

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan selama 6 bulan dari bulan Februari sampai dengan Agustus 2011 di laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia

Pengujian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung dan Laboratorium Analisis Kimia, Laboratorium Kimia UNPAD Bandung.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat-alat gelas, pemanas listrik, dan satu set alat refluks .

Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan instrument *Fourier Transform Infrared (FTIR)* Shimadzu 8400, *X-ray Diffraction (XRD)* dan GC-MS.

##### 3.2.2 Bahan

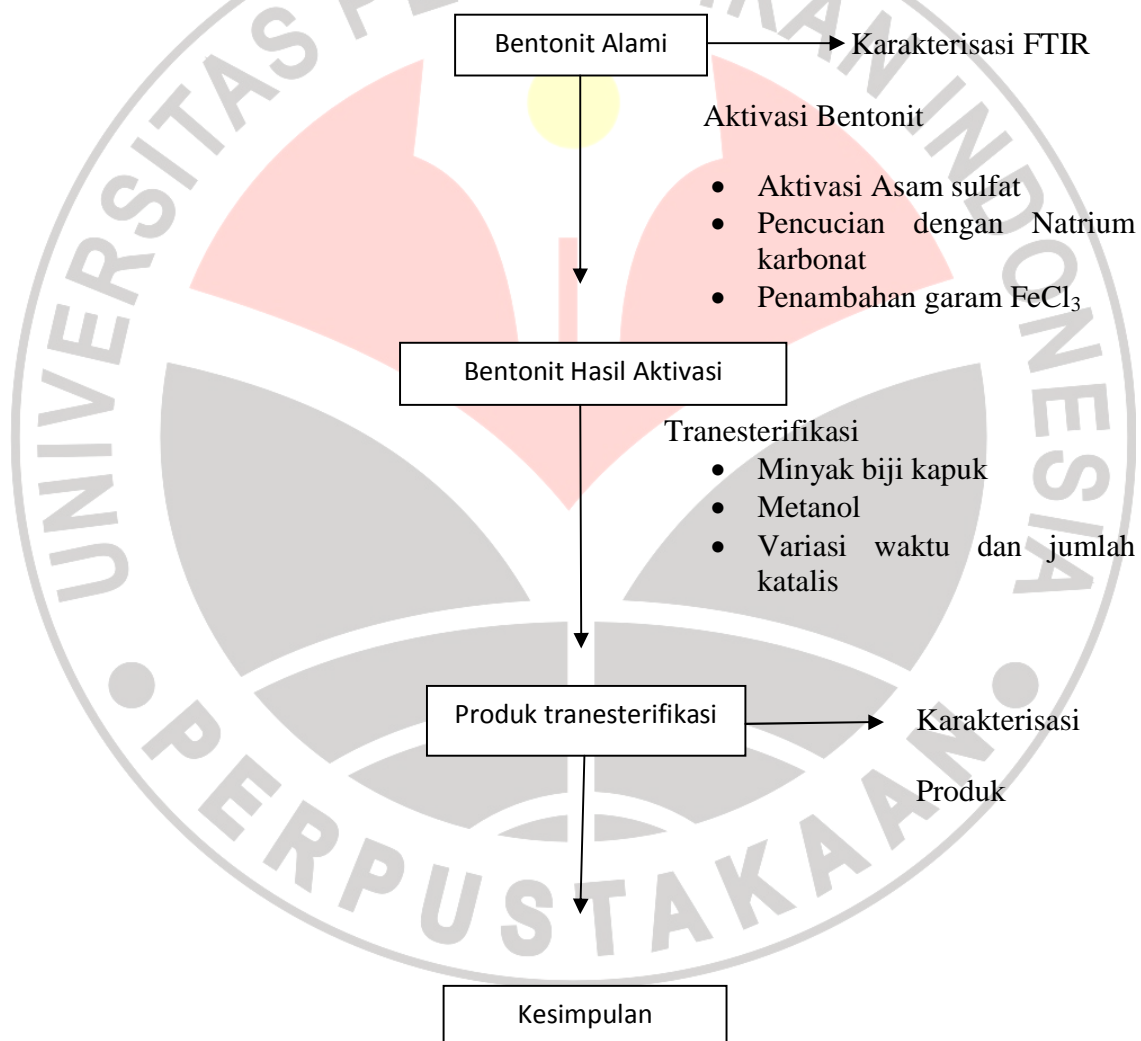
Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak biji kapuk, Bentonit, Asam Sulfat 2 N *Pro analysis (merk)*, metanol teknis, aquades, garam  $\text{FeCl}_3$ , Natrium karbonat.

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan melalui beberapa tahapan yaitu:

- Aktivasi bentonit.
- Karakterisasi bentonit teraktivasi.
- Transesterifikasi minyak biji kapuk dengan katalis bentonit  $\text{FeCl}_3$ .

