

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu.

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Kimia, Laboratorium Pengendalian Pencemaran Prodi Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan, Politeknik Negeri Cilacap pada bulan Juli 2022 sampai bulan Agustus 2023. Analisis biodiesel dilakukan di Laboratorium Kimia Lingkungan Prodi Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan, Jurusan Rekayasa Mesin dan Industri Pertanian Politeknik Negeri Cilacap.

3.2 Alat dan Bahan.

3.2.1 Alat dan Bahan untuk Pembuatan Biodiesel.

Alat dan bahan yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dan analisis biodiesel ditunjukkan pada tabel 3.1 dan tabel 3.2.

Tabel 3. 1 Alat dalam pembuatan biodiesel.

Gelas Beaker	Labu Erlenmeyer
<i>Magnetic Strirer</i>	Corong pemisah
<i>Hot Plate</i>	Pipet Tetes
Neraca Analitik	Corong
Spatula	Termometer
Gelas ukur	Corong Pisah
Kaca Arloji	Pengaduk

Tabel 3. 2 Bahan dalam pembuatan biodiesel.

Minyak Jelantah	Metanol 99%
<i>Aquadest</i>	H ₃ PO ₄ 1%
KOH 0,5% dan 1%	Aluminium Foil
H ₂ SO ₄ 0,5% dan 1%	

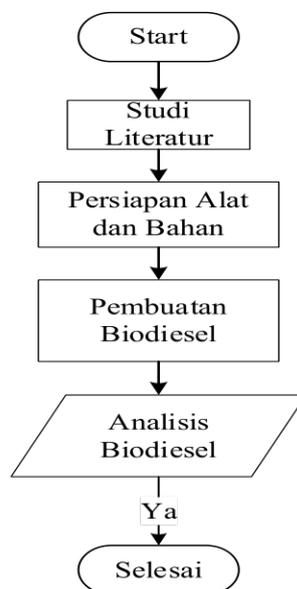
Tabel 3. 3 Alat dalam analisis biodiesel.

Piknometer	Erlenmeyer
<i>Viscometer kinematik</i>	Tembaga
Oven	Statif dan klem
Buret	Amplas
Gelas Ukur	

Tabel 3. 4 Bahan dalam analisis biodiesel.

Indikator PP serbuk	Isopropil Alkohol Pa
KOH Pa	Toluena Pa
<i>Aquadest</i>	Ba(OH) ₂
<i>Tissue</i>	Metanol

3.3 Prosedur Penelitian



Gambar 3. 1 *Flowchart* penelitian biodiesel secara umum.

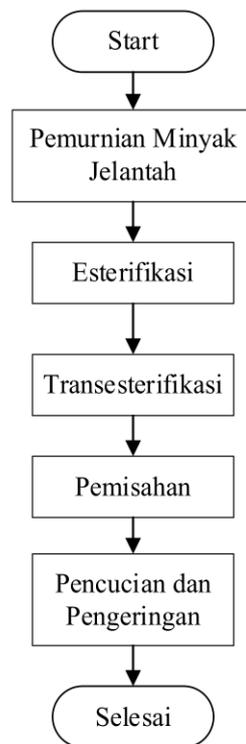
Rincian penjelasan dari *flowchart* penelitian biodiesel secara umum dijelaskan sebagai berikut :

3.3.1 Persiapan Alat dan Bahan

Bahan utama dalam penelitian ini adalah minyak jelantah. Minyak jelantah didapatkan dari pedagang gorengan sekitar Kelurahan Sidanegara, Cilacap Tengah, Jawa Tengah. Bahan lain yang dibutuhkan yaitu asam fosfat (H_3PO_4), kalium hidroksida (KOH), asam sulfat (H_2SO_4) dan metanol yang telah dijelaskan pada tabel 3.1.

3.3.2 Pembuatan Biodiesel

Proses pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan beberapa tahapan yang ditunjukkan pada gambar 3.2.



Gambar 3. 2 *Flowchart* pembuatan biodiesel dari minyak jelantah.

