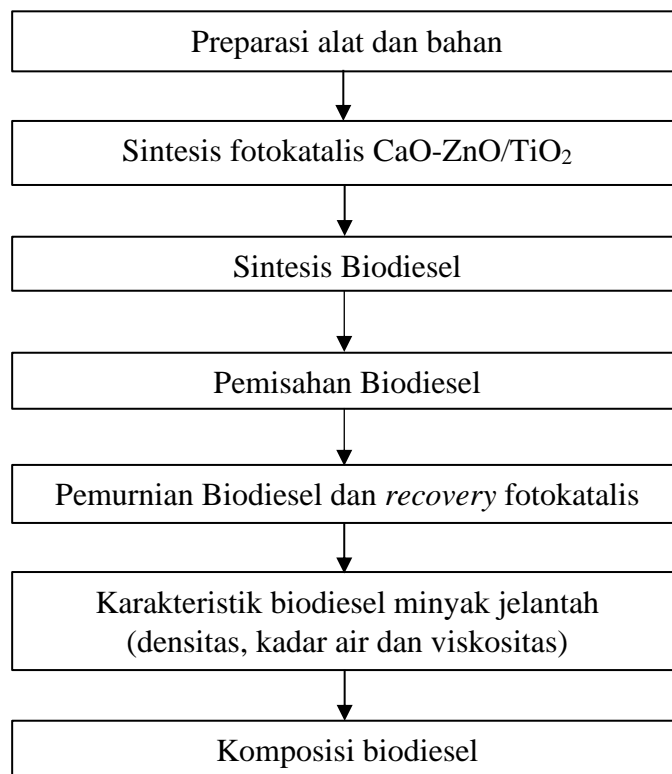


## BAB III

### METODELOGI PERCOBAAN

#### 3.1 Tahapan Penelitian

Di bawah ini merupakan tahapan penelitian sintesis biodiesel berbahan dasar minyak jelantah dengan bantuan fotokatalis CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub>.



Gambar 3.1 Diagram Alir Proses Sintesis Biodiesel

#### 3.2 Prosedur Penelitian

Di bawah ini merupakan prosedur penelitian dalam pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan menggunakan katalis CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub> yang digunakan.

##### 3.2.1 Preparasi Minyak Jelantah

Pada preparasi minyak jelantah dilakukan dengan menyaring minyak jelantah menggunakan kertas saring untuk memisahkan makanan yang tersisa dalam minyak jelantah. Setelah itu minyak jelantah yang sudah di saring dipanaskan pada suhu 110°C untuk

menghilangkan kandungan air pada minyak jelantah. (Citra Dewi & Slamet, 2019).

### **3.2.2 Preparasi ZnO/TiO<sub>2</sub>**

Dalam mempersiapkan katalis ZnO/TiO<sub>2</sub> diawali dengan mempersiapkan 18 gram TiO<sub>2</sub> P25 Degussa. Kemudian mempersiapkan larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 7,333 gram yang dilarutkan dengan 100 ml aquades. Setelah itu campurkan TiO<sub>2</sub> P25 Degussa ke dalam larutan prekursor, kemudian diaduk selama 30 menit dan dikeringkan 24 jam pada suhu 120°C. Setelah itu dikalsinasi pada suhu 500°C selama 12 jam (Mahangani et al., 2015).

### **3.2.3 Preparasi Katalis CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub>**

Setelah preparasi katalis ZnO/TiO<sub>2</sub>, dilanjutkan dengan proses impregnasi katalis CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub> dengan perbandingan katalis CaO dan ZnO/TiO<sub>2</sub> sebesar 9:1. Dimana katalis di impregnasi menggunakan pengaduk magnetik sampai homogen selama 3 jam dengan suhu 60°C. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam. Kemudian CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub> dikalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam. Katalis CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub> yang telah dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (Santoso et al., 2019).

### **3.2.4 Karakterisasi Komposit CaO-ZnO/TiO<sub>2</sub> Menggunakan XRD**

Difraksi sinar-X (*X-Ray Diffractometer*) adalah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur material kristalit maupun non-kristalit dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. (Kusuma, 2013).

#### **3.2.4.1 Uji Kadar FFA Minyak Jelantah**

Sebanyak 4 gram minyak jelantah ditimbang dalam erlenmeyer menggunakan neraca analitik. Setelah itu ditambahkan metanol sebanyak 10 ml dan dipanaskan selama 30 menit. Setelah itu didinginkan dicampurkan dengan indikator PP dan dititrasi menggunakan NaOH 0,1N sampai berubah warna menjadi merah

muda yang tidak hilang selama 30 detik. Penentuan bilangan asam dan kadar FFA dapat dilakukan dengan rumus:

$$\%FFA = \frac{m NaOH \times n NaOH \times BM Minyak}{m \times 10} \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan:

m = Massa minyak (gram)

BM = Berat molekul minyak (g/mol)

n = normalitas

### 3.2.5 Sintesis Biodiesel

Proses sintesis biodiesel digunakan dengan menggunakan radiasi UV. Minyak jelantah dimasukan ke dalam reaktor dan dicampurkan dengan minyak jelantah:metanol pada rasio 1:10, 1:12, dan 1:14 dengan bantuan katalis sebanyak 2 (b/b)%, 3 (b/b)%, dan 4 (b/b)%. dari berat total minyak. Reaksi dilakukan pada suhu 60°C selama 3 jam. Pada proses sintesis biodiesel ini menggunakan variasi sebagai berikut.

