

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi Penelitian

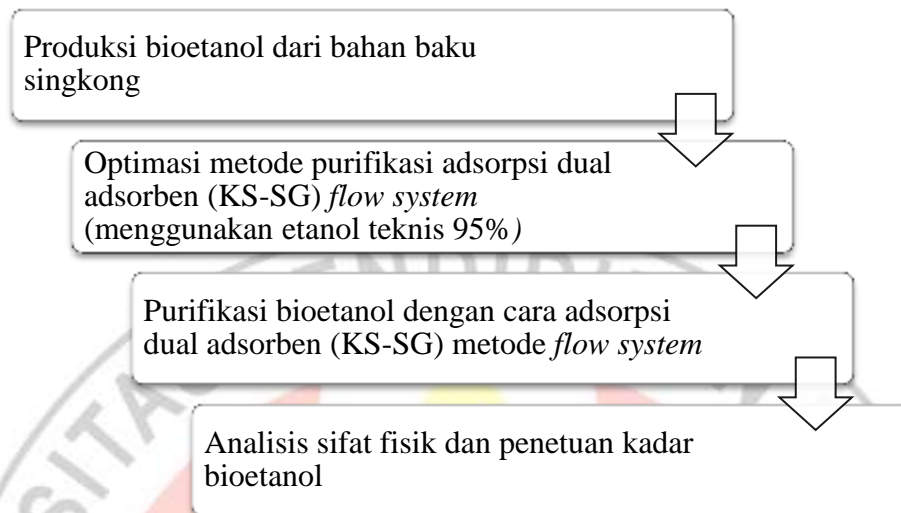
Pelaksanaan penelitian pada bulan Maret sampai Desember 2013. Lokasi penelitian bertempat di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan, FPMIPA UPI, Bandung, Jawa Barat. Analisis titik didih, massa jenis, dan pH dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI dan uji *Gas Chromathography* dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen FPMIPA UPI.

3.2. Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam empat tahap, yaitu produksi bioetanol dari bahan baku singkong, optimasi metode purifikasi adsorpsi dual adsorben (KS-SG) *flow system* menggunakan etanol teknis 95%, Purifikasi bioetanol dengan cara adsorpsi dual adsorben (KS-SG) metode *flow system*, dan analisis sifat fisik dan penentuan kadar bioetanol. Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir berikut:

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).



Gambar 3.1. Bagan alir penelitian

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia 3 L, gelas kimia 1 L, neraca analitik, gelas ukur 500 mL, gelas ukur 100 mL, oven, tabung reaksi, Corong kaca, corong Buchner, lumping alu, set alat destilasi, penangas listrik, waterbath shaker, inkubator, stopwatch, sel adsorpsi, selang silikon, botol vial 500 mL, botol vial 100 mL, botol vial 20 mL, Areometer, pH meter, Gas Chromatography.

3.3.2. Bahan

Singkong, H_2SO_4 1M, NaOH 1M, jamur *aspergillus niger*, ragi *saccharomices cerevisiae*, aquades, etanol teknis 96%, indikator universal, kulit sapi, dan silica gel.

3.4. Cara Kerja

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).

3.4.1. Proses Produksi Bioetanol dari Bahan Baku Singkong

a) Tahap Persiapan bahan baku

Singkong yang telah bersih dihaluskan kemudian diperas hingga mendapat sari singkong. Cairan kemudian di diamkan hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas merupakan air dan lapisan bawah merupakan pati. Pati kemudian dipisahkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari selama 2 hari.

b) Gelatinasi

Pati singkong ditimbang 100 gram, di tambahkan air sebanyak 1 L. kemudian dipanaskan dan dimasak pada suhu 80°C selama 30 menit dalam water bath shaker hingga larutan mengental, pH dijaga pada pH optimum dari *Aspergillus niger*, yaitu pada pH 5.

c) Hidrolisis

Larutan hasil gelatinisasi dibiarkan dingin hingga suhu 40°C. Kedalam larutan hasil gelatinisasi, ditambahkan jamur *Aspergillus niger* dan dikondisikan pada pH 5 dengan konsentrasi 10 % (v/v) pada suhu 40°C dan di inkubasi selama 72 jam.

d) Fermentasi

Setelah proses hidrolisis ditambahkan ragi *saccaramyces cerevisiae* dengan konsentrasi 3% (b/v) dan di inkubasi pada suhu 30°C selama 10 hari.

e) Destilasi

Bioethanol hasil fermentasi destilasi menggunakan set alat destilasi bertingkat, dan penampungan destilat dibagi menjadi dua bagian yaitu pada suhu antara 71-84°C dan 85-95°C.

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).

