

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM SINTESIS METIL ESTER DARI
MINYAK SAWIT MENTAH MENGGUNAKAN KATALIS
Sn-ZEOLIT DAN RED MUD**

Abstrak

Sintesis metil ester dari minyak sawit mentah/*crude palm oil* (CPO) yang mengandung kadar asam lemak bebas (ALB) sebanyak 0,36% dan 20,86% menggunakan katalis heterogen yaitu Sn-zeolit dan *red mud* melalui reaksi transesterifikasi, esterifikasi, dan esterifikasi-transesterifikasi (simultan) telah dilakukan. Sebelum disintesis menjadi metil ester, CPO terlebih dahulu *dibleaching* menghasilkan *bleached crude palm oil* (*BCPO*). Rasio campuran katalis Sn-zeolit dan *red mud* (b/b), konsentrasi katalis, dan rasio massa CPO:metanol menjadi parameter uji dalam penelitian ini. Jalannya reaksi transesterifikasi, esterifikasi, maupun esterifikasi-transesterifikasi (simultan) diikuti dengan kromatografi lapis tipis (KLT). Difraktogram XRD menunjukkan adanya mineral kasiterit (SnO_2) pada katalis Sn-zeolit dan mineral analosit (NaO_2) pada katalis *red mud*. Hal ini didukung oleh spektra IR Sn-zeolit menunjukkan telah terimpregnasinya Sn pada zeolit dilihat dari munculnya puncak $576,72\text{ cm}^{-1}$ dan $545,85\text{ cm}^{-1}$ sebagai puncak vibrasi simetris Sn-O-Sn, dan puncak $624,94\text{ cm}^{-1}$ sebagai puncak vibrasi asimetris Sn-O-Sn dengan rentang $750\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Pada katalis *red mud* terdapat vibrasi C-O karbonat pada $1417,68$; $1450,47\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi ulur CO_3^{2-} pada daerah $804,32\text{ cm}^{-1}$. Adanya gugus fungsi ikatan C-O karbonat dan CO_3^{2-} ini mengkonfirmasi adanya Na_2CO_3 .

Hasil KLT pada reaksi transesterifikasi menunjukkan katalis *red mud* mampu mensintesis metil ester dari CPO secara total pada konsentrasi 5% selama 3 jam dan perbandingan mol CPO:metanol terbaik sebesar 1:20. Pada reaksi esterifikasi, Sn-zeolit dapat mensintesis metil ester dari CPO kualitas rendah pada konsentrasi 5% selama 3 jam pada perbandingan mol terbaik CPO:metanol 1:20, namun konversi metil ester tidak total. Reaksi esterifikasi tersebut menyebabkan terjadinya penurunan ALB CPO dari 20,86% menjadi 9,74%. Pada reaksi transesterifikasi-esterifikasi (simultan) sintesis metil ester dari CPO dengan ALB 20,86% diperoleh konversi tidak total menjadi metil ester dengan kondisi reaksi terbaik yang diperoleh pada rasio pencampuran katalis asam:basa sebesar 1.5:1 (b/b), katalis sebesar 7% (b/b), dan perbandingan mol CPO:metanol 1:20 dengan waktu reaksi selama 3 jam pada suhu 65°C . Reaksi esterifikasi-transesterifikasi (simultan) tersebut menyebabkan penurunan ALB menjadi 8,31%. Hasil analisis GC-MS menunjukkan komposisi penyusun metil ester utama yaitu metil palmitat (40,13%), metil oleat (47,35%).

Kata kunci : CPO, *pre-treatment*, Sn-zeolit, *red mud*, metil ester

DETERMINATION OF THE OPTIMUM CONDITIONS FOR SYNTHESIS OF METHYL ESTER FROM CRUDE PALM OIL USING Sn-ZEOLITE AND RED MUD CATALYSTS

Abstract

Synthesis of methyl esters from crude palm oil (CPO) containing 0.36% and 20.86% levels of free fatty acids (ALB) using heterogeneous catalysts, namely Sn-zeolite and red mud through transesterification, esterification, and esterification-transesterification (simultaneous) has been carried out. Before being synthesized into methyl esters, CPO is bleached first to produce bleached crude palm oil (BCPO). The ratio of the mixture of Sn-zeolite catalyst and red mud (w/w), catalyst concentration, and mass ratio of CPO:methanol became the test parameters in this study. The course of the transesterification, esterification, and esterification-transesterification reactions (simultaneous) was followed by thin layer chromatography (TLC). The XRD diffractogram shows the presence of cassiterite mineral (SnO_2) on the Sn-zeolite catalyst and mineral analsite (NaO_2) on the red mud catalyst. This is supported by the IR spectra of Sn-zeolite indicating that Sn has been impregnated on the zeolite seen from the emergence of peaks of 576.72 cm^{-1} and 545.85 cm^{-1} as the symmetrical vibrational peaks of Sn-O-Sn, and peaks of 624.94 cm^{-1} as the Sn-O-Sn asymmetrical vibration peak with a range of $750\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. In the red mud catalyst there is a carbonate C-O vibration at 1417.68 ; 1450.47 cm^{-1} . CO₃₂ stretching vibration in the area of 804.32 cm^{-1} . The presence of C-O carbonate and CO bond functional groups confirms the presence of Na_2CO_3 .

TLC results in the transesterification reaction showed that the red mud catalyst was able to synthesize methyl ester from CPO in total at a concentration of 5% for 3 hours and the best CPO:methanol mole ratio was 1:20. In the esterification reaction, Sn-zeolite can synthesize methyl ester from low quality CPO at a concentration of 5% for 3 hours at the best mole ratio of CPO:methanol 1:20, but the conversion of methyl ester is not total. The esterification reaction caused a decrease in ALB CPO from 20.86% to 9.74%. In the transesterification-esterification reaction (simultaneous) synthesis of methyl ester from CPO with 20.86% ALB, incomplete conversion to methyl ester was obtained with the best reaction conditions obtained at a mixing ratio of acid:base catalyst of 1.5:1 (w/w), catalyst of 7% (w/w), and a mole ratio of CPO:methanol 1:20 with a reaction time of 3 hours at 65°C . The (simultaneous) esterification-transesterification reaction caused a decrease in ALB to 8.31%. The results of the GC-MS analysis showed that the main constituents of methyl ester were methyl palmitate (40.13%), methyl oleate (47.35%).

Keywords: Crude palm oil; methyl ester; *red mud*; Sn-zeolit