

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

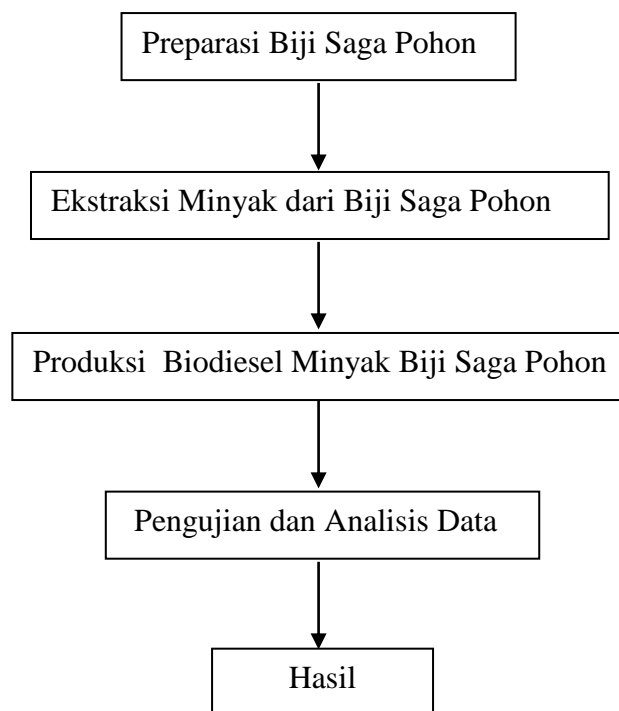
Pelaksanaan penelitian dimulai sejak bulan April 2015 sampai dengan bulan Januari 2016. Penelitian ini sebagian besar dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan, FPMIPA UPI, Bandung, Jawa Barat. Optimasi kondisi tahap preparasi bahan, tahap ekstraksi dan tahap produksi biodiesel dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI. Analisis kadar metil ester (biodiesel) menggunakan *Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

3.2 Sistematika Penelitian

Penelitian ini dirancang untuk mengetahui bagaimana hasil metil ester (biodiesel) dalam produksi metil ester (biodiesel) dengan bahan baku biji sago. Dalam hal ini perlu diketahui terlebih dahulu bagaimana kondisi optimum pada tahap preparasi bahan yang diperlukan untuk proses ekstraksi minyak. Variable yang diamati pada tahap optimasi yaitu suhu pemanasan biji, waktu pemanasan biji dan waktu perendaman biji. Kondisi optimum ditentukan dengan mengetahui massa tertinggi biji yang terkelupas dan massa tertinggi minyak hasil ekstraksi. Kondisi optimum yang telah diketahui selanjutnya digunakan untuk proses produksi metil ester (biodiesel).

Sebelum tahap proses produksi metil ester (biodiesel), minyak hasil ekstraksi di uji kandungan asam lemak bebas-nya terlebih dahulu. Minyak yang memiliki kadar asam lemak bebas <2% yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan biosiesel.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir pada **Gambar 3.1**



Gambar 3.1 Tahap umum penelitian produksi metil ester (biodiesel) dengan bahan baku biji saga pohon

Penjelasan yang lebih lengkap untuk tiap tahapan penelitian tersebut dijelaskan pada uraian prosedur penelitian.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah set alat soxhlet, set alat destilasi, set alat refluks , gelas kimia 500 mL, gelas kimia 200mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 10 mL, labu dasar bulat, pendingin bola, corong pisah 250mL, batang pengaduk, batu didih, corong kaca, blender, termometer, botol vial, *heating mantle*, *hot plate*, statif dan klem serta GCMS-QP2010 Ultra merk Shimadzu.

3.3.2. Bahan

Bahan baku utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji saga (*Adenthera Pavonina L*) yang diperoleh dari pohon-pohon saga yang berada di kampus UPI Bandung. Bahan lainnya yaitu n-heksana, metanol, KOH, H₂SO₄ dan aquades

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1. Tahap Preparasi Biji Saga

Biji saga yang telah dikumpulkan di bersihkan dari kotoran dengan cara di cuci menggunakan air bersih lalu direbus kemudian di rendam dalam air bersih selama beberapa waktu sampai kulit biji terkelupas lalu diremas-remas untuk mempermudah proses pengelupasan kulit ari biji saga, setelah bersih ditiriskan kemudian dikeringkan dan dihaluskan sehingga menjadi serbuk biji saga.

