

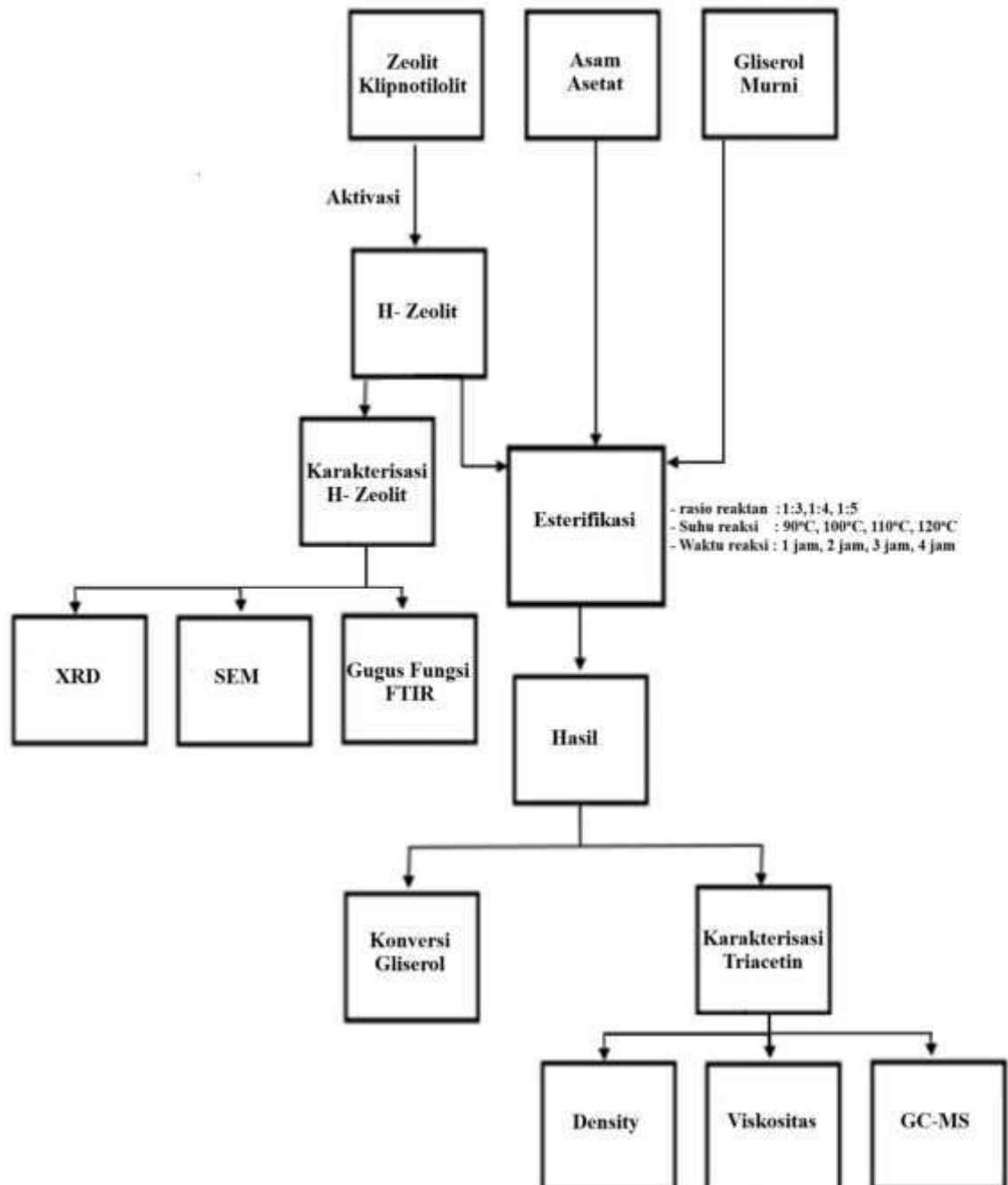
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Sekolah Menengah Atas Kimia PGRI Serang serta Laboratorium Spectroscopy Universitas Sultan Ageng Tirtayasa Sindangsari. Penelitian terdiri dari 2 tahapan yaitu tahap awal yaitu preparasi dan tahap operasi. Bahan utama dalam penelitian ini adalah Gliserol dan Asam Asetat. Bahan tambahan dan alat lain yang digunakan untuk proses analisis antara lain : katalis zeolit alam Lampung (*klipnotilolit*), air, air demin, Aseton, indikator bromtimol biru, indikator pp, NaIO_4 , NaOH , alat pemanas, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), gelas ukur, *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS), kertas saring ukur Whatman no. 42, Labu leher tiga, Motor pengaduk, pemanas, pengaduk merkuri, penyaring, piknometer, pipet tetes, statif dan klem, timbangan thermometer , dan Viscometer Oswald.

