

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat

3.1.1 Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak sawit mentah (CPO), Iso Propil Alkohol (IPA) 96%, Indikator Phenolptalein, Indikator Mureksid, Kalsium Karbonat (CaCO_3), metanol, H_2SO_{4p} , asam sitrat, EDTA, KOH 0,1 N, aseton, kertas saring whatman 42, etil asetat, plat KLT, akuades.

3.1.2 Alat yang digunakan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah hot plate stirer, neraca analitik, biuret dan statip, cawan porselen, oven, furnace, desikator, labu leher tiga, kondensor, viskometer *Ostwald*, piknometer, pengaduk mekanik, termometer, pipet tetes, corong pemisah, stop watch, sumbat gabus, alat penentu titik nyala (*tag closed tester*) merk Koehler model K14670, centrifuge, *X-Ray Diffractometer* Merk PANalytical X'Pert PRO seri PW3040/x0 X'Pert PRO, *chumber*, pingset, penggaris dan peralatan gelas di laboratorium.

3.2 Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimen dengan lima faktor kondisi, sembilan belas perlakuan dengan tiga kali pengulangan untuk mengetahui pengaruh kuantitas metanol dan kalsium oksida, temperatur kalsinasi katalis, temperatur reaksi serta waktu reaksi. Biodiesel maksimum yang diperoleh dari kondisi optimal dimurnikan dengan agen pengompleks dan dikarakterisasi sifat fisika dan kimianya yaitu kandungan air, bilangan asam, massa jenis, viskositas dan titik nyala kemudian dibandingkan dengan standar mutu untuk bahan bakar biodiesel.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1. Analisa Awal Sampel

3.3.1.1. Penentuan Asam Lemak Bebas *Crude Palm Oil* (CPO) (Ketaren, 1986)

Analisa awal sampel berupa penentuan asam lemak bebas *crude palm oil* (CPO) dengan cara menimbang $20 \pm 0,2$ gram sampel minyak jernih dan homogen kedalam erlenmeyer 250 ml. Kemudian tambahkan 50 ml Iso Propil Alkohol panas (suhu $50^{\circ}\text{C} - 60^{\circ}\text{C}$), kocok dan tambahkan 2-3 tetes indikator penolphtalein (pp) dan goyangkan supaya larut. Lalu titrasi dengan larutan KOH 0,1 N (yang telah distandarisasi) sampai timbul warna merah muda atau pink.

Jumlah asam lemak bebas dihitung menggunakan rumus :

$$\% \text{ FFA} = \frac{(mL \times N) \text{ KOH} \times 256}{gr \text{ sampel} \times 1000} \times 100\%$$

3.3.1.2. Penentuan Kandungan Air pada CPO (Ketaren, 1986)

Penentuan kandungan air CPO dilakukan dengan cara membersihkan cawan porselen, keringkan dalam oven dengan temperatur 105°C minimal 15 menit. Didinginkan dalam desikator, lalu timbang sampai konstan. Ditimbang dengan teliti sampel sebanyak 5 gram sampai 3 desimal. Tempatkan dalam oven pada temperatur 105°C selama 30 menit. Keluarkan dan dinginkan dalam desikator pada suhu kamar, kemudian timbang.

Kandungan air sampel ditentukan dengan rumus :

$$\text{Kandungan Air (\%)} = \frac{a - b}{berat \text{ sampel}} \times 100\%$$

Dimana, a = Berat cawan porselen dan sampel sebelum pemanasan (gr)

b = Berat cawan porselen dan sampel sesudah pemanasan (gr)

3.3.2 Prosedur Kalsinasi Katalis CaO (Huaping, 2006)

Dibersihkan cawan porselen dan masukkan sejumlah katalis CaCO_3 . Dimasukkan cawan kedalam furnace dan dipanaskan pada temperatur 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C selama 1,5 jam. Keluarkan dan dinginkan dalam desikator pada suhu kamar.

