

BAB III

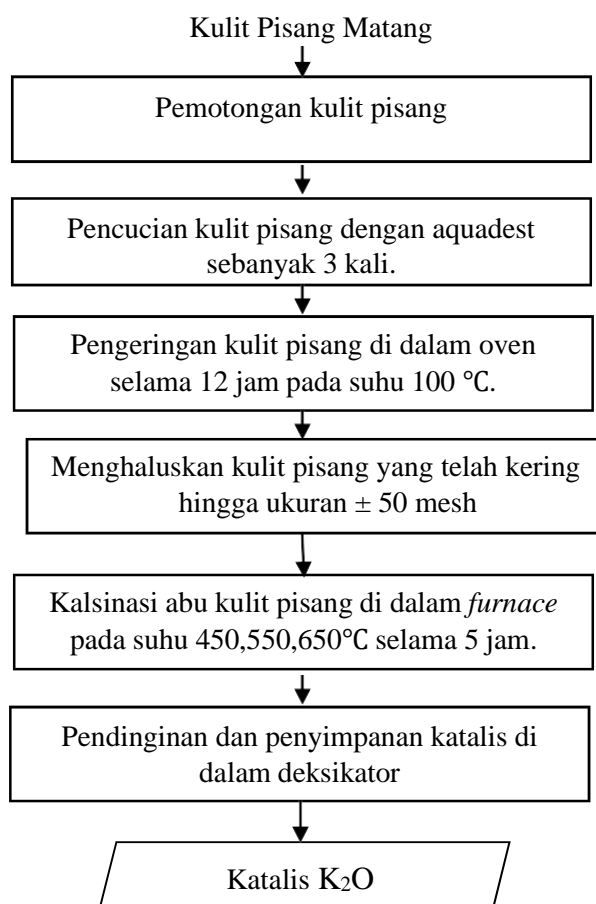
METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Dasar dan Kimia Organik Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Penelitian diawali dengan pembuatan katalis heterogen dari kulit pisang kepok matang, preparasi minyak jelantah, dilanjutkan dengan tahap pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi, lalu dilakukan tahap reusability katalis kulit pisang.

3.1.1 Tahapan Preparasi Katalis K_2O dari Kulit Pisang

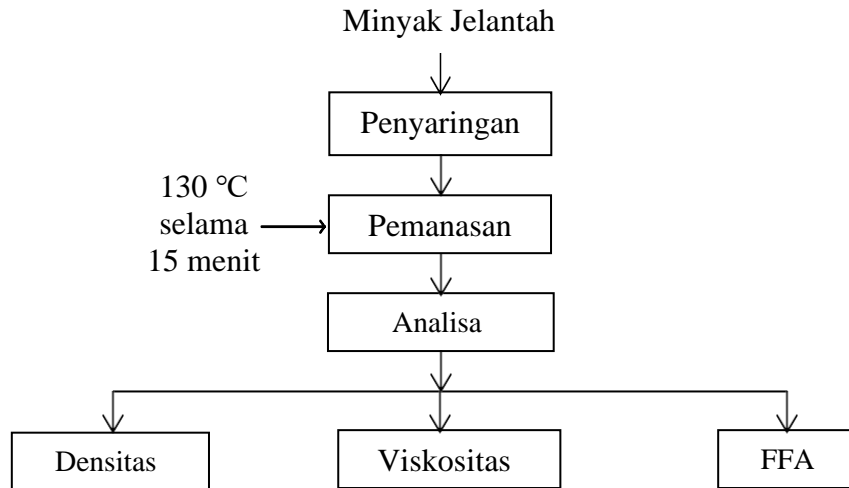
Berikut ini adalah tahapan preparasi katalis K_2O dari kulit pisang :



Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Preparasi Katalis K_2O dari Kulit Pisang

