

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap preparasi, sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja. Tahap preparasi dan sintesis dilakukan di Laboratorium Preparasi Kimia 5 Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) KST Samaun Samadikun yang berlokasi di Cisit, Bandung. Tahap karakterisasi katalis dilakukan di BRIN KST Samaun Samadikun, BRIN KST BJ Habibie, Labotopia ITB, Laboratorium Metalurgi dan Teknik Material FTMD ITB, dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI. Tahap uji kinerja katalis dilakukan di UPTD Laboratorium Bahan Konstruksi. Waktu penelitian dimulai dari bulan Februari hingga Agustus 2025.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan yaitu *hot plate*, termometer, gelas kimia (50 mL, 250 mL, dan 1000 mL), gelas ukur (100 mL dan 1000 mL), *magnetic stirrer*, batang pengaduk, erlenmeyer (100 mL), neraca analitik, kaca arloji, spatula, pipet tetes, botol vial, tabung sentrifugasi, sentrifugasi, buret, oven, *muffle furnace*, corong pisah, label, statif, dan klem.

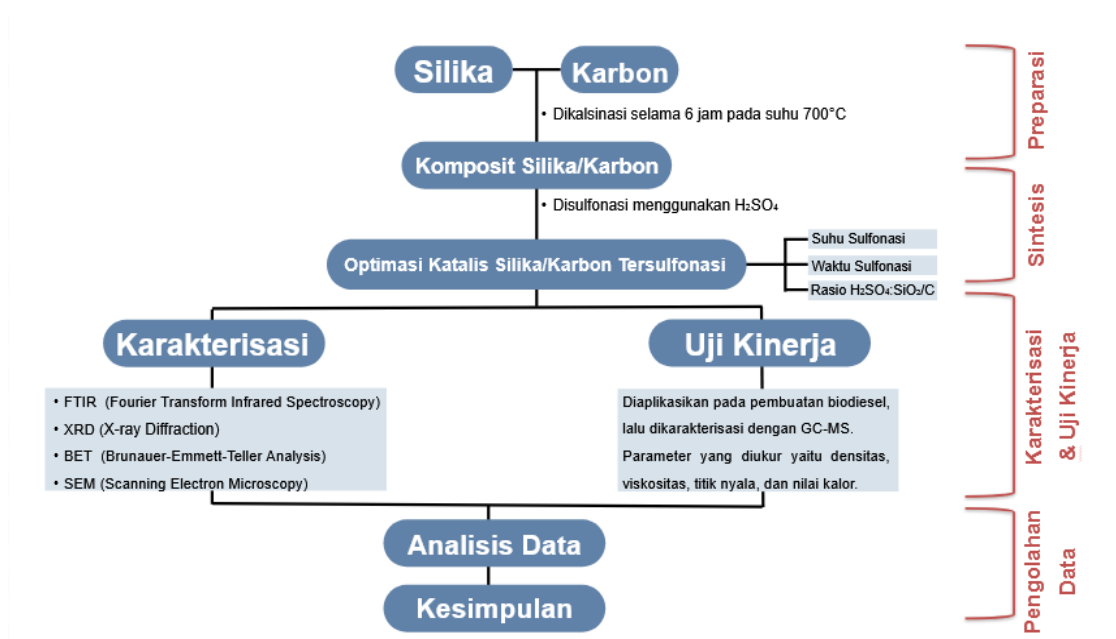
Karakterisasi dan pengujian kinerja katalis silika/karbon tersulfonasi dilakukan menggunakan beberapa instrumentasi yaitu *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) Bruker Alpha II, *X-Ray Diffraction* (XRD) X'Pert 3 Powder, *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) BELSORP-miniX, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS), piknometer, dan viskometer ostwald, *Pensky-Martens Closed Cup*, dan kalorimeter bom.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah karbon aktif, silika (SiO_2), aquades, asam sulfat 98% (H_2SO_4), natrium hidroksida (NaOH), fenolftalein ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$), etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$), metanol (CH_3OH), dan minyak jelantah.

3.3 Tahap Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu tahap preparasi, sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja. Pada tahap preparasi dilakukan pencampuran silika dan karbon dengan perbandingan 1:1, kemudian dikalsinasi selama 6 jam pada suhu 700°C. Pada tahap sintesis dilakukan optimasi kondisi sintesis katalis silika/karbon tersulfonasi dengan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM). Karakterisasi katalis silika/karbon tersulfonasi dilakukan menggunakan instrumen FTIR, XRD, BET, dan SEM. Uji kinerja katalis dilakukan dengan sintesis biodiesel berbahan dasar minyak jelantah menggunakan katalis hasil sintesis, kemudian dikarakterisasi dengan GC-MS dan diukur beberapa parameter yaitu densitas, viskositas, titik nyala, dan nilai kalor lalu dibandingkan dengan nilai SNI 7182:2015. Diagram alir penelitian ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Silika/Karbon

Preparasi komposit silika/karbon dilakukan terlebih dahulu melalui proses pencampuran silika dan karbon dengan rasio 1:1, dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* selama 6 jam pada suhu 700°C.