Serbuk biji saga tersebut selanjutnya di ekstraksi menggunakan alat soxhlet dengan pelarut n-heksana, kemudian minyak hasil ekstraksi ditimbang massanya menggunakan neraca analitik.

1. Optimasi Waktu Pemanasan

Biji saga yang telah dibersihkan dari kotoran ditimbang, jumlah bahan baku dibuat tetap kemudian dipanaskan atau direbus dengan suhu 300°C. Jumlah bahan baku dan waktu perendaman dibuat tetap yaitu 1 hari, sedangkan waktu pemanasan di variasikan. Variasi waktu yang digunakan yaitu 15 menit, 30 menit, 45 menit dan 60 menit.

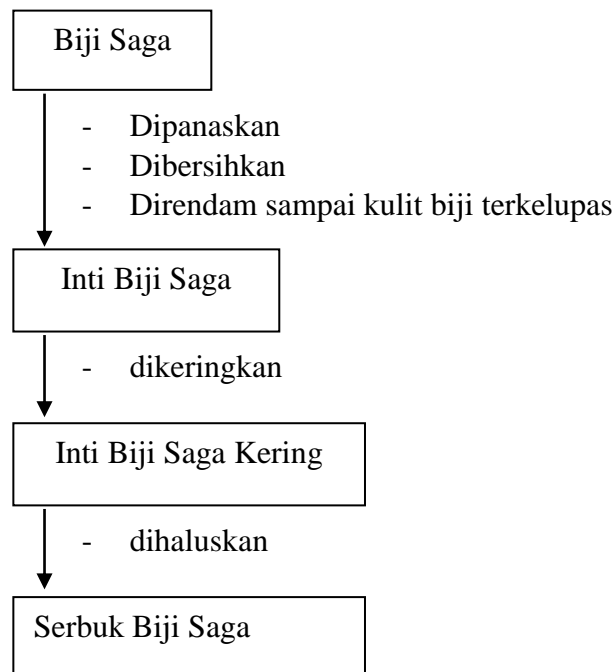
2. Optimasi Suhu Pemanasan

Waktu optimum yang telah diperoleh digunakan kembali untuk optimasi suhu pemanasan. Variasi suhu pemanasan yang digunakan adalah 250°C ; 300 °C ; 350 °C dan 400 °C. Pada tahap optimasi suhu pemanasan ini digunakan waktu pemanasan 30 menit dan waktu perendaman 1 hari.

3. Optimasi Waktu Perendaman

Suhu dan waktu optimum yang telah diperoleh digunakan kembali untuk optimasi waktu perendaman. Pada tahap ini dilakukan variasi waktu perendaman yaitu 1 hari, 2 hari, 3 hari dan 4 hari.

Prosedur untuk preparasi biji saga pohon ditampilkan dalam **Gambar 3.2**.



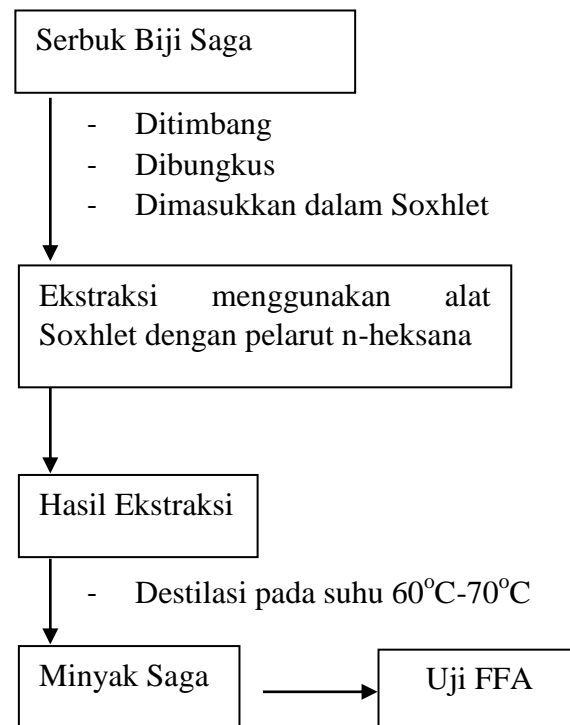
Gambar 3.2 Bagan Alir Tahap Preparasi

3.4.2. Tahap Ekstraksi Minyak dari Biji Saga

Biji saga yang telah kering dan sudah dihaluskan dibungkus menggunakan kertas saring lalu ditimbang berat bersihnya. Selanjutnya diekstraksi menggunakan peralatan soxhlet. Pada saat ekstraksi digunakan 2 macam pelarut yaitu n-heksana dan minyak solar pada suhu yang sesuai dengan titik didih masing-masing pelarut.