3.1.2 Tahapan Preparasi Minyak Jelantah

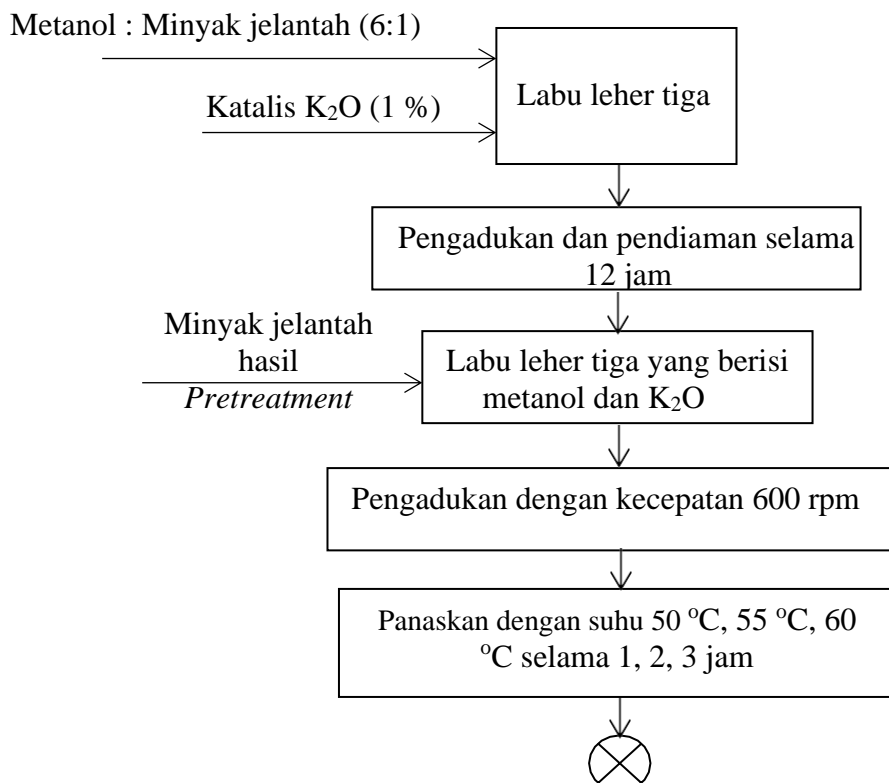
Diagram alir tahapan preparasi minyak jelantah adalah sebagai berikut :