3.4.2 Optimasi Katalis Silika/Karbon Tersulfonasi

Optimasi sintesis katalis silika/karbon tersulfonasi dilakukan menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM) dengan desain eksperimen *Box-Behnken Design* (BBD). RSM dipilih karena mampu memodelkan hubungan antara beberapa variabel dan memberikan kondisi optimum berdasarkan respon yang diinginkan. Selain itu, RSM tidak memerlukan percobaan dalam jumlah yang banyak, sehingga tidak membutuhkan waktu yang lama (Efendi, 2024; Irawan & Astuti, 2006). Pada penelitian ini, tiga variabel faktor yang digunakan meliputi suhu sulfonasi ($^{\circ}\text{C}$), waktu sulfonasi (min.), dan rasio $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:SiO}_2\text{/C}$ (wt:wt), dimana setiap variabelnya divariasikan dalam tiga level (rendah, sedang, dan tinggi). Desain BBD menghasilkan 15 kombinasi percobaan yang mencakup titik tengah (*center point*) untuk menguji kestabilan dan akurasi model. Respon yang diamati adalah derajat sulfonasi (%) yang diperoleh berdasarkan kandungan gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ dari hasil analisis titrasi asam basa. Desain percobaan ditunjukkan pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3.1 Rancangan *Box-Behnken Design* (BBD)

Run	Faktor 1 Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Faktor 2 Waktu (menit)	Faktor 3 Rasio $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:SiO}_2\text{/C}$ (wt:wt)	Respons 1 Derajat Sulfonasi (%)
1	150	60	6	
2	115	60	8	
3	80	180	8	
4	150	180	4	
5	115	60	4	
6	80	60	6	
7	115	300	8	
8	115	180	6	
9	115	180	6	
10	115	180	6	
11	115	300	4	
12	80	180	4	
13	80	300	6	
14	150	180	8	
15	150	300	6	

3.4.2.1 Sintesis Katalis Silika/Karbon Tersulfonasi

Komposit silika/karbon disulfonasi dengan H_2SO_4 98% sesuai dengan kombinasi suhu, waktu, dan rasio $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:SiO}_2\text{/C}$ berdasarkan rancangan RSM.

Setelah reaksi selesai, sampel dicuci dengan aquades hingga netral kemudian dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada suhu 70°C.

3.4.2.2 Analisis Derajat Sulfonasi

1. Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

NaOH sebanyak 4 gram dilarutkan dalam sebagian kecil aquades dalam gelas kimia, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

2. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,1 N

Asam sulfat pekat sebanyak 2,72 mL dipipet dan perlahan-lahan ditambahkan ke dalam gelas kimia berisi ±500 mL aquades. Setelah homogen, larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas dengan aquades.

3. Pembuatan Indikator Fenolftalein

Sebanyak 1 gram serbuk fenolftalein dilarutkan ke dalam 100 mL etanol 95%. Larutan dikocok hingga homogen, lalu disimpan pada botol kaca berwarna coklat untuk menjaga kestabilan larutan terhadap cahaya.

4. Titrasi Asam Basa

Katalis silika/karbon tersulfonasi ditimbang sebanyak 0,1 gram lalu direndam dalam 30 mL larutan NaOH 0,1 N dan dibiarkan selama 24 jam dalam kondisi tertutup pada suhu ruang. Setelah perendaman, larutan disaring untuk memisahkan katalis dari larutan alkali. Filtrat yang mengandung sisa NaOH dititrasi menggunakan larutan standar H₂SO₄ 0,1 N dengan indikator fenolftalein. Titrasi dilakukan hingga larutan berubah warna dari merah muda menjadi tidak berwarna, yang menandakan titik akhir titrasi. Jumlah gugus -SO₃H yang bereaksi setara dengan jumlah NaOH yang bereaksi dengan gugus sulfonat. Derajat sulfonasi dalam persen menunjukkan massa katalis yang mengandung gugus sulfonat. Nilainya dihitung berdasarkan jumlah mmol gugus -SO₃H yang terikat pada massa katalis, kemudian dikonversi menjadi persen berat.

3.4.3 Karakterisasi Katalis Hasil Sintesis

3.4.3.1 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Pengukuran FTIR diperlukan untuk deteksi dan identifikasi senyawa berdasarkan pada interaksi gelombang inframerah dengan molekul (Nugroho, 2024). Karakterisasi gugus fungsi dilakukan menggunakan FTIR Bruker Alpha II dalam rentang panjang gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ dengan teknik ATR (*Attenuated Total Reflectance*), adapun sampel yang diukur yaitu silika/karbon sebelum sulfonasi dan silika/karbon tersulfonasi optimum.

3.4.3.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD merupakan analisis yang diperlukan untuk mengidentifikasi material kristalit berdasarkan dari *elastic scattering* pada sinar-X oleh elektron yang terdapat di setiap atom sehingga dapat digunakan untuk penentuan struktur, ukuran kristal, dan persen kristalinitas (Amalia, 2024). Pengukuran dilakukan dengan menggunakan XRD X'Pert 3 Powder pada rentang sudut 2θ $10^\circ - 90^\circ$. Pola difraktogram digunakan untuk mengidentifikasi fase kristal dan persen kristalinitas. Sampel yang diukur dengan XRD yaitu silika/karbon sebelum sulfonasi dan silika/karbon tersulfonasi optimum.