3.4.2. Optimasi Metode Purifikasi Adsorpsi Dual Adsorben (KS-SG) *Flow System*

a) Pengenceran Etanol

Etanol teknis 95% disiapkan. Sebanyak 552,6 ml etanol 95% dimasukkan kedalam labu ukur 1L. kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas.

b) Destilasi

Etanol 15% di destilasi menggunakan set alat destilasi bertingkat, dan penampungan destilat pada rentang suhu antara 71 sd. 84°C. Destilasi dilakukan sebanyak dua kali secara diskontinyu. Pada destilasi kedua penampungan destilat pada rentang suhu antara 73 sd. 82°C.

c) Adsorpsi Etanol Metode *Flow System*

1. Persiapan Adsorben

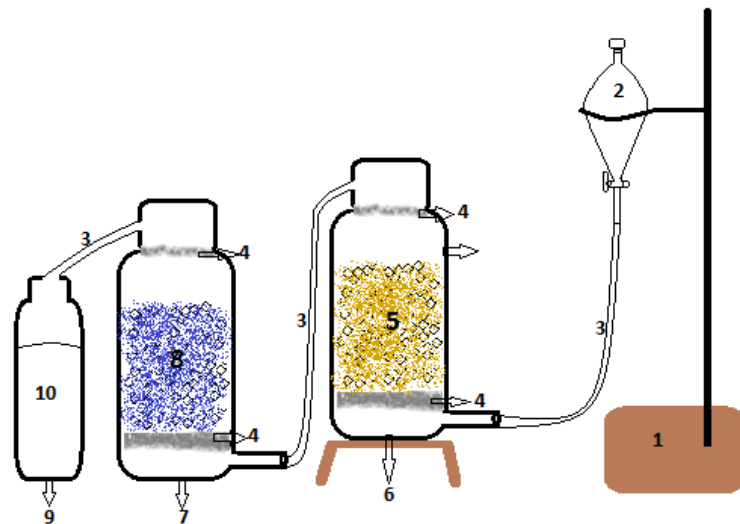
Silica gel diletakkan di tempat yang tertutup rapat atau hampa udara. Sebanyak 2kg kulit sapi dibersihkan, dipotong kecil-kecil, dan direbus. Setelah direbus kulit sapi dikeringkan selama beberapa hari dibawah sinar matahari, setelah kering kulit sapi disangrai hingga mengembang.

2. Proses Adsorpsi Bioetanol

Bioetanol hasil destilasi diadsorpsi dengan menggunakan dual adsorben (KS-SG). Pada proses optimasi, sebanyak 3,5 L etanol dimasukkan kedalam corong lalu dialirkan menuju sel adsorpsi *flow system*. Laju alir adsorbat disesuaikan agar proses adsorpsi adsorben terjadi secara maksimal di dalam sel adsorpsi. Adsorben KS dimasukkan kedalam sel adsorpsi pertama sebanyak 40 gram yang akan terisi $\frac{3}{4}$ dari volume sel adsorpsi, sedangkan adsorben SG dimasukkan kedalam sel adsorpsi kedua sebanyak 140 gram yang juga akan terisi $\frac{3}{4}$ dari volume sel. Rancangan set alat proses adsorpsi metode *flow system* dapat digambarkan sebagai berikut:

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).



Gambar.3.2.Rancangan Set alat adsorbs *flow system*

Keterangan gambar 3.2 : (1) statif, (2) corong, (3) selang silikon, (4) *filter glass*, (5) adsorben KS, (6) sel adsorpsi I, (7) sel adsobrsi II, (8) adsorben SG, (9) wadah penampung, (10) bioetanol.

3.4.3.Purifikasi Bioetanol dengan Cara Adsorpsi Dual Adsorben (KS-SG)

Metode *Flow System*

Proses purifikasi bioetanol dilakukan berdasarkan metode hasil optimasi. Bioetanol yang dihasilkan dari proses produksi bioetanol didestilasi terlebih dahulu sebanyak dua kali secara diskontinyu. Penampungan destilat pada destilasi pertama yaitu pada rentang suhu antara 71 sd. 84°C. Pada destilasi kedua penampungan destilat pada rentang suhu antara 73 sd. 82°C.

Bioetanol hasil destilasi diadsorpsi dengan menggunakan dual adsorben (KS-SG). Bioetanol dimasukan kedalam corong lalu dialirkan menuju sel adsorpsi *flow system*. Laju alir adsorbat disesuaikan agar proses adsorpsi adsorben terjadi secara maksimal didalam sel. Sebanyak 40 gram kulit sapi dan 140 gram silika gel dimasukan kedalam sel adsorpsi berbeda.

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).

3.4.4. Analisis Sifat Fisik dan Penentuan Kadar Bioetanol

a) Uji Titik Didih

Uji titik didih dilakukan dengan cara menyiapkan air sebagai penangas. Sampel yang akan dianalisis dimasukkan kedalam tabung reaksi yang telah ditambahkan thermometer dan pipa kapiler, kemudian gelembung awal, gelembung constant dan gelembung pertama kali masuk di amati terus menerus. Suhu dicatat saat gelembung terakhir. Pengujian titik didih dilakukan untuk Bioetanol hasil produksi setelah di destilasi dan bioetanol hasil adsorpsi.

b) Analisis pH

Analisis pH dilakukan menggunakan pH meter. Sampel dimasukan kedalam gelas kimia 100 ml, kemudian pH diukur menggunakan pH meter.

c) Analisis Massa Jenis dengan Areometer

Sampel yang akan diukur massa jenisnya dimasukkan kedalam gelas ukur 250 ml pada suhu 20°C. Areometer dimasukkan secara perlahan dan hati-hati kedalam gelas ukur. Dibaca skala pada Areometer.

d) Uji Etanol dengan Menggunakan Instrumen Gas Chromatografi (GC)

Sampel hasil optimasi dan sampel bioetanol setelah adsorpsi ke-II dilakukan analisis etanol menggunakan instrumen GC

Putri Annisaa', 2014

Metode *flow system* dalam purifikasi bioetanol dengan menggunakan dual adsorben (ks-sg).