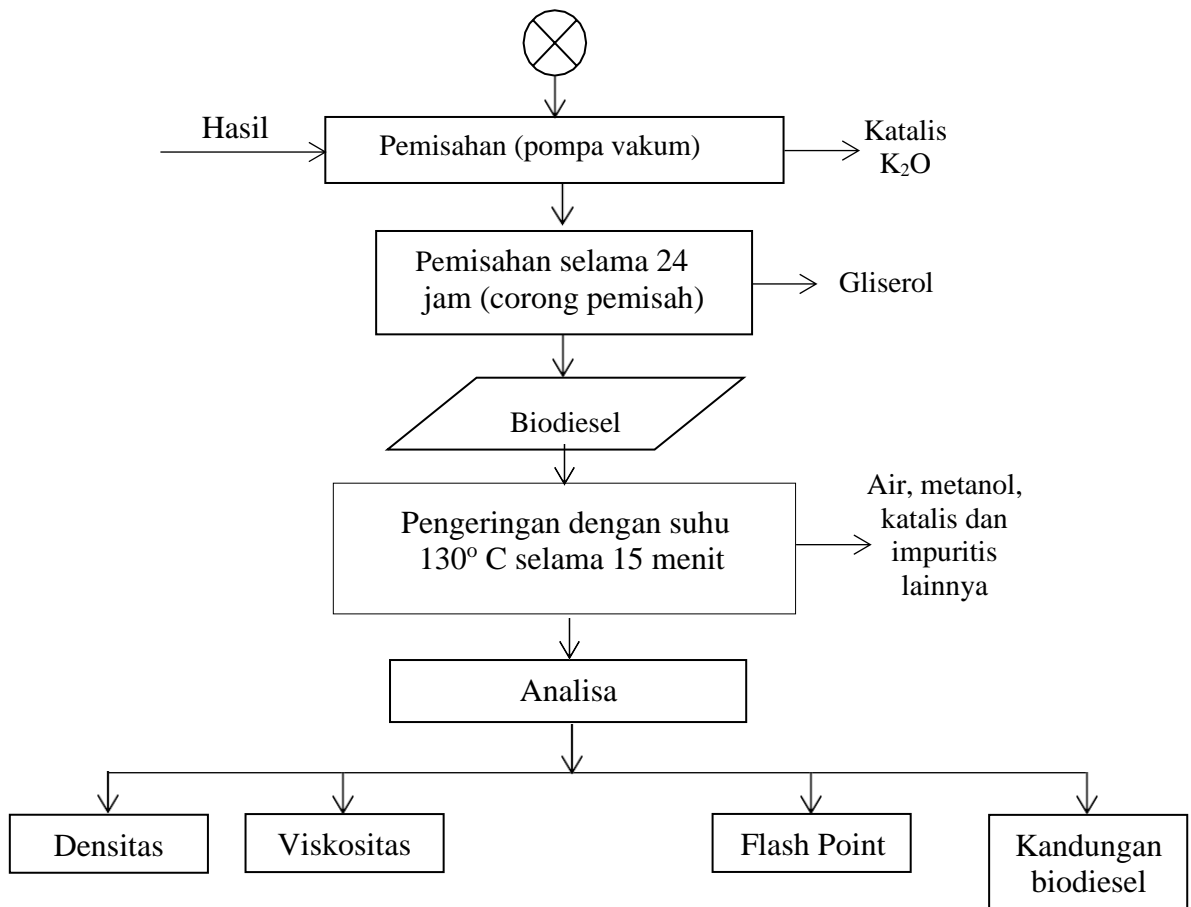


Gambar 3.2 Diagram Alir Tahapan Preparasi Minyak Jelantah

3.1.3 Tahapan Transesterifikasi

Diagram alir tahap pembuatan biodiesel dengan menggunakan metode transesterifikasi adalah sebagai berikut :

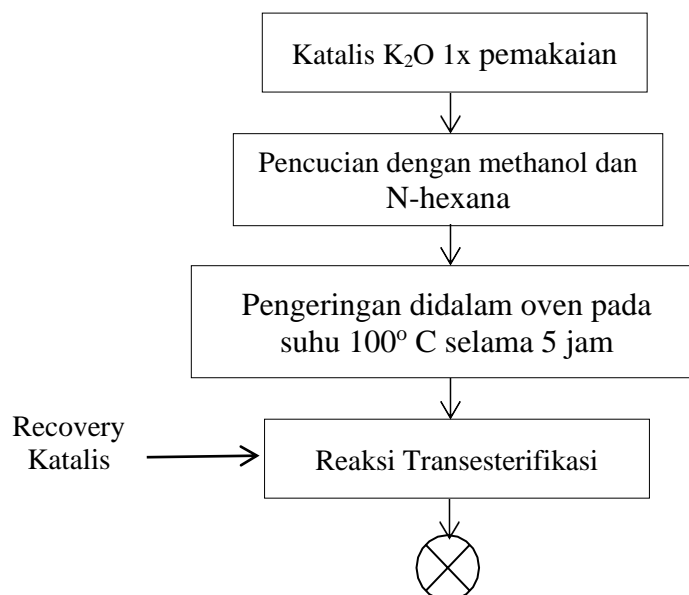


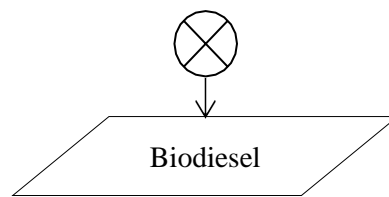


Gambar 3.3 Diagram Alir Tahap Transesterifikasi

3.1.4 Tahapan Reusability Katalis

Diagram alir tahap pembuatan biodiesel dengan menggunakan metode transesterifikasi adalah sebagai berikut :





Gambar 3.4 Diagram Alir Tahap Reusability Katalis

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Prosedur Preparasi Katalis K_2O dari Kulit Pisang

Penelitian ini diawali dengan mengumpulkan limbah kulit pisang kepok yang didapatkan dari sekitar daerah RSUD Cilegon, Banten. Selanjutnya, menimbang limbah kulit pisang kepok matang dan memotongnya menjadi bagian yang lebih kecil. Setelahnya mencuci kulit pisang kepok matang dengan aquades sebanyak 3 kali pencucian lalu mengeringkannya di dalam oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Menghaluskan kulit pisang yang telah kering hingga menjadi butiran halus. Lalu, mengayak dengan ayakan ukuran ± 50 mesh. Butiran halus kulit pisang kering kemudian dikalsinasi pada suhu 450, 550, 650°C selama 5 jam di dalam furnace sehingga menghasilkan katalis heterogen kulit pisang. Katalis kemudian didinginkan dengan ditempatkan di desikator selama 24 jam untuk menghindari kontak dengan udara. Setelah itu, katalis ditempatkan di tempat tertutup.