3.2 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.3 Alat dan Bahan dalam Sintesis Triacetin

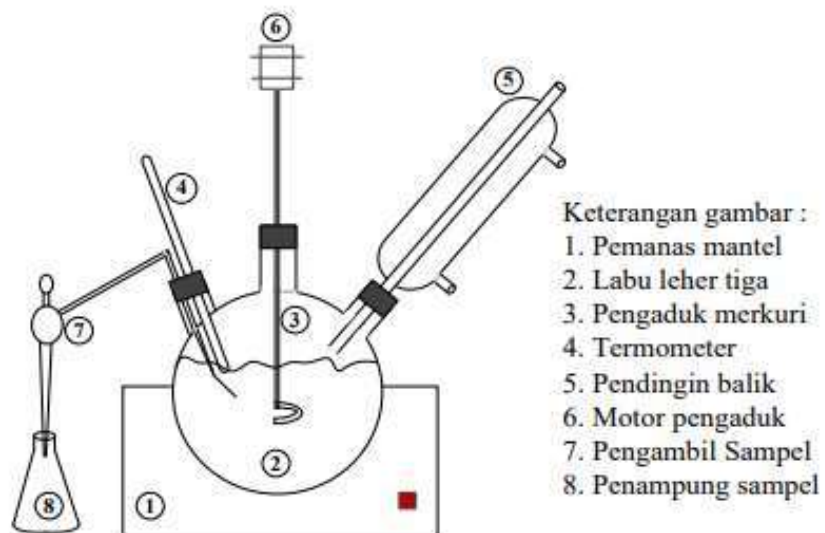
3.3.1 Alat yang digunakan dalam Sintesis Triacetin diantaranya:

1. Alat pemanas
2. FTIR
3. Gelas ukur
4. GC-MS
5. Kertas saring Whatman No. 42
6. Labu leher tiga
7. Motor pengaduk
8. Pemanas
9. Pengaduk merkuri
10. Penyaring
11. Piknometer
12. Pipet tetes
13. Statif dan Klem
14. Timbangan
15. Thermometer
16. XRD X-ray Diffraction (XRD) Brand : BRUKER
17. SEM
18. FTIR
19. Viscometer Ostwald

3.3.2 Bahan yang digunakan dalam sintesis Triacetin diantaranya:

1. Air
2. Air demin
3. Asam Asetat
4. Asam Sulfat 6 N
5. Aseton
6. Gliserol
7. indikator bromtimol biru
8. indikator pp
9. Katalis zeolit alam Lampung : klipnotilit
10. NaIO_4
11. NaOH 0,5 N

Skematik Rangkaian Alat Sintesis Triacetin terdapat pada gambar 3.1.