Rincian penjelasan dari *flowchart* pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dijelaskan sebagai berikut:

a) **Pemurnian Minyak Jelantah**

Penelitian ini menggunakan tiga variabel bahan baku yang berupa minyak jelantah tanpa pemurnian, proses *degumming* dan minyak jelantah yang dimurnikan terlebih dahulu menggunakan biadsorben cangkang telur. Minyak jelantah sebelum digunakan terlebih dahulu dilakukan proses *degumming*. Proses

degumming mengacu pada penelitian Pratiwi & Prihatiningtyas, (2016) dengan perbedaan variasi konsentrasi asam fosfat, suhu dan waktu pengadukan. Proses *degumming* dilakukan untuk memisahkan minyak dan kotoran yang berupa gum, fosfolipid, protein dan lain-lain. Dalam proses ini minyak jelantah sebanyak 300 ml dipanaskan pada suhu 50°C, kemudian ditambahkan asam fosfat 1% dari berat minyak dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada 250 rpm selama 1 jam. Kemudian minyak di masukkan menggunakan corong pisah dan diamkan selama 24 jam selanjutnya dipisahkan. Pada minyak jelantah yang dimurnikan terlebih dahulu menggunakan biadsorben CaO cangkang telur, sehingga penelitian ini tidak berfokus pada pemurnian minyak jelantah menggunakan bioadsorben cangkang telur.

b) Esterifikasi

Minyak jelantah yang sudah dimurnikan, proses *degumming* dan tanpa pemurnian, selanjutnya dilakukan proses esterifikasi. Proses esterifikasi mengacu pada penelitian Efendi dkk., (2018) dengan perbedaan variasi konsentrasi katalis serta perbandingan metanol dan minyak jelantah. Pada proses ini, minyak direaksikan dengan metanol dengan perbandingan 5:1 (v:v). Larutan dihomogenkan dengan menggunakan magnetic stirrer pada 300 rpm. Selanjutnya ditambahkan katalis H₂SO₄ sebanyak 0,5 % dan 1% (%v/v) dari jumlah volume minyak pada suhu 60°C selama 1 jam. Kemudian, minyak di endapkan selama 24 jam. Setelah diendapkan akan dihasilkan 2 lapisan, yakni lapisan alkil ester (biodiesel) dan juga zat sisa. Kemudian pisahkan alkil ester (biodiesel) dari zat sisa, lalu gunakan untuk proses selanjutnya.

c) Proses Transesterifikasi

Proses transesterifikasi mengacu pada Efendi dkk., (2018) dengan perbedaan variasi katalis serta perbandingan metanol dan hasil esterifikasi. Proses transesterifikasi dilakukan dengan melarutkan KOH kedalam pelarut metanol 99%. Konsentrasi KOH yang dibuat didalam metanol berupa 0,5% dan 1% (%m/v). Larutan yang telah dibuat dimasukkan kedalam minyak hasil esterifikasi

dengan perbandingan 2,5:1 (v/v). Proses pengadukkan dilakukan selama 1 jam pada suhu 60°C dan kemudian diendapkan selama 24 jam. Pengendapan dilakukan menggunakan labu pisah, hasil yang didapatkan berupa 2 lapisan yakni alkil ester (biodiesel) murni pada bagian atas dan gliserol pada bagian bawah.

d) Pencucian dan Pengeringan

Proses pencucian dan pengeringan mengacu pada penelitian (Hadrah dkk., 2018) dengan perbedaan pencucian biodiesel tidak menambahkan asam asetat dan waktu pencucian. Biodiesel dicuci dengan aquades hangat dengan perbandingan 1:1. Kemudian diaduk sampe biodiesel tercampur dengan aquades. Lalu diamkan sampai terjadi pemisahan dua lapisan yaitu lapisan atas (biodiesel) dan lapisan bawah (air dan sisa-sisa pengotor). Pisahkan biodisel dengan pengotornya. Lakukan proses pencucian hingga pH biodiesel netral (6-8). Panaskan biodiesel sampai warnanya menjadi bening dan airnya hilang.

Tabel 3. 5 Variasi Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah.