3.2.2 Prosedur Preparasi Minyak Jelantah

Penelitian ini diawali dengan mengumpulkan limbah minyak jelantah sisa penggorengan yang berasal dari pedagang gorengan atau dari usaha kecil menengah disekitar daerah RSUD Cilegon, Banten. Selanjutnya, melakukan penyaringan bahan baku minyak jelantah/ WCO (*Waste*

Cooking Oil) dengan kertas saring Whatman no. 41 untuk memisahkan dari sisa-sisa gorengan atau kotoran lainnya. Kemudian, minyak jelantah/ WCO (*Waste Cooking Oil*) ditampung dan didiamkan selama beberapa hari (terbentuk dua lapisan emulsi minyak-air). Setelah itu, kemudian bahan baku dimasukkan kedalam gelas beker ukuran 500 ml dan dipanaskan selama 15 menit pada suhu 130 °C untuk menghilangkan kandungan air dengan menggunakan hot plate. Selanjutnya, melakukan analisa seperti densitas, viskositas, flash point dan FFA.

3.2.3 Prosedur Pembuatan Biodiesel melalui Reaksi Transesterifikasi

Proses pembuatan biodiesel dilakukan melalui reaksi transesterifikasi, tahap pertama yang dilakukan adalah dengan memasukkan methanol dengan rasio mol methanol:minyak jelantah yaitu 6 : 1 kedalam gelas beker. Kemudian, menambahkan katalis yang telah dihasilkan dari kulit pisang sebanyak 1% dari jumlah bahan baku. Setelah itu, proses pengadukan hingga terlarutnya abu kulit pisang dan didiamkan selama 12 jam. Minyak goreng bekas yang mengandung FFA < 2% sebanyak 100 ml dan memasukkan campuran katalis-metanol ke dalam labu leher tiga. Pencampuran dilakukan dengan variasi suhu 50, 55 dan 60°C selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam waktu reaksi. Melakukan pemisahan katalis K₂O dengan pompa vakum dan pemisahan campuran dengan dekanter/corong pemisah dan didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk dua lapisan serta keluarkan bagian lapisan bawah. Panaskan pada suhu 130 °C selama 15 menit dan selanjutnya, melakukan analisa seperti densitas, viskositas, flash point dan kandungan ester

pada biodiesel kondisi optimum. Setelah itu, melakukan pengulangan pada masing – masing variabel yang telah ditentukan.

3.2.4 Prosedur Reusability Katalis K₂O

Pemeriksaan terhadap kemampuan katalis K₂O untuk dapat digunakan kembali secara berulang – ulang, yang diawali dengan pencucian katalis yang telah digunakan. Katalis dicuci menggunakan metanol terlebih dahulu dan dilanjutkan dengan pencucian menggunakan hexane untuk menghilangkan pengotor berupa hasil reaksi sebelumnya. Katalis yang telah dibersihkan menjalani tahap pengeringan dalam oven pada suhu 100°C selama 5 jam. Pada analisa *reusability* juga, katalis ini digunakan kembali pada kondisi operasi optimum yang didapatkan dari hasil percobaan pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi.

3.3 Alat dan Bahan

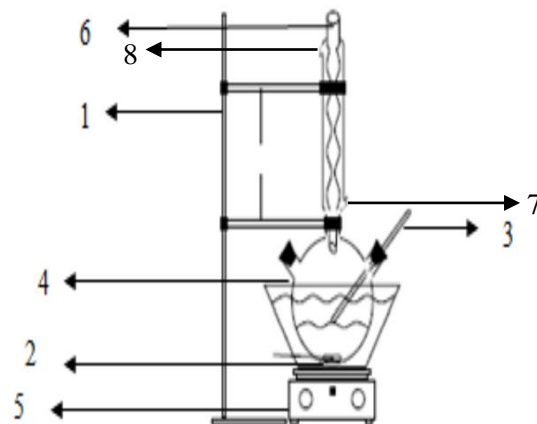
3.3.1 Alat

Berikut ini adalah alat yang digunakan dalam penelitian :

- Alumunium foil
- Ayakan (50 mesh)
- Cawan petri
- Corong
- Corong pemisah
- Desikator
- Erlenmeyer
- Flash Point
- Furnace
- Gelas beker 500 ml
- Gelas ukur 100 ml
- Hot plate
- Kertas Saring
- Labu leher tiga datar
- Loyang Oven
- Oven
- Magnetic strirrer
- Penjepit
- Pknometer
- Pipet tetes

- Pompa Vakum
- Pompa Aquarium
- Refluks Kondensor
- Satu set alat titrasi
- Spatula
- Stopwatch
- Thermometer
- Timbangan digital
- Viskometer Ostwaldz

Berikut ini susunan peralatan produksi biodiesel dengan proses transesterifikasi pada **Gambar 3.5**.