Proses ini dilakukan hingga pelarut yang berada di dalam soxhlet tidak berubah warna. Hasil ekstraksi kemudian dipisahkan dari pelarutnya dengan cara destilasi sampai tidak ada lagi pelarut yang menetes di penampung. Kemudian campuran hasil ekstraksi didestilasi untuk memisahkan pelarut dari minyak sehingga pelarut dapat

digunakan kembali lalu didiamkan selama 1 malam untuk menguapkan pelarut yang masih tersisa di minyak. Minyak biji saga yang dihasilkan selanjutnya ditimbang untuk menghitung kadarnya.



Gambar 3.3 Bagan Alir Tahap Ekstraksi Minyak

3.4.3. Tahap Produksi Biodiesel Minyak Biji Saga

Pada tahap ini dilakukan 2 tahap yaitu esterifikasi dan transesterifikasi.

1. Esterifikasi

Proses esterifikasi dilakukan untuk menurunkan kadar FFA minyak saga pohon. Esterifikasi dilakukan dengan cara memasukkan minyak hasil ekstraksi yang telah diukur volume nya dimasukkan kedalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan termometer dan pendingin spiral lalu minyak dipanaskan hingga mencapai suhu 50 °C kemudian ditambahkan metanol dan katalis H_2SO_4 sambil di refluks dan diaduk. Campuran di refluks pada suhu 55-60 °C selama 1 jam. Hasil refluks dimasukan kedalam corong pisah dan didiamkan hingga terbentuk 2 lapisan kemudian

dipisahkan. Lapisan bawah sebagai produk utama hasil esterifikasi diuji kadar FFA nya.

Pada esterifikasi ini volum metanol divariasikan pada perbandingan volum antara minyak dengan metanol. Variasi yang digunakan yaitu 1:0,5 ; 1:1 ; 1:1,5.

2. Transesterifikasi

Sebelum dilakukan transesterifikasi, terlebih dahulu membuat larutan kalium metoksida (CH_3OK) dengan cara mencampur metanol dengan katalis KOH. Katalis yang digunakan sebanyak 1% dari berat minyak. Kemudian minyak hasil esterifikasi yang sudah di uji kadar FFA ($<2\%$) dimasukkan kedalam labu leher tiga dan dipanaskan hingga mencapai suhu 50°C kemudian dicampurkan dengan kalium metoksida yang telah dibuat. Campuran di refluks pada suhu 55°C - 60°C selama 2 jam. Hasil refluks dimasukan kedalam corong pisah dan didiamkan hingga terbentuk 2 lapisan kemudian dipisahkan. Lapisan yang terbentuk adalah pada lapisan bawah gliserol yang merupakan produk samping transesterifikasi dan lapisan atas adalah produk utamanya yaitu metil ester (biodiesel). Metil ester (biodiesel) yang dihasilkan dicuci dengan air hangat hingga sisa air pencucian tidak berwarna dan memiliki pH 7.