3.4.3.3 *Brunauer-Emmett-Teller (BET)*

Analisis luas permukaan spesifik dan karakteristik porositas material dilakukan dengan menggunakan alat BET N_2 sorption pada 77 K BELSORP-miniX. Sampel silika/karbon sebelum sulfonasi dan silika/karbon tersulfonasi optimum dikeringkan dan *degassing* pada suhu 200°C selama ± 4 jam dalam kondisi vakum. Pengukuran dilakukan dengan absorpsi-desorpsi nitrogen pada suhu 77K untuk memperoleh data luas permukaan spesifik, volume pori, dan diameter pori rata-rata. Tipe isoterm dan kurva histeresis digunakan untuk menginterpretasikan jenis porositas material (Shimizu, 2022).

3.4.3.4 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

SEM merupakan jenis mikroskop elektron yang dapat menghasilkan resolusi tinggi dari morfologi permukaan suatu sampel, dengan memanfaatkan hamburan balik elektron pada permukaan objek dan mengambil gambar dengan mendeteksi elektron yang muncul pada permukaan objek (Septiano, 2021). Pengamatan dilakukan pada beberapa perbesaran untuk melihat bentuk partikel, distribusi pori, dan perubahan morfologi setelah proses sulfonasi.

3.4.4 Uji Kinerja Katalis

3.4.4.1 Sintesis Biodiesel

Minyak jelantah yang digunakan sebagai bahan baku dalam penelitian ini berasal dari hasil pemakaian pedagang gorengan dan telah melalui proses penggorengan berulang, yang kemudian disaring untuk menghilangkan kotoran lalu dipanaskan pada suhu 105 °C selama 15 menit untuk menguapkan sisa kandungan air. Selanjutnya sebanyak 100 gram minyak jelantah dipanaskan hingga suhu 60°C. Rasio molar minyak terhadap metanol yang digunakan adalah 1:9. Pada gelas kimia yang berbeda, metanol dicampurkan dengan katalis silika/karbon tersulfonasi (2% dari total berat minyak). Campuran metanol dan katalis kemudian dicampurkan dengan minyak jelantah yang sebelumnya sudah dipanaskan, kemudian direaksikan pada suhu 60°C selama 1 jam di bawah pengadukan konstan menggunakan *hotplate stirrer*. Setelah reaksi selesai, campuran didiamkan untuk memisahkan dua fase dimana fase atas berupa biodiesel dan fase bawah berupa gliserol dan residu katalis. Fase atas yang berupa biodiesel kemudian dicuci dengan air hangat sebanyak 3 kali pencucian, lalu dievaporasi untuk menguapkan air dan alkohol yang tersisa.

3.4.4.2 Karakterisasi Biodiesel

1. Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Analisis GC-MS dilakukan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada sampel dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas (Agusta, 2021). Sampel dianalisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui kadar metil ester dalam sampel biodiesel. Sebelum dilakukan analisis, sampel perlu terlebih dahulu diencerkan dalam n-heksana dengan rasio 1:10.

2. Densitas

Pengukuran densitas biodiesel dilakukan pada suhu 40°C menggunakan piknometer yang telah dikalibrasi. Biodiesel dimasukkan ke dalam piknometer hingga penuh, kemudian ditimbang dan dibandingkan dengan massa piknometer kosong. Pengukuran densitas dirumuskan sebagai berikut:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

Dimana:

ρ = massa jenis (kg/m^3)

m = massa (kg)

v = volume (m^3)

3. Viskositas

Viskositas merupakan ukuran sejauh mana suatu cairan menghambat atau ketahanan terhadap deformasi saat dikenai gaya. Pengukuran viskositas dilakukan dengan menggunakan viskometer Ostwald pada suhu 40°C . Biodiesel dimasukkan ke dalam tabung viskometer, kemudian dicatat waktu alir biodiesel dari tanda atas ke tanda bawah. Nilai viskositas dihitung berdasarkan waktu alir dan konstanta alat.

4. Titik Nyala

Titik nyala atau *flash point* merupakan suhu terendah dimana suatu cairan mengeluarkan uap yang cukup untuk membentuk campuran uap dan udara dapat terbakar jika diberi sumber api. Pengujian titik nyala dilakukan dengan menggunakan *Pensky-Martens Closed Cup*, biodiesel dipanaskan secara perlahan. Saat uap biodiesel mulai menyala oleh sumber api, dicatat suhunya sebagai titik nyala.

5. Nilai Kalor

Nilai kalor merupakan angka yang menyatakan jumlah panas/kalori yang dihasilkan dari proses pembakaran suatu bahan bakar dengan udara/oksigen. Nilai kalor diukur dengan menggunakan kalorimeter bom, dimana sejumlah tertentu biodiesel dibakar dalam ruang tertutup bertekanan oksigen, kemudian kenaikan suhu air dalam kalorimeter digunakan untuk menghitung nilai kalor.