Gambar 3.5 Susunan Peralatan Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah Secara Transesterifikasi Menggunakan Katalis K_2O dari Abu Kulit Pisang Kepok

Keterangan gambar :

- | | |
|--------------------------|----------------------|
| 1. Statif dan klem | 5. Hot Plate |
| 2. Magnetic Stirrer | 6. Refluks kondensor |
| 3. Thermometer | 7. Air dingin masuk |
| 4. Labu leher tiga datar | 8. Air dingin keluar |

3.3.2 Bahan

Berikut bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu:

- Etanol 95%
- Indikator Phenolphthalein
- Limbah kulit pisang kepok

- Metanol 96%
- Minyak jelantah (3 kali pemakaian)
- N-Hexane
- NaOH 0,25

3.4 Variabel Penelitian

Penelitian ini terdapat tiga kategori variabel, yaitu variabel bebas, tetap dan terikat. Variabel tetap merujuk pada jumlah minyak terhadap methanol 6:1 pada proses transesterifikasi dan variasi massa katalis K_2O sebanyak 1%. Variabel bebas mencakup suhu kalsinasi 450, 550, 650 °C selama 5 jam, suhu reaksi transesterifikasi 50, 55, 60 °C dengan variasi waktu reaksi transesterifikasi selama 1-3 jam. Sedangkan variabel terikat merujuk pada output utama dari proses yaitu biodiesel yang dihasilkan sebagai produk akhir dari reaksi transesterifikasi.

3.5 Metode Pengumpulan Data dan Analisis Data

Analisa data pada penelitian ini terdiri dari analisa yang dilakukan terkait kandungan minyak jelantah berupa analisa kadar asam lemak bebas minyak jelantah yang mencakup pengukuran kadar asam lemak bebas (FFA) dan analisa kadar air minyak jelantah, analisa yang dilakukan terhadap karakteristik katalis K_2O berupa analisa morfologi dan komposisi katalis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX), *X-ray diffraction* (XRD) serta *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Pada analisa biodiesel berupa analisa densitas, analisa viskositas, dan analisa yield biodiesel, dan serta analisa komposisi biodiesel dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS).

3.5.1 Analisa Kadar Asam Lemak Minyak Jelantah

Analisa ini dilakukan untuk menentukan kadar asam lemakbebas di dalam minyak jelantah yang diawali dengan mencampurkan sebanyak 7,05 gram minyak jelantah dengan 100 mL metanol 96% dan 75 mL etanol 95% lalu mengocoknya dengan kuat. Sampel kemudian dititrasi dengan NaOH 0,25 N serta menambahkan indikator Phenolptelein sebanyak 2-5 tetes hingga berubah warna menjadi merah rosa selama 10 detik. Perhitungan kadar asam lemak bebas menggunakan persamaan (1)

$$\% \text{ FFA} = \frac{N \times V \times Mr}{1000 \times \text{gr sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

3.5.2 Uji Densitas

Pengukuran densitas minyak jelantah dan biodiesel dilakukan dengan menggunakan piknometer berkapasitas 50 ml. Piknometer kosong yang telah dibersihkan kemudian ditimbang. Setelah itu, sampel yang akan diuji dimasukkan ke dalam piknometer hingga mencapai volume penuh pada tutuo pipa kapiler piknometer dan tidak ada keberadaan gelembung gas di dalam piknometer, lalu ditimbang Kembali untuk mendapatkan hasil pengukuran densitas yang akurat. Perhitungan densitas menggunakan persamaan (2) :

$$\rho = \frac{\text{massa piknometer dan sampel} - \text{massa piknometer kosong}}{\text{volume sampel}} \dots(2)$$

3.5.3 Uji Viskositas

Pengukuran viskositas minyak jelantah dan biodiesel dilakukan dengan menggunakan *viscometer oswaldz*. Sampel yang akan diuji dimasukkan kedalam viskometer kemudian ditarik hingga mencapai diatas tanda batas

pertama. Waktu yang dibutuhkan untuk pengaliran diukur dari batas pertama sampai batas kedua tabung viscometer secara teliti.