Adapun metode penelitian tersebut diuraikan dalam bagan alir berikut ini:



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

### **3.4 Tahapan Penelitian**

#### **3.4.1 Aktivasi Bentonit**

Sebanyak 100 gram bentonit di aktivasi dengan 300 mL asam sulfat 2 N selama 2 jam . bentonit hasil aktivasi asam di saring, selanjutnya di cuci dengan larutan natrium karbonat selama 20 menit, bentonit hasil pencucian kemudian di tambahkan larutan garam  $\text{FeCl}_3$  dalam HCl dengan konsentrasi 10 % dengan waktu pengadukan selama 20 menit. Bentonit hasil aktivasi kemudian di cuci dengan aquades, disaring dengan kertas saring dan dikeringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu  $120^\circ\text{C}$ . Bentonit teraktivasi di uji dengan menggunakan XRD.

#### **3.4.2 Proses Transesterifikasi minyak biji kapuk dengan katalis Bentonit $\text{FeCl}_3$ .**

##### **3.4.2.1 Optimasi waktu optimasi 1 jam dengan katalis bentonit 0,5 gram**

Sebanyak 20 gram minyak biji kapuk di masukan kedalam labu dasar bulat yang kemudian di panaskan sambil di stirer hingga suhu mencapai  $60^\circ\text{C}$ , Bentonit di timbang sebanyak 1 gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 ml metanol hingga melarut sempurna, selanjutnya larutan katalis tersebut dimasukan kedalam labu dasar bulat yang berisi minyak biji kapuk dengan suhu  $60^\circ\text{C}$ . Kemudian campuran tersebut di refluk selama 1 jam hingga transesterifikasi berlangsung sempurna.

Hasil refluks selama 1 jam di pindahkan kedalam corong pisah hinggaa terbentuk 2 lapisan, Kemudian melakukan pemisahan antara lapisan metil ester dan gliserol adapun

lapisan metil ester tersebut masih harus diuapkan untuk menghilangkan metanol hingga menghasilkan metil ester yang diinginkan. Selanjutnya lakukan proses transesterifikasi dengan variasi waktu waktu selama 1,5 jam dan 2 jam.

#### **3.4.2.2 Optimasi jumlah katalis bentonit 0,5 gram**

Sebanyak 20 gram minyak biji kapuk di masukan kedalam labu dasar bulat yang kemudian di panaskan sambil di stirer hingga suhu mencapai  $60^{\circ}\text{C}$ , Bentonit di timbang sebanyak 0,5 gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL metanol hingga melarut sempurna, selanjutnya larutan katalis tersebut dimasukan kedalam labu dasar bulat yang berisi minyak biji kapuk dengan suhu  $60^{\circ}\text{C}$ . Kemudian campuran tersebut di refluk selama 1 jam hingga transesterifikasi berlangsung sempurna.

Hasil refluks selama 1,5 jam di pindahkan kedalam corong pisah hingga terbentuk 2 lapisan, Kemudian melakukan pemisahan antara lapisan metil ester dan gliserol adapun lapisan metil ester tersebut masih harus diuapkan untuk menghilangkan metanol hingga menghasilkan metil ester yang diinginkan.

Selanjutnya lakukan proses transesterifikasi dengan variasi jumlah katalis 1 gram, 1,5 gram dan 2 gram.

#### **3.4.3 Karakterisasi Bentonit dan Minyak Biji kapuk.**

##### **3.4.3.1 Karakterisasi Bentonit**

- Analisis mineral dasar

Di lakukan untuk menganalisis kandungan mineral dasar dalam bentonit dengan menggunakan metode XRD (X-Ray difraction)

- Analisis Gugus Fungsi.

Dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat di dalam bentonit yang teraktivasi dengan menggunakan FT-IR Shimadzu 8400.

### 3.4.3.2 Karakterisasi Minyak Biji Kapuk

- Analisis Gugus Fungsi

Dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat di dalam minyak biji kapuk yang berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan metil ester dengan menggunakan FT-IR Shimadzu 8400

## 3.5 Teknik Pengolahan Data

Pengumpulan data di lapangan dilakukan dengan melihat randemen metil ester yang di peroleh dalam proses transesterifikasi.

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa produk}}{\text{massa biji kapuk}} \times 100$$

Dimana randemen ini bertujuan untuk mengetahui kinerja katalis bentonit yang teraktivasi  $\text{FeCl}_3$  dalam proses transesterifikasi untuk menghasilkan metil ester dengan menggunakan bahan dasar minyak biji kapuk.

## 3.6 Analisis Data

Teknik analisis data penelitian ini meliputi : jenis mineral bentonit dari data XRD, Komposisi kimia bentonit, gugus fungsi dalam bentonit dan dalam minyak biji kapuk dari data FTIR, Komponen dalam Hasil metil ester yang di peroleh dari proses transesterifikasi yang di peroleh dari data GC-MS dan optimasi yang terjadi dalam transesterifikasi dengan katalis padat untuk menghasilkan randemen metil ester yang cukup banyak.