

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Riset Kimia UPI dan laboratorium Kimia Instrumen. Waktu penelitian berlangsung dari 26 November 2012-19 Desember 2012.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

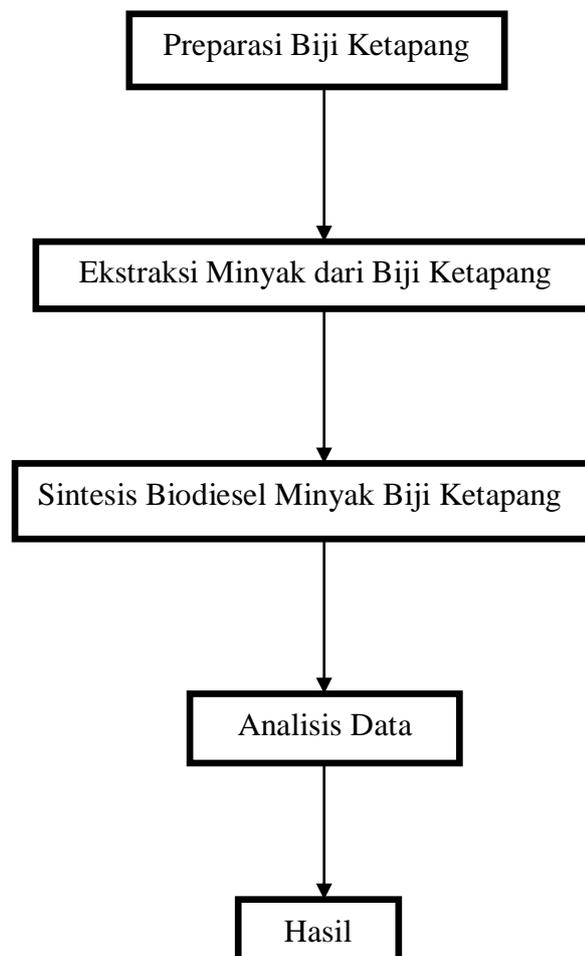
Peralatan yang digunakan terdiri dari satu set alat Soxhlet, oven, labu leher tiga, pendingin spiral dan bola, corong pisah 250 ml, gelas ukur 25 ml dan 250 ml, gelas kimia 50 ml dan 250 ml, batang pengaduk, batu didih, *magnetic stirrer*, corong, *blender*, *watch glass*, termometer, satu set statif klem, selang, rak corong pisah, dan pemanas.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji ketapang yang sudah matang, pelarut n-heksan, NaOH, metanol teknis, dan aquades.

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian yang dilakukan terdiri dari tiga tahap, seperti diperlihatkan dalam bagan di bawah ini:



Gambar 3.1 Tahapan Proses Penelitian

Pada tahap pertama ini dilakukan preparasi sampel. Pertama-tama biji buah ketapang ditimbang dan dikeringkan dibawah sinar matahari selama empat hari serta dipanaskan di dalam oven pada suhu 40°C selama

Nadia Aliyya Sujinah, 2014

*Sintesis Biodiesel (Metil Ester) Dari Minyak Biji Ketapang (Terminalia Catappa L)*

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

6 jam, sampai berat konstan. Setelah kering biji ketapang tersebut digiling sampai berbentuk serbuk kasar.

Setelah preparasi sampel selesai, tahap selanjutnya adalah proses ekstraksi minyak. Disini serbuk biji ketapang diekstraksi dengan alat soxhlet menggunakan pelarut n-heksan. Proses ini dilakukan selama tujuh jam. Hasil ekstraksi kemudian dipisahkan dari pelarutnya dengan cara didiamkan di dalam lemari asam sampai pelarutnya hilang.

Tahap terakhir adalah sintesis biodiesel. Mula-mula ke dalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan termometer dan pendingin spiral, dimasukkan NaOH dalam metanol dan minyak biji ketapang (minyak: metanol: NaOH = 1: 12: 0,21). Campuran reaksi diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 63°C selama 2 jam. Setelah reaksi selesai, campuran reaksi didinginkan pada suhu kamar lalu dituangkan ke dalam labu corong pisah dan didiamkan sampai terjadi pemisahan.

Setelah terpisah, tahap selanjutnya adalah analisis data yang dilakukan menggunakan alat GCMS dengan mengambil lapisan atasnya untuk dianalisis. GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectroscopy*) merupakan suatu teknik pemisahan senyawa yang didasarkan pada distribusi antara dua fase (fase diam dan fase gerak). Kromatografi Gas dapat digunakan untuk analisis asam lemak, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Identifikasi dan penentuan kualitatif kuantitatif asam lemak didasarkan pada kromatogram yang diperoleh. Asam lemak yang beratom C sedikit akan muncul terlebih dahulu, diikuti oleh asam-asam lemak dengan jumlah atom C yang lebih besar secara berurutan. Apabila mengandung ikatan rangkap, satu ikatan rangkap akan keluar lebih awal, baru kemudian diikuti dengan jumlah ikatan rangkapnya lebih banyak. Sebagai pembanding digunakan eksternal asam-asam lemak berbentuk metil ester yang telah diketahui, sesuai dari jenis fase diam dan fase

geraknya. Hasil dari kromatografi gas (KG) dinyatakan dengan parameter waktu retensi (Rt) yaitu waktu yang digunakan untuk melulusi komponen cuplikan sampai menghasilkan kromatogram (Sastrohamidjojo, 1985).

### 3.4 Pengolahan Data

Dalam menghitung randemen minyak dari biji ketapang, digunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Randemen minyak} = \frac{\text{berat minyak biji ketapang}}{\text{berat biji ketapang}} \times 100 \%$$

Sedangkan untuk menghitung randemen biodiesel, digunakan rumus:

$$\text{Randemen biodiesel} = \frac{\text{berat biodiesel dari total persaksi}}{\text{berat total persaksi}} \times 100 \%$$