Gambar 3.2. Skematik Rangkaian Alat Sintesis Triasetin (Nuryoto, dkk., 2011)

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Katalis Zeolit Klipnotilolit

Zeolit Klipnotilolit yang digunakan sebagai katalis dalam sintesis triacetin, dimana langkah awal merupakan analisa kristalinitas dengan Difraksi Sinar- X (XRD) untuk mengetahui sifat kristalin pada zeolite kliptnotilolit (sampel) sesuai dengan zeolit kliptnotilolit (standar). Kemudian dilakukan proses penyaringan dan pengecilan ukuran zeolit sampai 50 mesh dengan ayakan 50 mesh (mengacu kepada penelitian Nuryoto dan Hartono, 2018, Ramadhan dkk., 2019, serta Nindya dkk., 2020). Hal tersebut dilakukan supaya luas kontak meningkat ketika zeolit digunakan sebagai katalis. Lakukan proses aktivasi dengan memasukkan katalis ke dalam larutan Asam Sulfat 6 N selama 2 jam sambil dilakukan pemanasan dengan suhu 110°C. Kemudian katalis dibilas dengan aquades sampai 4 kali dan dilakukan proses pemanasan selama 2 jam pada oven dengan suhu 200°C (Nuryoto, dkk., 2021). Proses ini bertujuan untuk memperbaiki dan memperkuat struktur katalis. Setelah kering lakukan uji Amonia TPD untuk menentukan kualitas dan keberhasilan aktivasi pada zeolit.

3.4.2 Sintesis Triacetin dengan Proses Esterifikasi

Gilseol dan asam asetat ditimbang sesuai dengan rasio reaktan adalah 1:3, 1:4, dan 1:5 mol kemudian dipanaskan dengan suhu reaksi yaitu : 90°C, 100°C, 110°C, dan 120°C pada reaktor, dan suhu dijaga sesuai suhu reaksi yang telah ditentukan, diiringi proses pengaduk (700

rpm), setelah larutan tercampur sempurna dan suhu reaksi telah tercapai sampel diambil untuk dilakukan analisa asam awal (A_0). Dilakukan titrasi asam basa menggunakan NaOH 0,5 N. Kemudian ditambahkan katalis alam klipnotilolit sebanyak 5% dari berat gliserol selanjutnya setelah waktu reaksi 1,2, 3, dan 4 jam, maka reaksi dihentikan bersamaan dengan itu dilakukan analisa asam bebas (A_b) yang penentuannya sama dengan asam awal. Setelah reaksi selesai, dilakukan 2 proses percobaan yaitu dengan tidak dilakukan proses kondensasi (untuk suhu 100°C) dan dengan proses kondensasi. Proses kondensasi dilakukan pada suhu 90°C selama 4 jam karena pada suhu 90°C ini merupakan suhu optimal untuk mengakselerasi reaksi secara termal serta proses inti dapat ditinggal dalam waktu lama tanpa perlu penambahan pelarut atau kekhawatiran bejana reaksi mendidih hingga kering karena uapnya segera terkondensasi di dalam pendingin. Hal tersebut dikarenakan pelarut akan selalu mendidih pada suhu tertentu, maka dipastikan bahwa reaksi berlangsung pada suhu konstan. Setelah itu lakukan penyaringan menggunakan kertas saring Whatman no. 42.

3.4.3 Karakteristik Katalis Zeolit Klipnotilolit

Uji karakterisasi katalis zeolit alam lampung (ZAL) jenis klipnotilolit dilakukan dengan beberapa pengujian diantaranya uji XRD, Uji SEM dan uji FTIR dilakukan di Laboratorium terpadu Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

3.4.4 Karakteristik Triacetin

a. Identifikasi Komponen dan Konsentrasi Menggunakan GC-MS

- Preparasi Sampel

Ke dalam tabung reaksi produk dimasukkan kemudian 1 ml n-heksana ditambahkan untuk ekstrak biodiesel dari alkohol serta produk. Kemudian larutan NaCl jenuh ditambahkan sebanyak 3 ml. Bagian n- heksana (fase atas) dipindahkan ke dalam botol vial dan ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat yang memiliki fungsi sebagai pengikat air agar air di dalam produk yang diuji hilang. Produk dimasukkan ke dalam botol vial kedua dan Na_2SO_4 anhidrat agar tidak ikut tercampur dan produk langsung bisa untuk proses analisis (Asriani, 2016: 29).

