

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Jenis, Waktu dan Lokasi Penelitian

Jenis penelitian ini merupakan penelitian eksperimen atau percobaan (*experimental analitik*) merupakan suatu metode penelitian dengan melakukan kegiatan percobaan (*experiment*), yang bertujuan untuk mengetahui gejala atau pengaruh yang timbul, sebagai akibat dari adanya perlakuan tertentu atau eksperimen tersebut (Rosidah, 2016).

Penelitian ini dilaksanakan pada Laboratorium Kimia Kesehatan Provinsi NTT Kupang untuk produksi biodiesel, sedangkan analisa XRD dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral Material Maju Universitas Malang. Waktu penelitian dilakukan mulai tanggal 26 September-31 Oktober 2019.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: ampas tahu, asam sulfat pekat jenis *Merck*, natrium hidroksida 0,1 N, asam oksalat, metanol jenis *Merck*, kertas saring, aquades, cangkang telur ayam, indikator phenolftalein (PP), n-heksan jenis *Merck*, alkohol 95 %.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut neraca analitik, pemanas elektrik, pengayak ukuran 100 mesh, oven, gelas kimia, pipet tetes, pipet volum, termometer, corong pemisah, rangkaian alat titrasi, Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi adalah XRD.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam

Limbah cangkang telur ayam dibersihkan, dihaluskan dengan mortar dan alu, diayak dengan ayakan 100 mesh, dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 24 jam. Serbuk cangkang telur ayam dikalsinasi dengan *muffle furnace* pada suhu 1000 °C selama 1 jam, lalu didinginkan dan disimpan dalam desikator agar tetap kering. Kemudian katalis CaO dikarakterisasi dengan XRD di Laboratorium Sentral Mineral Material Maju Universitas Malang.

3.3.2 Produksi Biodiesel dari Minyak Ampas Tahu dengan Katalis CaO Berbahan Dasar Cangkang Telur Ayam

3.3.2.1 Pengambilan Minyak

Sampel yang digunakan adalah limbah ampas tahu yang sudah dipisahkan dari limbah cair tahu dengan saringan kemudian dipanaskan dengan oven pada suhu 105 °C selama 5 jam. Limbah ampas tahu sebanyak 900 gram diekstrak dengan metode maserasi dengan solven n-heksan selama 3 hari. Minyak dipisahkan dari solven dengan cara dianginkan. Ekstraksi dihentikan ketika cairan agak pekat. Kemudian disaring dengan tujuan untuk memperoleh minyak murni.

3.3.2.2 Esterifikasi

Minyak ampas tahu yang dihasilkan, sebelumnya dilakukan uji pendahuluan untuk mengetahui kadar FFA yang terkandung dalam minyak ampas tahu. Bila kadar FFA melebihi $> 0,5 \%$ maka dilakukan proses esterifikasi terhadap minyak ampas tahu dan bila $\leq 0,5 \%$, maka minyak ampas tahu langsung dilanjutkan dengan tahap

transesterifikasi. Proses esterifikasi dilakukan sebanyak 2 kali dengan prosedur yang sama dan pada proses pengerjaan ke-2 konsentrasi yang digunakan berbeda.

Berdasarkan hasil pengujian pendahuluan terhadap minyak ampas tahu diperoleh kadar FFA adalah 2,52 %, maka minyak ampas tahu diesterifikasi. Minyak ampas tahu sebanyak 43,02 gram dituangkan ke dalam labu dan dipanaskan hingga suhu 60 °C dengan bantuan magnetik stirer. Dalam wadah terpisah, dipanaskan metanol sebanyak 6:1 terhadap minyak dan 1 % b/b asam sulfat pekat terhadap minyak. Kedua wadah dicampurkan setelah mencapai suhu 60 °C. Reaksi dilakukan pada suhu 60 °C selama 3 jam. Labu reaksi disambungkan dengan kondensor yang sudah dilengkapi dengan termometer dan dipanaskan di atas hotplate dengan bantuan magnetik stirer. Pemisahan dilakukan setelah hasil reaksi didiamkan selama 11 jam dalam corong pisah. Bagian atas diambil dan dicuci dengan air hangat kemudian diovenkan dengan suhu 105 °C selama 30 menit. Setelah itu, kadar FFA diukur lagi. Kemudian dilakukan esterifikasi ke-2 dengan menggunakan minyak hasil esterifikasi pertama. Prosedur kerja yang digunakan juga sama dengan esterifikasi pertama namun konsentrasi minyak yang digunakan adalah 10 gram.