$$v = K.t \dots\dots\dots (3)$$

untuk mendapatkan viskositas absolut maka persamaannya menjadi :

$$\mu = v.\rho \dots\dots\dots (4)$$

3.5.4 Yield Biodiesel

Cara menentukan persen yield pada biodiesel dengan persamaan dibawah ini

$$\text{yield biodiesel} = \frac{\text{massa biodiesel}}{\text{massa minyak}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

3.5.5 Analisa GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*)

Analisa biodiesel dilakukan melalui pemanfaatan alat GC-MS. GCMS adalah singkatan dari “*Gas Chromatography - Mass Spectrometry*” yang menggabungkan kemampuan alat GC (*Gas Chromatography*) untuk dan MS (*Mass Spectrometry*). Pada tahap awal, sampel yang akan dianalisis mengalami identifikasi melalui alat GC (*Gas Chromatography*) guna menganalisis secara kuantitatif jumlah senyawa yang ada. Setelah itu, identifikasi lebih lanjut dilakukan dengan alat MS (*Mass Spectrometry*) guna menganalisis struktur molekul senyawa-senyawa tersebut. Proses analisis dengan metode GC-MS (*Gas Chromatography - Mass Spectrometry*) didasarkan pada interpretasi spektrum yang dihasilkan dari kedua teknik yang digabungkan.

Pada spektrum hasil GC (*Gas Chromatography*), jumlah puncak (*peak*) mengindikasikan adanya berbagai

senyawa dalam sampel. Informasi waktu retensi yang tercatat dalam literatur, digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa yang terdeteksi. Langkah berikutnya melibatkan penyalarsan senyawa-senyawa yang diduga dengan hasil GC (*Gas Chromatography*) ke dalam alat spektrometri massa, dengan memanfaatkan kemampuan pemisahan senyawa-senyawa dalam sampel yang diberikan oleh kromatografi gas. Hasil analisis kemudian diwujudkan dalam bentuk spektrum spektrometri massa yang menunjukkan pola grafik yang berbeda. Spektrum hasil GC (*Gas Chromatography*) memberikan informasi penting berupa waktu retensi untuk setiap senyawa dalam sampel. Sementara itu, spektrum hasil MS (*Mass Spectrometry*) memberikan informasi tentang massa molekul relatif dari senyawa-senyawa dalam sampel tersebut. Dalam rangka merancang penelitian yang menggunakan GC/MS, beberapa tahapan perlu diperhatikan sebagai berikut :

- *Sample preparation*
- *Derivatisation*
- Injeksi

Mencampurkan larutan campuran ke dalam kolom GC (*Gas Chromatography*) dilakukan melalui pintu injeksi yang dipanaskan. Penting untuk diperhatikan bahwa metode GC/MS mungkin tidak optimal untuk menganalisis senyawa yang sensitif terhadap suhu tinggi, karena ada risiko dekomposisi yang dapat terjadi pada tahap awal pemisahan.

- *GC separation*

Campuran diarahkan ke dalam kolom GC (*Gas Chromatography*) dengan bantuan gas pembawa, biasanya menggunakan Helium, yang mengalir dengan laju yang ditentukan. Kolom GC (*Gas Chromatography*) dipanaskan oleh pemanas yang ada di dalamnya. Kolom ini dilapisi oleh cairan pelapis (dikenal sebagai fasa diam) yang memiliki sifat inersia yang tinggi.

- *MS detector*

Dalam segi kualitatif, lebih dari 275.000 spektra massa dari senyawa-senyawa yang belum diidentifikasi berhasil diidentifikasi melalui pemanfaatan referensi komputerisasi. Di sisi kuantitatif, metode ini memungkinkan penentuan kuantitas senyawa yang tidak dikenali melalui perbandingan kurva standar dari senyawa-senyawa yang telah dikenal sebelumnya.

- *Scanning*

Spektra massa diambil secara periodik dengan interval waktu antara 0,5 hingga 1 detik selama proses pemisahan menggunakan GC (*Gas Chromatography*), dan data yang dihasilkan disimpan dalam sistem instrumen untuk keperluan analisis. Spektra massa ini memiliki karakteristik unik yang dapat dianggap sebagai pola tanda (*fingerprint*) khas. Pola ini kemudian dapat dibandingkan dengan spektra acuan untuk analisis lebih lanjut.