- Analisis dengan GC-MS

Lakukan pengaktifan GC-MS kemudian tampilan analisis diatur, pada *monitor* pilih sampel *login*. Kedalam *autoinjector*, suntikan produk sebanyak 1 μL . Analisis GC dapat dihentikan dengan klik ketika grafik telah terlihat datar. Komponen yang paling mirip dari beberapa komponen dari bobot molekul serta tinggi intensitas *peaknya* yang ditunjukkan oleh puncak grafik yang diidentifikasi (Asriani, 2016: 29).

b. Konversi Gliserol

Konversi Asam Asetat menjadi triacetin dapat dihitung sebagai berikut

:

$$\% \text{ konversi Gliserol} = \frac{\text{asam awal} - \text{asam bebas}}{\text{asam awal}} \times 100\%$$

(Ernawati dkk., 2015)

Asam Awal (A_o) dan Asam bebas (A_b)

Sebanyak 1 gram sampel untuk ditimbang dalam erlenmeyer 250 ml, kemudian ditambahkan 10 ml HCl. Erlenmeyer disambungkan dengan kondensor dan dipanaskan secara perlahan selama 1 jam. Kemudian didinginkan, sebanyak 1 ml indikator pp ditambahkan, dan dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,5 N sampai berwarna merah muda seulas (catat volume NaOH lakukan yang sama untuk blanko).

$$\begin{aligned} & \text{Asam awal dan asam bebas} \\ & = \frac{40 \times (V_{\text{NaOH blanko}} - V_{\text{NaOH sampel}}) \times N_{\text{NaOH}}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \end{aligned}$$

(SNI 7182,2015).

c. Penentuan Densitas

Piknometer yang kering ditimbang sebagai (a), selanjutnya piknometer diisi aquades hingga tanda batas. Dihimpitkan dan dicatat berat penimbangan sebagai (b). Hal tersebut dilakukan pada sampel yaitu ditimbang piknometer yang telah diisi oleh triacetin. Dihimpitkan, hasil penimbangan dicatat sebagai (c).

Perhitungan:

Bobot piknometer kosong (b) : a gram
Bobot piknometer + aquades

Bobot aquades : (b - a) gram

Bobot piknometer kosong : a gram

Bobot piknometer + Triacetin : c gram

Bobot Triacetin : (c - a) gram

Perhitungan gravitas spesifik (Sg^t)

$$\text{Sg}^t \text{ sampel} = \frac{(\text{c}-\text{a})\text{gram}}{(\text{b}-\text{a})\text{gram}}$$

Perhitungan densitas air (d^t) suhu kamar, t°C

$$d_{\text{aq}}^t = 0,99740 \text{ g/cm}^3$$

Perhitungan densitas (d^t)

$$d^t = \text{Sg} \times d_{\text{aq}}^t$$

d. Penentuan Viskositas

Viskometer ostwald dibersihkan dan dikeringkan kemudian diisi aquades pada sisi kanan dan dimasukkan ke dalam penangas air yang dilengkapi dengan termometer untuk mengukur suhu hingga berada suhunya 40°C. Melalui pipa kiri zat cair dihisap oleh bulb. Waktu yang diperlukan zat untuk mengalir dengan menggunakan *stopwatch* dari tanda b sampai a. Lakukan hal yang sama dalam pengukuran viskositas triacetin.

Perhitungan :

η_1 = koefisien viskositas zat cair

η_2 = koefisien viskositas triacetin

ρ_1 = kerapatan zat cair

ρ_2 = kerapatan triacetin

t_1 = waktu alir zat cair

t_2 = waktu alir triacetin

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$

(Rezeki, 2018)

3.5 Variabel Penelitian pada Sintesis Triacetin

3.5.1 Variabel Tetap

1. Konsentrasi katalis 5% massa asam asetat.
2. Kecepatan pengadukan 700 rpm.

3.5.2 Variabel Berubah

1. Suhu yang digunakan yaitu 100°C, 110°C, dan 120°C.
2. Konsentrasi reaktan yaitu 1:4, 1:5 dan 1:6.
3. Lamanya waktu proses sintesis triacetin adalah 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam.