

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan dan Alat

3.1.1. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah CPO (*Crude Palm Oil*), Iso Propil Alkohol (IPA), indikator phenolphthalein, kalsium oksida (CaO), metanol p.a, H₂SO_{4p}, KOH 0,1 N, kertas saring whatman 42, aseton, etil asetat dan akuades.

3.1.2. Alat-alat yang digunakan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *hotplate* dan *stirer*, neraca analitik, buret dan statip, cawan porselen, oven, *furnace*, krusibel, desikator, labu leher tiga, kondensor, *viskometer Ostwald*, piknometer, crusibel, pengaduk mekanik, termometer, pipet tetes, corong pemisah, stopwatch, sumbat gabus, alat penentuan titik nyala (*tag closed tester*) merk Koehler model K 14670, chamber dan peralatan gelas lainnya.

3.2. Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimen dengan empat faktor kondisi, empat belas perlakuan dengan tiga kali pengulangan untuk mendapatkan kondisi optimal, kemudian hasil biodiesel yang maksimum ditentukan sifat fisika dan kimianya lalu dibandingkan dengan standar bahan bakar untuk biodiesel.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Analisa awal sampel

3.3.1.1. Penentuan asam lemak bebas CPO (Sudarmadji dkk, 1997)

Analisa awal sampel berupa penentuan asam lemak bebas CPO, yaitu dengan cara menimbang 20 gram CPO dan homogenkan dengan memanaskan pada suhu 60°C di dalam erlenmeyer 250 ml. Kemudian tambahkan 50 ml iso propil alkohol panas (temperatur 50°C-60°C) ke dalam erlenmeyer tersebut. Dikocok dan tambahkan 2-3 tetes indikator phenolphthalein dan goyangkan hingga

larut. Setelah itu titrasi dengan larutan KOH 0,1 N (yang telah distandarisasi) sampai timbul warna merah muda atau pink. Catat volume titran yang terpakai (V ml)

Jumlah asam lemak bebas dihitung dengan menggunakan rumus:

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

3.3.1.2. Penentuan kandungan air CPO (Ketaren, 1986)

Penentuan kandungan air CPO dilakukan dengan cara membersihkan cawan porselen dan keringkan dalam oven pada temperatur 105°C minimal 30 menit. Dinginkan dalam desikator lalu ditimbang sampai konstan. Kemudian timbang dengan teliti sampel sebanyak 5 gram, tempatkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Angkat dan dinginkan dalam desikator pada suhu kamar lalu timbang. Perlakuan ini diulangi hingga berat yang diperoleh konstan.

Kandungan air dihitung dengan menggunakan rumus:

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

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

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

3.3.2. Prosedur pembuatan biodiesel

3.3.2.1. Proses esterifikasi (Prihandana, 2006)

Sebelum dilakukan proses esterifikasi, terlebih dahulu CPO disaring untuk memisahkan kotorannya. Kemudian timbang 100 gram CPO dan masukkan ke dalam labu. Panaskan di atas titik didih air pada temperatur 105°C selama ± 1 jam sambil distirer. Setelah suhu diturunkan (50°C), pasang kondensor dan tambahkan H_2SO_4 diikuti dengan penambahan metanol sambil diaduk dengan stirer, suhu diatur pada 70°C selama 3 jam. Setelah bereaksi, campuran dimasukkan ke dalam corong pemisah dan dicuci dengan air suam-suam kuku. Air cucian bagian bawah dibuang dan bagian atasnya dimasukkan ke dalam labu untuk proses transesterifikasi.

3.3.2.2. Proses transesterifikasi (Prihandana, 2006)

Sementara reaksi esterifikasi berlangsung, aduk campuran antara katalis CaO dan metanol dengan stirer. Hasil esterifikasi dipanaskan di atas titik didih air pada temperatur 105°C selama $\pm$ 1 jam. Setelah suhu diturunkan (50°C), tambahkan campuran katalis metanol ke dalam labu dan diaduk selama waktu dan temperatur yang telah ditentukan. Setelah bereaksi, campuran dimasukkan ke dalam corong pemisah dan dijaga pada temperatur kamar selama semalam sehingga akan terbentuk dua lapisan. Pada hari berikutnya, gliserol dikeluarkan dari corong pemisah. Biodiesel mentah yang terbentuk, dikumpulkan dan dicuci dengan air suam-suam kuku. Dilakukan pengulangan perlakuan untuk variasi molar metanol terhadap minyak (6:1; 9:1; 12:1), konsentrasi katalis CaO (0,5; 1,0; 1,5 dan 2,0%), waktu reaksi (0,5; 1 ; 1,5 dan 2 jam), suhu reaksi (60; 70 dan 80°C).

3.3.3. Prosedur pencucian

3.3.3.1. Prosedur pencucian hasil esterifikasi

Hasil esterifikasi dicuci dengan menggunakan air suam-suam kuku yang sebanding dengan massa ester yang diperoleh. Digojong campuran ester dengan air selama 5 menit. Campuran didiamkan sehingga air akan terkumpul dibagian bawah dan berubah menjadi keruh. Pisahkan ester dari air.

3.3.3.2. Prosedur pencucian hasil transesterifikasi

Biodiesel mentah yang dihasilkan dicuci dengan menggunakan air suam-suam kuku sebanding dengan massa biodiesel yang diperoleh. Digojong campuran biodiesel dengan air selama 5 menit. Campuran didiamkan sehingga air akan terkumpul dibagian bawah dan berubah menjadi keruh. Pisahkan produk biodiesel dari air. Panaskan produk biodiesel pada suhu di atas titik didih air 105°C hingga gelembung air tidak kelihatan lagi. Kemudian dinginkan produk biodiesel dan saring.

3.3.4. Pengujian karakteristik biodiesel (Analisa Mutu)

3.3.4.1. Penentuan bilangan asam (Ketaren, 1986)

Penentuan bilangan asam ditentukan dengan cara menimbang 20 gram biodiesel ke dalam erlenmeyer 250 ml dan homogenkan dengan memanaskan pada suhu 60°C. Kemudian tambahkan 50 ml iso propil alkohol panas (temperatur 50°C -60°C) ke dalam erlenmeyer tersebut. Aduk dan tambahkan 2-3 tetes indikator phenolphthalein dan goyangkan hingga larut. Setelah itu titrasi dengan larutan KOH 0,1 N (yang telah distandarisasi) sampai timbul warna merah muda atau pink. Catat volume titran yang terpakai (V ml).

Bilangan asam dihitung dengan rumus:

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N \text{ mg KOH}}{m \text{ (gr)}}$$

Keterangan :

V = volume larutan KOH yang terpakai pada titrasi (ml)

N = normalitas ekstrak larutan KOH

m = berat sampel biodiesel (gr)

3.3.4.2. Penentuan kandungan air (Ketaren, 1986)

Kandungan air biodiesel ditentukan dengan cara membersihkan cawan porselen dan keringkan dalam oven pada temperatur 105°C minimal 30 menit. Dinginkan dalam desikator lalu ditimbang sampai konstan. Kemudian timbang dengan teliti biodiesel sebanyak 5 gram, tempatkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Angkat dan dinginkan dalam desikator pada suhu kamar lalu timbang. Perlakuan ini diulangi hingga berat yang diperoleh konstan.

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

Keterangan, a = berat cawan porselen dan sampel sebelum pemanasan (gr)

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

3.3.4.3. Penentuan massa jenis (Silaban, 1993)

Penentuan massa jenis dilakukan dengan cara menimbang piknometer yang telah dibersihkan dan dikeringkan. Kemudian isi piknometer dengan air hingga meluap dan tidak ada gelembung udara. Setelah ditutup, piknometer direndam di dalam bak air bersuhu 40°C dan biarkan pada suhu konstan selama 30 menit. Piknometer diangkat dari air dan keringkan, kemudian piknometer dengan isinya

ditimbang. Berat air adalah selisih berat piknometer dengan isinya dikurangi berat piknometer kosong. Perlakuan tersebut diulangi untuk menentukan massa jenis biodiesel.

Massa jenis dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Massa jenis} = \frac{(\text{berat pikno dan sampel}) - (\text{berat pikno kosong})}{\text{Volume air pada } 40^{\circ}\text{C (ml)}}$$

3.3.4.4. Penentuan viskositas (Silaban, 1993)

Penentuan viskositas dilakukan dengan cara menyiapkan rangkaian alat viskometer dengan lengkap. Alat viskometer dibersihkan dengan menggunakan aseton. Sampel lalu diisap dengan pompa isap sampai tanda batas garis yang tertera pada tabung. Biarkan sampel mengalir sampai tanda batas garis lainnya yang tertera pada tabung. Waktu alir yang diperlukan untuk mencapai batas garis lainnya dicatat.

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.

Viskositas dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

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

3.3.4.5. Penentuan titik nyala (*Flash Point*) (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.

3.3.5. Uji Kemurnian biodiesel terhadap CPO

3.3.5.1. Uji kemurnian dengan plat KLT (Sastrohamidjojo, 2007)

Uji kemurnian biodiesel dilakukan dengan cara menjenuhkan chamber yang telah diisi dengan fase gerak/eluen (4 ml etil asetat dan 1 ml metanol). Larutkan sampel dan biodiesel dengan iso propil alkohol (IPA). Kemudian, pada plat KLT ditotolkan sampel dan biodiesel dengan pipa kapiler. Plat KLT yang mengandung cuplikan dimasukkan ke dalam chamber, bagian yang mengandung cuplikan dicelupkan dalam fase gerak, noda jangan sampai tercelup dalam fase gerak. Setelah fase gerak naik sampai ujung atas lapisan, plat KLT dikeluarkan dari dalam chamber, biarkan kering di udara dan noda-nodanya diberi tanda. Kemudian tentukan harga R_f .