3.3.3 Prosedur Pembuatan Biodiesel

3.3.3.1. Proses Esterifikasi (Prihandana, 2006)

Sebanyak 100 gr sampel CPO dimasukkan kedalam labu dan panaskan di atas titik didih air $\pm 105^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam dengan pengadukan berlanjut. Setelah itu diturunkan temperatur sampai 50°C . Tambahkan $\text{H}_2\text{SO}_4\text{p}$ dan metanol, temperatur diatur pada 70°C dan diaduk dengan pengaduk mekanik selama 3 jam. Campuran dimasukkan kedalam corong pisah dan dicuci dengan air panas (suhu 50°C). Air cucian bagian bawah dibuang dan minyak dimasukkan kembali ke dalam labu untuk proses selanjutnya.

3.3.3.2. Proses Transesterifikasi (Prihandana, 2006)

Sampel hasil esterifikasi dimasukkan kedalam labu dan dipanaskan di atas titik didih air $\pm 105^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam. Pada tempat terpisah larutkan katalis CaO dalam metanol. Setelah temperatur diturunkan sampai 50°C , tambahkan campuran katalis metanol kedalam labu dan diaduk selama waktu yang telah ditentukan. Setelah bereaksi, cairan dimasukkan kedalam corong pisah dan dijaga pada temperatur kamar selama semalam sehingga akan terbentuk dua lapisan. Dilakukan pengulangan perlakuan untuk variasi molar metanol (1:6; 1:9; 1:12), konsentrasi katalis CaO (0,5%; 1%; 1,5%), waktu reaksi (0,5; 1; 1,5; 2 jam), temperatur reaksi (60°C , 70°C , 80°C) dan temperatur kalsinasi katalis (700°C , 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C)

3.3.4 Prosedur Pencucian Biodiesel

Biodiesel mentah yang dihasilkan dicuci dengan air panas (50°C) sebanyak volume biodiesel (1:1). Digojong campuran biodiesel dan air selama 5 menit. Campuran dibiarkan sehingga air akan berkumpul dibawah dan berubah menjadi keruh sedangkan bagian atas merupakan biodiesel. Pisahkan campuran tersebut.

3.3.5 Prosedur Pemurnian Biodiesel (Huaping, 2006)

Sebanyak 20 gr biodiesel yang telah dihasilkan, dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml. Tambahkan asam sitrat perbandingan 1:1 dengan jumlah

biodiesel dan distirer selama 20 menit pada temperatur 45°C. Campuran disentrifuge pada 3000 rpm selama 10 menit, lapisan atas yang dihasilkan merupakan biodiesel murni dan bagian bawah merupakan asam sitrat.

3.3.6 Prosedur Penentuan Kadar Ca dalam Biodiesel (BPPT)

Dibersihkan krusibel dan keringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 15 menit. Dinginkan dalam desikator lalu timbang. Masukkan sebanyak 20 gr biodiesel kedalam krusibel dan panaskan di atas hotplate sampai sampel mengental. Selanjutnya masukkan kedalam furnace dan panaskan pada temperatur 500°C selama 2 jam sampai terbentuk abu. Tambahkan HNO₃ tetes demi tetes sampai tidak terjadi reaksi. Larutkan dalam akuades dan saring larutan kedalam labu takar 100 ml. Titrasi larutan dengan metode kompleksometri. Hitung Ca yang terdapat dalam biodiesel sebelum dan sesudah dimurnikan serta kadar Ca pada asam sitrat.

3.3.7 Penentuan ion Ca dengan Metode Kompleksometri (Tim Analitik, 2005)

Dipipet 25 mL larutan hasil pengenceran kedalam erlenmeyer. Tambahkan 1,5 mL buffer pH 10 dan 3 tetes indikator mureksid hingga terjadi perubahan warna merah sindur. Kemudian titrasi dengan EDTA yang telah distandarisasi.

3.3.8 Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (Gritter, 1991)

Plat KLT diberi garis lebih kurang 1 cm dari bawah dan dari atas. Masing-masing komponen CPO dan biodiesel dilarutkan dengan Isopropil alkohol dengan perbandingan 1:1 dalam vial. Masing-masing komponen ditotolkan pada batas bawah kemudian diberi nama sesuai dengan sampel. Plat dimasukkan kedalam bejana pengembang yang telah dijenuhkan dengan uap eluen etil asetat : metanol (4:1). Eluen akan merambat keatas sesuai dengan gaya kapilaritas. Setelah eluen sampai di garis batas atas, plat dikeluarkan. Sisa eluen diuapkan di udara terbuka.