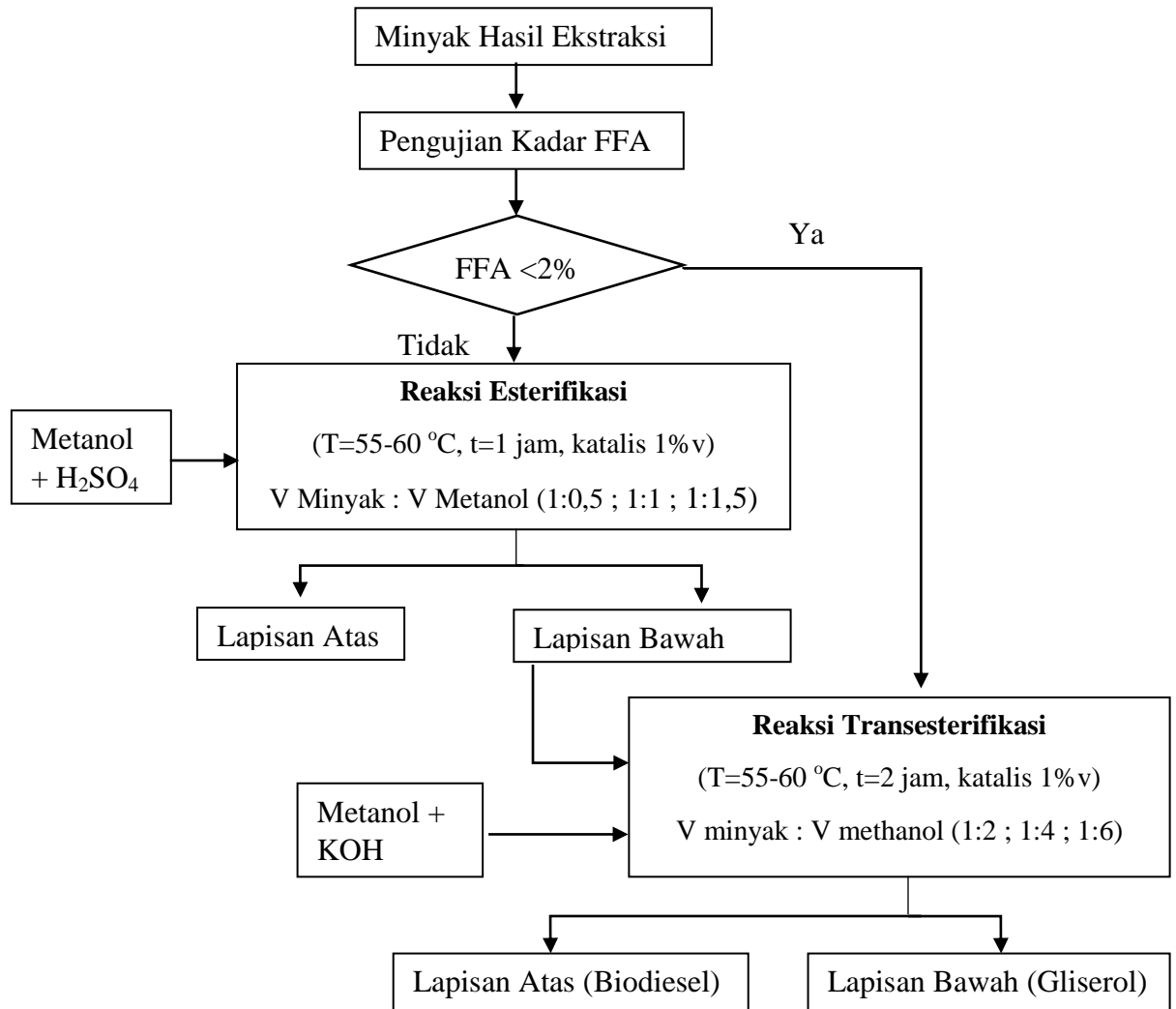
Pada transesterifikasi ini volum metanol divariasikan pada perbandingan volum antara minyak dengan metanol. Variasi yang digunakan yaitu 1:2 ; 1:4 ; 1:6.

3. Tahap Pencucian

Proses pencucian bertujuan menghilangkan kelebihan metanol, katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi serta menghilangkan trigliserida yang tidak bereaksi pada biodiesel yang dapat menyebabkan terjadinya emulsi pada biodiesel. Selain itu pencucian ini juga untuk memperoleh atau menurunkan pH hingga

pH 6 – 8. Pencucian dilakukan menggunakan air hangat dengan temperature ± 50 °C hingga air sisa pencucian tidak berwarna.

Berikut bagan alir tahap produksi biodiesel dari minyak biji saga pohon.



Gambar 3.4 Bagan Alir Tahap Produksi Biodiesel Minyak

3.4.4. Tahap Pengujian

Uji kadar biodiesel menggunakan Instrumen *Gas Chromatography* – *Mass Spectrophotometry* (GC-MS)

Sampel biodiesel hasil transesterifikasi diambil lapisan atas nya untuk dianalisis kadar minyaknya menggunakan instrumen GC-MS. Kromatogram dari GC menunjukkan kadar setiap komponen yang terdapat dalam sampel. Sementara spektrum MS dapat memberi informasi senyawa apa saja yang menjadi komponen dalam sampel berdasarkan berat molekul.