3.5.6 Analisa XRD (*X-ray diffraction*)

Analisa difraksi sinar - X yang umumnya dikenal sebagai analisa XRD (*X-ray diffraction*), sering digunakan dalam rangka mengidentifikasi fase-fase substansi. Pola difraksi sinar-X diperoleh diperoleh dengan memanfaatkan difraktometer sinar-X (Rigaku Miniflex 600) dan metode penyempurnaan Rietveld digunakan untuk mengolah data XRD (*X-ray diffraction*) secara lebih detail. Proses penyempurnaan data XRD (*X-ray diffraction*) dilakukan dengan ketelitian tinggi yaitu di bawah pemindaian lambat 0,02 derajat dan program *Fullprof Suite* digunakan untuk proses penyempurnaan. Di samping itu, untuk melengkapi informasi mengenai ukuran dan morfologi, analisis tambahan dilakukan melalui pemindaian menggunakan mikroskop elektron (Hitachi., SU6600) dan mikroskop transmisi elektron (Philips Tecnai G2 F20) pada sampel katalis. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan pemahaman yang lebih mendalam terhadap karakteristik fisik dan struktur mikroskopis dari katalis yang dianalisis.

3.5.7 Analisa FT-IR (*Fourier Transform - Infra Red*)

FT-IR (*Fourier Transform - Infra Red*) tujuannya sejalan dengan prinsip yang dimiliki dengan XRD (*X-ray diffraction*), karena mampu mengidentifikasi getaran peregangan ikatan molekuler dan oleh karenanya dapat mengenali keberadaan senyawa khusus. Analisis ini mengamati pita karakteristik yang terdapat dalam Spektrum FTIR (*Fourier Transform - Infra Red*). Spektroskopi FT-IR (*Fourier Transform - Infra Red*) dilakukan pada kisaran panjang gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Sementara itu, karakteristik kurva magnetisasi dari sampel dikaji

menggunakan magnetometer bergetar (VSM, Lakeshore VSM 7410) pada suhu kamar. Dalam konteks ini, luas permukaan spesifik dari sampel katalis yang telah dipersiapkan dianalisis melalui perangkat analisis luas permukaan (Belsorp maks, Microtrac Belcorp).

3.5.8 Analisa SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*)

Analisa SEM-EDX atau analisa *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* merupakan suatu pendekatan analitik yang bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengukur unsur-unsur dalam suatu sampel dengan presisi. Analisa SEM-EDX dilaksanakan dalam rangka untuk memeriksa dan mengukur jumlah kandungan unsur kalium dalam zeolit, baik sebelum maupun setelah mengalami modifikasi termal. Terbentuknya K_2O menunjukkan perubahan dari KOH yang semula terdapat dalam permukaan dan matriks katalis, mengalami transformasi menjadi K_2O selama proses impregnasi dan kalsinasi. Teknik analisis ini mengandalkan perangkat SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang telah dikembangkan secara canggih, bersama dengan penggunaan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* untuk menganalisis komposisi unsur dalam sampel dengan akurasi yang tinggi.

3.5.9 Analisa Titik Nyala Api

Titik nyala api (*Fire Point*) dari suatu cairan bahan bakar yang merujuk pada suhu minimum dimana uap yang terlepas dari permukaan cairan akan secara otomatis

terbakar ketika bersentuhan dengan udara di sekitarnya, diikuti oleh cahaya kilatan. Analisa titik nyala api ini menggunakan *SYD-261 PMCC Flash Point Tester* dengan metode cangkir tertutup (*Close Cup*) yang untuk pengukuran produk minyak bumi pada kisaran suhu dari 40 – 360 °C. Cara menggunakannya dengan memasukkan cairan bahan bakar kedalam cup sampel ke *electric furnace*. Kemudian, memasukkan thermometer ke penutup/katup cup (terdiri dari pemutar pematik, pengaduk pematik, dan tempat thermometer). Lalu, cup sampel ditutup dengan penutup/katup cup dan tekan power (on) untuk proses pengadukan oleh pengaduk stirer yang terdiri dari pros.A (70-150 rpm) dan pros.B (400 rpm) selama beberapa menit. Selanjutnya, mengatur knot tekanan ke 100 dan perhatikan pergerakan thermometer pada temperatur keberapa sampel menyala pertama kali (seperti biodiesel min.130 °C). Setelah itu, lakukan range percobaan sekitar 1°C jika temperatur minimal belum muncul titik nyala nya.