

BAB IV METODOLOGI PENELITIAN

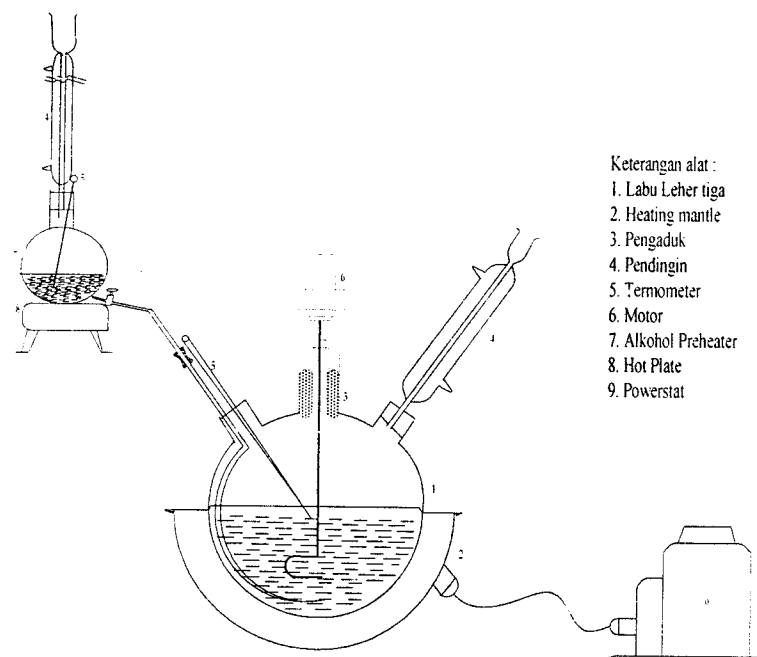
Pelaksanaan penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu tahap persiapan katalis, reaksi esterifikasi dan analisis produk.

4.1 Tahap Persiapan Katalis

Katalis yang akan digunakan untuk reaksi esterifikasi asam lemak sawit distilat adalah H-Zeolit. Katalis H-Zeolit dipreparasi dari Zeolit Alam melalui tahapan-tahapan yang telah dilakukan oleh Nasikin dkk. (2004) yaitu metoda pertukaran ion. Zeolit Alam dipertukarkan ion dengan larutan NH_4NO_3 1 N selama 50 jam dengan kecepatan pengadukan 500 rpm untuk menghasilkan NH_4 -Zeolit. Padatan zeolit kemudian dipisahkan, dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 4 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 520°C untuk menghilangkan NH_3 dari NH_4 -Zeolit sehingga diperoleh H-Zeolit. H-Zeolit yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan BET untuk mengetahui diameter pori katalis.

4.2 Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi dilangsungkan secara partaian (*batch*) menggunakan reaktor labu leher tiga yang dilengkapi dengan pengaduk, pendingin balik dan alat pencatat suhu (termokopel). Metanol dipanaskan terlebih dahulu sebelum diumpankan ke dalam reaktor. Pada saat yang bersamaan, asam lemak sawit distilat dan katalis H-Zeolit yang terdapat dalam reaktor juga dipanaskan sampai temperatur reaksi. Sebelum diumpankan, terhadap asam lemak sawit distilat terlebih dahulu dilakukan analisis kadar asam lemak dengan metoda titrimetri. Reaksi esterifikasi akan dilakukan dengan memvariasikan temperatur reaksi (40 , 50 dan 60°C), nisbah berat katalis/asam lemak ($1/20$, $1/10$, $1/7$) serta nisbah molar asam lemak/metanol ($1/4$, $1/5$ dan $1/6$) dengan rancangan acak lengkap. Skema peralatan reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Skema Peralatan

4.3 Analisa produk

Terhadap campuran reaksi dilakukan pemisahan katalis dengan penyaringan. Selanjutnya dilakukan analisis kadar asam lemak sisa reaksi dengan cara titrasi menggunakan larutan KOH yang telah distandarisasi dengan Asam Oksalat. Prosedur titrasi ini mengikuti metode Mehlenbacher (1953).

4.4 Teknik pengolahan data

Untuk mendapatkan kondisi proses (temperatur reaksi, nisbah berat katalis/asam lemak, nisbah molar asam lemak/metanol) optimum, digunakan metode permukaan respon (*response surface*) menggunakan software statistik MINITAB 14 dan SAS.