3.3.2.3 Transesterifikasi

Tahap transesterifikasi juga dilakukan sebanyak 2 kali dengan prosedur yang sama sedangkan konsentrasi minyak yang digunakan pada transesterifikasi ke-2 berbeda dengan pengerjaan transesterifikasi pertama. Konsentrasi minyak transesterifikasi pertama yang digunakan sebesar 5 gram sedangkan minyak yang

digunakan pada transesterifikasi ke-2 adalah minyak hasil transesterifikasi pertama dengan konsentrasi 3 gram untuk setiap penambahan katalis CaO 2 % dan 3 %.

Ditimbang minyak hasil esterifikasi pertama sebanyak 5 gram dan ditempatkan dalam labu transesterifikasi, dipanaskan di atas hot plate dengan bantuan magnetik stirer. Kemudian secara terpisah, dipanaskan campuran metanol sebanyak 9:1 terhadap minyak dan katalis 2 % b/b terhadap minyak. Kedua labu dicampurkan ketika mencapai suhu 60 °C. Labu transesterifikasi disambungkan dengan kondensor yang sudah dilengkapi dengan termometer dan reaksi dilakukan selama 2 jam. Diulang prosedur yang sama dengan menggantikan kadar katalis menjadi 3 % b/b terhadap minyak. Hasil reaksi dipindahkan ke dalam corong pisah lalu dibiarkan selama 2 jam hingga terbentuk 3 lapisan. Lapisan atas terdiri dari metanol yang tidak bereaksi, metil ester, dan trigliserida yang tidak bereaksi, lapisan tengah yaitu gliserol, dan lapisan bawah terdiri dari campuran CaO padat dan sejumlah kecil gliserol. Lapisan atas diambil dan dicuci dengan air hangat kemudian diuapkan dengan hot plate dengan suhu 105 °C selama 15 menit. Kemudian ditimbang metil ester yang diperoleh untuk mengetahui rendemen yang dihasilkan dengan rumus:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat metil ester (gram)}}{\text{Berat sampel (gram)}} \times 100 \%$$

3.3.2.4 Uji Kualitatif Biodiesel

Ditimbang minyak hasil transesterifikasi sebanyak 0,5 gram dan dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambahkan aquades sebanyak 0,5 gram. Kemudian

diamati dan fasa atas dipisahkan. Fasa atas kemudian dicampur dengan metanol sebanyak 1:9. Kemudian diamati dan dibuat kesimpulan.

3.4 Uji Karakteristik Biodiesel

3.4.1 Uji Kadar FFA

Uji FFA dilakukan dengan metode titrasi. Prosedur yang ditempuh untuk mengetahui kadar FFA dalam biodiesel adalah biodiesel sebanyak 1 gram, ditambahkan 10 mL metanol dan ditambahkan 4 tetes *phenolphthalein* (pp). Dititrasi dengan NaOH hasil standarisasi sampai terbentuk warna merah jambu.

Rumus untuk menghitung kadar FFA adalah:

$$\% \text{ FFA} = \frac{d \times N \times \text{BML} \times 100}{g \times 1000}$$

Keterangan: d : Volume NaOH (mL)

N : Normalitas NaOH

BML : Berat molekul asam linoleat (gr/mol)

g : Berat sampel (gram)

3.4.2 Uji Kadar Air

Pengujian kadar air dilakukan dengan metode oven. Prosedur awal dilakukan dengan penentuan berat cawan porselin yang telah dipanaskan pada suhu 105 °C selama 30 menit, lalu didinginkan dengan desikator selama 15 menit. Ditambahkan biodiesel sebanyak 0,5 gram kemudian dipanaskan dengan oven pada suhu 105 °C selama 30 menit. Kemudian cawan porselin didinginkan dalam desikator selama 15

menit, lalu ditimbang untuk memperoleh berat akhir gelas. Rumus perhitungan kadar air dapat dilakukan dengan:

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{B_2 - B_1}{B_0} \times 100 \%$$

Keterangan:

B_0 = Berat sampel dan berat cawan (gram)

B_1 = Berat sampel dan cawan setelah dipanaskan dipanaskan (gram)

B_2 = Berat sampel dan cawan sebelum dipanaskan (gram)