Minyak Jelantah	Esterifikasi (H₂SO₄)	Transesterifikasi (KOH)	Simbol
Tanpa Pemurnian	0,5%	0,5%	A11
		1%	A12
	1%	0,5%	A21
		1%	A22
Pemurnian Menggunakan Proses <i>Degumming</i>	0,5%	0,5%	B11
		1%	B12
	1%	0,5%	B21
		1%	B22
Pemurnian Menggunakan Bioadsorben CaO	0,5%	0,5%	C11
		1%	C12
	1%	0,5%	C21
		1%	C22

3.4 Metode Analisis Data

3.4.1 Analisis Karakteristik Biodiesel

Biodiesel yang sudah didapatkan selanjutnya di uji karakteristiknya. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kualitas biodiesel dari minyak jelantah. Adapun pengujian karakteristik biodiesel yang dilakukan meliputi analisa persen rendemen, analisa densitas, analisa viskositas, analisa angka asam, analisa kadar air dan sedimen, analisa korosi lempeng tembaga dan analisis gugus fungsi.

a. Analisis Rendemen

Analisis rendemen biodiesel mengacu pada Singh dkk., (2019). Persen rendemen didapatkan dari jumlah atau volume produk biodiesel yang didapatkan dibandingkan dengan jumlah atau volume bahan baku biodiesel berupa minyak jelantah yang digunakan didalam pembuatan biodiesel. Perhitungan persen rendemen dapat dilihat pada persamaan 3.1.

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{volume produk}}{\text{volume bahan baku}} \times 100\% \quad (3.1)$$

b. Analisa Densitas

Analisis densitas biodiesel mengacu pada penelitian Hanafie dkk., (2017). Analisis densitas biodiesel dilakukan dengan cara menimbang piknometer yang telah bersih dan kering. Kemudian, piknometer kosong diisi dengan biodiesel sampai penuh dan ditutup. Keringkan bagian luar piknometer dengan *tissue*. Selanjutnya piknometer yang berisi biodiesel ditimbang dan hitung masa jenisnya. Cara mengukur densitas dengan piknometer dapat dilihat pada persamaan 3.2.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3.2)$$

Keterangan :

ρ = densitas zat cair (gr/ml)

m = massa zat cair (gram)

v = volume piknometer (ml)

c. Analisa Viskositas

Analisis viskositas biodiesel mengacu pada penelitian SNI 7182:2015. Analisis viskositas biodiesel menggunakan alat viscometer kinematik. Pengujian dilakukan dengan memasukkan sampel yang akan diuji kedalam tube viskometer kinematik. Hidupkan alat viskometer kinematik dan baca hasil perhitungan di layar viskometer kinematik.

d. Analisa Angka Asam

Analisis angka asam biodiesel mengacu pada SNI 7182:2015. Analisis angka asam dilakukan dengan menambahkan larutan indikator PP ke dalam pelarut (isopropil alkohol dan toluena dengan perbandingan volume yang sama) dalam jumlah yang diperlukan dengan rasio 2 ml untuk 125 ml dan netralkan dengan alkali sampai terbentuk warna merah muda yang tipis tetapi permanen. Timbang dalam jumlah tertentu biodiesel lalu kocok dengan baik, masukkan kedalam labu erlenmeyer. Tambahkan 125 ml campuran pelarut yang telah dinetralsir. Yakinkan bahwa biodiesel larut sempurna sebelum titrasi. Goyangkan biodiesel dengan kuat pada saat titrasi menggunakan standar alkali sampai terbentuk warna pink pertama kali dengan intensitas yang sama seperti pelarut yang dinetralsir sebelum ditambahkan ke biodiesel. Warna harus bertahan selama 30 detik. Adapun angka asam dapat dilihat pada persamaan 3.3.

$$\text{Total Angka Asam} = \frac{(A - B) \times N \times 56,1}{W} \quad (3.3)$$

Keterangan :

A = volume alkali standar yang digunakan dalam titrasi, dinyatakan dalam mililiter (ml).

B = volume alkali standar yang digunakan dalam titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (ml).

N = konsentrasi alkali standar, dinyatakan dalam normalitas (N).