Tabel 3.1. Rasio Molar dan Variasi Berat Katalis

Rasio Molar (Minyak:Metanol)	Jumlah Katalis
1:10	2 (b/b)%
1:12	3 (b/b)%
1:14	4 (b/b)%

### 3.2.6 Pemisahan Biodiesel

Memisahkan larutan hasil sintesis biodiesel dengan katalis menggunakan pompa vakum, setelah itu memasukan hasil sintesis biodiesel ke dalam corong pemisah, lalu pisahkan gliserol dengan biodiesel. Pada proses ini menghasilkan biodiesel dan gliserol.

Pemisahan katalis dilakukan dengan cara mencuci katalis dengan metanol kemudian disaring menggunakan pompa vakum. Katalis yang sudah terpisah dapat digunakan kembali pada proses transesterifikasi.

### 3.2.7 Pemurnian Biodiesel

Pemurnian dilakukan dengan cara memanaskan biodiesel pada suhu 110°C untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa. Setelah itu panaskan biodiesel pada suhu 110°C selama 15 menit.

### 3.2.8 Karakteristik Biodiesel

#### a. Uji Densitas

Piknometer dibilas dengan aquades lalu dibilas kembali dengan aseton dan dikeringkan dan piknometer ditimbang dalam keadaan kosong dan kering (W1) Setelah itu piknometer diisi dengan metil ester dan bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W2). Untuk menghitung densitas digunakan persamaan sebagai berikut:

$$\rho = \frac{W2-W1}{V(\text{piknometer})} \dots \dots \dots (3.2)$$

Keterangan:

$\rho$  = Densitas (g/mL)

W1 = Massa piknometer (g)

W2 = Massa piknometer + sampel (g)

#### b. Uji Viskositas

Viskometer dibilas dengan aquades dan dikeringkan, kemudian masukan biodiesel pada viskometer sampai batas pada viskometer dan perhatikan penurunan dari biodiesel sampai batas pada viskometer dan catat waktu selama penurunan.

#### c. Uji Kadar Air

Pengujian kadar air dilakukan dengan cara memanaskan biodiesel pada suhu 110°C untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa. Setelah itu panaskan biodiesel pada suhu 110°C

selama 15 menit. Untuk menghitung kadar air menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\%Kadar\ Air = \frac{W_2 - W_3}{W_2} \times 100\% \dots \dots \dots (3.3)$$

Keterangan:

W1 = berat sampel (g)

W2 = berat cawan + sampel minyak sebelum dipanaskan (g)

W3 = berat cawan + sampel minyak setelah dikeringkan (g)

#### d. Menghitung Yield Biodiesel

Massa biodiesel yang dihasilkan dibagi dengan massa minyak jelantah yang digunakan sebagai umpan. Berikut rumus menghitung yield biodiesel.

$$\%Yield = \frac{Biodiesel\ (g)}{Minyak\ Jelantah\ (g)} \times 100\% \dots \dots \dots (3.4)$$

### 3.2.9 Komposisi Biodiesel

Untuk menentukan komposisi biodiesel dilakukan menggunakan metode Analisa GCMS. Metode GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectroscopy*) dapat mengukur kandungan dalam suatu sampel secara kualitatif dan kuantitatif. Metode ini merupakan perpaduan dari dua instrument, yaitu kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan senyawa tunggal dan spektroskopi massa berfungsi untuk mendeteksi senyawa berdasarkan fragmentasinya.

Prinsip kerja instrumen GC MS yaitu sampel diinjeksikan ke dalam kromatografi gas diubah menjadi fasa uap lalu melewati kolom kapiler dengan bantuan gas pembawa. Pendeteksian senyawa berlangsung dalam spektroskopi massa dengan penembakan senyawa oleh elektron menjadi molekul terionisasi. Pola fragmentasi yang terbentuk kemudian dibandingkan dengan pola fragmentasi senyawa standar yang diindikasikan dengan persentase *Similarity Index* (SI).

### 3.3 Alat dan Bahan

Adapun alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

#### 3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari alat utama dan alat pendukung untuk analisis.

1. Alat utama yang digunakan adalah sebagai berikut:
  - a. Cawan
  - b. *Centrifuge*
  - c. Corong Pemisah
  - d. Furnance
  - e. Gelas Beaker
  - f. Gelas Ukur
  - g. *Hotplate*
  - h. Neraca Analitik
  - i. Oven
  - j. Pengaduk magnetik
  - k. Pipet Tetes
  - l. Rangkaian Alat Reflux
  - m. Sunar Ultra Violet
  - n. *Stopwatch*
2. Alat-alat pendukung merupakan alat analisis yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya:
  - a. Bulb
  - b. Labu Leher Tiga
  - c. Oven
  - d. Piknometer
  - e. Pipet tetes
  - f. Pipet Volume
  - g. Viskometer
  - h. Neraca Massa

### 3.3.2 Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Aseton
- b. Aquades
- c. CaO
- d. Indikator PP
- e. Kertas Saring
- f. KOH
- g. Minyak Jelantah
- h. Metanol
- i. NaOH
- j. TiO<sub>2</sub> P25 Degussa
- k. Zink nitrat heksahidrat

### 3.4 Variabel Percobaan

Variabel percobaan pada penelitian ini terdiri dari variabel terikat, variabel bebas dan variabel kontrol. Variabel terikat pada penelitian ini adalah nilai viskositas, densitas, dan yield biodiesel. Variabel bebas pada penelitian ini adalah perbandingan molar metanol: minyak jelantah sebesar 10:1, 12:1, dan 14:1, jumlah katalis sebesar 2 (b/b)%, 3 (b/b)%, dan 4 (b/b)%. Variabel kontrol pada penelitian ini adalah waktu reaksi.

### 3.5 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

Adapun pengumpulan data pada penelitian ini mengambil data dari tahap karakteristik uji XRD dan GC-MS yang telah dilakukan.