi, Al₂O₃, Fe₂O₃, hidrolisis selulosa

**SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND APPLICATION OF SULFATED
MESOPOROUS ZIRCONIA CATALYSTS WITH Al₂O₃ AND Fe₂O₃ AS
PROMOTERS FOR HYDROLYSIS OF α -CELLULOSE**

Addy Rachmat

NIM: 13/350559/SPA/00455

ABSTRACT

Modification of zirconia catalysts were conducted by using mixtures of zirconyl oxychloride precursors, cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) which was precipitated by NH₃ addition and soaked with (NH₄)₂SO₄. Modified zirconia was prepared through variations of calcination temperature (MZS400, MZS500, MZS600, and MZS700) and zirconyl to CTAB ratio (MZS 1, MZS 3, and MZS 9). The un-modified catalyst was also synthesized for comparison purpose i.e. zirconia without CTAB and (NH₄)₂SO₄ (Z), zirconia with only CTAB (MZ), and zirconia only by soaked in (NH₄)₂SO₄ (ZS). All modified and unmodified catalysts were characterized using XRD-powder, FTIR, gas sorption analyzer, and acidity based on NH₃ adsorption. The catalytic activity was tested on the esterification of lauric acid. The best catalysts were then further developed with the addition of promoters of varying content (% wt.) of Al₂O₃ (Al1-MZS, Al2-MZS, and Al5-MZS) and Fe₂O₃ (Fe1-MZS, Fe2-MZS, and Fe5-MZS). The zirconia catalyst with Al₂O₃ and Fe₂O₃ promoters were characterized and used to catalyze hydrolysis of α -cellulose.

The characterization results showed zirconia calcined at 600 °C and zirconyl to CTAB ratio at 3 exhibited optimum character having 147 m²/g surface area, 66 Å pore diameter with wedge-shaped (H3) pore type, tetragonal as dominant crystal phase and acidity 3.344 mmol NH₃/g. All modified catalysts showed good activity on esterification of lauric acid with maximum methyl laurate yield > 87% indicated by MZS500, MZS600, MZS700, MZS 3, and MZS 9. The addition of the promoters appears to increase the surface area and the acidity in line with the amount of promoter added. Al5-MZS and Fe5-MZS exhibited large surface area of 170 and 180.7 m²/g respectively, confirmed by TEM image and high acidities (10.5268 and 9.7433 mmol NH₃/g). The catalyst application on cellulose hydrolysis with a catalyst to cellulose ratio of 0.5 indicates temperature of 150 °C produced more glucose than 130 °C. The Al2-MZS catalyst is Al₂O₃ promoter catalyst with the largest glucose yield (3658 ppm) after cellulose hydrolysis for 5 hours. The catalyst with the Fe₂O₃ promoter showed the highest glucose yield (5024 ppm) by Fe5-MZS catalyst after 24 hours hydrolysis.

Keywords: sulfated zirconia mesoporous, Al₂O₃, Fe₂O₃, cellulose hydrolysis