W = berat percontoh, dinyatakan dalam miligram (mg).

e. Analisa Kadar Air

Analisa kadar air biodiesel berupa panaskan kurs porselen kosong dalam oven pada suhu $(130\pm 1)^{\circ}\text{C}$ selama kurang lebih 30 menit dan dinginkan dalam desikator, kemudian timbang dengan neraca analitik. Masukkan 5 gram sampel ke dalam kurs porselen, kemudian timbang dengan neraca analitik. Panaskan kurs porselen yang berisi sampel tersebut dalam keadaan terbuka dengan meletakkan tutupnya disamping kurs porselen didalam oven pada suhu $(130\pm 1)^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit. Setelah suhu oven $(130\pm 1)^{\circ}\text{C}$ pindahkan kedalam desikator, kemudian timbang dengan neraca analitik. Lakukan penimbangan berulang hingga didapatkan berat konstan. Kadar air biodiesel dapat dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{w1 - w2}{w1 - w0} \times 100\% \quad (3.4)$$

Keterangan :

$w1$ = berat kurs kosong, tutupnya dan sampel sebelum dikeringkan (gr).

$w2$ = berat kurs kosong, tutupnya dan sampel setelah dikeringkan (gr).

$w0$ = berat kurs kosong dan tutupnya (gr).

f. Analisa Uji Laju Korosi Lempeng Tembaga

Uji laju korosi pada logam mengacu pada penelitian Akbar, (2019). Logam dibersihkan menggunakan amplas. Bilas logam menggunakan alkohol, lalu bilas dengan aquadest, keringkan kemudian ditimbang. Berat logam setelah pembersihan ditandai dengan W_o . Wadah sebagai tempat uji disiapkan dan diberi label. Media cair yang akan digunakan ialah biodiesel. Masing-masing variasi biodiesel dimasukan pada botol sampel yang sudah diberi label berdasarkan konsentrasi. Pada masing-masing wadah dimasukan logam yang telah dibersihkan dan sudah diketahui nilai W_o . Kemudian lakukan perendaman logam selama 7 hari, dimana tiap harinya logam diangkat kemudian dicuci dengan aquadest, dikeringkan, dan ditimbang. Berat logam setelah proses perendaman ditandai dengan W_f . Nilai laju korosi dapat diketahui dengan menggunakan persamaan 3.6.

$$R = (W_o - W_f)/(A \times t) \quad (3.5)$$

Keterangan:

R = laju korosi ($\text{gr}/\text{cm}^2\cdot\text{hari}$)

W_o = berat besi sebelum perendaman (gr)

W_f = berat besi setelah perendaman (gr)

A = luas permukaan logam (cm^2)

t = waktu (hari)

g. Analisa Gugus Fungsi

Analisis gugus fungsi menggunakan alat FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) mengacu pada penelitian Hikmawan (2022). Cara analisis gugus fungsi bioadsorben dari cangkang telur ayam ras menggunakan FTIR yaitu dengan menyalakan perangkat FTIR dan komputer, masuk pada software FTIR, Klik kiri opsi “*Measure*” kemudian pilih “*Measurement*” lalu “*initialize*”. Tunggu hingga muncul tiga icon status berwarna hijau pada sebelah kanan layar, letakan bioadsorben pada alat FTIR dan software akan membacanya.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel penelitian adalah sebuah atribut dari objek yang akan diteliti dimana setiap objek memiliki variasi tertentu antara satu dan lainnya yang telah ditentukan oleh peneliti (Nikmatur, 2017). Variabel yang digunakan dalam penelitian ini antara lain sebagai berikut :

a. Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel atau data yang mempengaruhi (Sembiring, 2019). Variabel bebas dalam penelitian ini adalah

- Variasi perlakuan bahan baku berupa minyak jelantah tanpa pemurnian, minyak jelantah dengan pemurnian menggunakan proses *degumming*, dan minyak jelantah dengan pemurnian menggunakan bioadsorben.
- Konsentrasi katalis H_2SO_4 0,5 % dan 1% pada proses esterifikasi,
- Konsentrasi katalis KOH 0,5 % dan 1% pada proses transesterifikasi.

b. Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel atau data yang dipengaruhi (Sembiring, 2019). Variabel terikat dalam penelitian ini adalah densitas, viskositas, angka setana, korosi lempeng tembaga, kadar air dan sedimen, angka asam dan gliserol total.

c. Variabel tetap

Variabel tetap merupakan variabel yang menetap dan tidak berubah (Nabila dkk., 2022). Variabel tetap dalam penelitian ini adalah suhu, pengadukan, waktu, dan aquades pada proses pencucian.