3.3.9 Pengujian Karakteristik Biodiesel (Analisa mutu)

3.3.9.1. Penentuan Bilangan Asam (BPPT)

Ditimbang 5 gram biodiesel murni kedalam sebuah erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 25 ml isopropil alkohol panas kedalam erlenmeyer tersebut. Panaskan selama ± 10 menit dalam penangas air sambil diaduk. Dalam keadaan teraduk kuat, tambahkan 3 tetes indikator penolphtalein dan titrasi larutan dengan KOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna. Catat volume titran yang dibutuhkan (V ml)

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N \text{ KOH}}{\text{massa (gram)}}$$

Keterangan :

V = Volume larutan KOH dalam alkohol yang dibutuhkan pada titrasi (ml)

N = Normalitas ekstrak larutan KOH dalam alkohol

m = Berat sampel biodiesel (gram)

3.3.9.2. Penentuan Kandungan Air (BPPT)

Bersihkan cawan porselen, keringkan dalam oven dengan temperatur 105°C minimal 15 menit. Dinginkan dalam desikator, lalu timbang sampai konstan. Timbang dengan teliti sampel sebanyak 5 gram sampai 3 desimal. Tempatkan dalam oven pada temperatur 105°C selama 30 menit. Keluarkan dan dinginkan dalam desikator pada temperatur kamar, dan kemudian timbang.

$$\text{Kandungan Air (\%)} = \frac{a - b}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

Dimana, a = Berat cawan porselen dan sampel sebelum pemanasan (gr)

b = Berat cawan porselen dan sampel sesudah pemanasan (gr)

3.3.9.3. Penentuan Berat Jenis (Densitas)

Bersihkan dan keringkan piknometer, lalu ditimbang. Isi piknometer dengan air mendidih dan dinginkan pada temperatur 37°C - 39°C hingga meluap dan tidak ada gelembung udara. Setelah ditutup, piknometer direndam didalam bak air bersuhu 40°C dan biarkan pada suhu konstan selama 30 menit. Piknometer diangkat dari air dan dikeringkan, kemudian piknometer dengan isinya ditimbang. Bobot air adalah

selisih bobot piknometer dengan isinya dikurangi bobot piknometer kosong. Perlakuan tersebut diulangi untuk menentukan berat jenis biodiesel

$$\text{Berat Jenis} = \frac{(\text{Berat piknometer dan biodiesel}) - (\text{berat piknometer kosong})}{\text{Volume air pada } 40^{\circ}\text{C (ml)}}$$

3.3.9.4. Penentuan Viskositas

Siapkan rangkaian alat viskometer dengan lengkap. Bersihkan alat viskometer dengan menggunakan aseton. Biodiesel murni lalu diisap dengan pompa isap sampai batas garis yang tertera pada tabung. Biarkan biodiesel murni mengalir sampai batas garis lainnya yang tertera pada tabung. Catat waktu alir yang diperlukan untuk mencapai batas garis lainnya.

Viskositas ditentukan dengan membandingkan hasil pengukuran waktu alir (t_1), rapat massa cairan (ρ_1 , pembanding) yang telah diketahui viskositasnya terhadap waktu alir (t_2) dan rapat massa cairan 2 (ρ_2) yang akan ditentukan viskositasnya.

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

3.3.9.5. Penentuan Titik Nyala (*Flashpoint*) (Wikara, 2007)

Titik nyala ditentukan dengan cara menuangkan sampel ke dalam kap yang sudah kering dan bersih sampai tanda batas. Tuang biodiesel ke dalam kap yang sudah kering dan bersihkan sampai tanda batas. Dipasang kap pada tempatnya beserta termometer. Pemanas dihidupkan, pemanasan diatur hingga maksimum. Jika temperatur sampel sudah mencapai 100°C api pencoba dinyalakan. Pengujian dilakukan dengan mendekatkan api pencoba ke atas permukaan sampel dengan cepat (tidak lebih dari 1 detik). Pengujian selanjutnya dilakukan setiap kenaikan temperatur 5°C sampai tercapai titik nyala. Temperatur pada saat api pencoba dapat menyalakan uap sampel dinyatakan sebagai titik nyala.