

BAB III METODE PENELITIAN

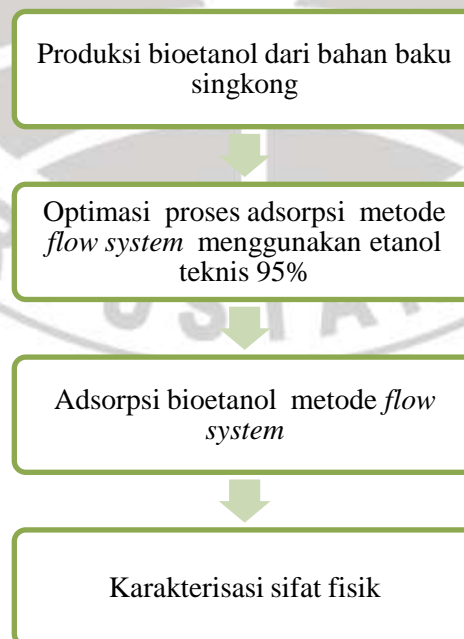
3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak 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* (GC) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung.

3.2. Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam tiga tahap, yaitu produksi bioetanol dari bahan baku singkong, optimasi adsorpsi bioetanol secara *flow system* menggunakan etanol teknis 95% dan adsorpsi bioetanol secara *flow system*.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir berikut :



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, lumpang alu, set alat destilasi, penangas listrik, waterbath shaker, inkubator, stopwatch, kolom adsorpsi, selang *silicon*, botol vial 500 mL, botol vial 100 mL, botol vial 20 mL, Aerometer, pH meter, *Gas Chromathography* Shimadzu dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) Variant AA 280 FS.

3.3.2. Bahan

Singkong, H_2SO_4 1M, NaOH 1M, jamur *Aspergillus niger*, ragi *Saccharomyces cerevisiae*, aquades, etanol teknis 96%, indikator universal, kulit sapi, dan serbuk tembaga sulfat pentahidrat.

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Tahap Pembuatan Bioetanol

a. Tahap Persiapan bahan baku

Singkong yang telah bersih dihaluskan kemudian diperas hingga mendapat sari singkong. Cairan kemudian didiamkan 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 lalu ditambahkan air sebanyak 1 L. Kemudian dipanaskan dan dimasak pada suhu $80^\circ C$ selama 30 menit dalam water bath shaker hingga larutan mengental. Kondisi pH dijaga pada suhu optimum dari *Aspergillus niger* yaitu pada pH 5.

c. Hidrolisis

Larutan hasil gelatinasi dibiarkan dingin hingga suhu 40°C. Ke dalam larutan, ditambahkan jamur *Aspergillus niger* dengan konsentrasi 10% (v/v) dan dikondisikan pada pH 5 pada suhu 40°C. Lalu diinkubasikan selama 72 jam.

d. Fermentasi

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

3.4.2. Tahap Optimasi Menggunakan Etanol Teknis 95 %

Kadar bioetanol hasil fermentasi selama 10 hari dihitung kadarnya berdasarkan hasil konversi massa jenis larutan lalu dibandingkan terhadap handbook dan didapatkan kadarnya sebanyak 10%. Larutan bioetanol kemudian didestilasi dan didapatkan kadarnya sebanyak 14%. Data ini kemudian digunakan untuk ujicoba menggunakan etanol teknis 95% yang disesuaikan untuk proses destilasi dan purifikasi.

3.4.3. Tahap Purifikasi

a. Tahap Destilasi Secara Diskontinyu

Dari hasil optimasi bioetanol hasil fermentasi didestilasi sebanyak 3 kali menggunakan set alat destilasi bertingkat. Destilat hasil destilasi ke-1 ditampung ke dalam wadah lalu didestilasi kembali. Hasil destilat ke-2 ditampung ke dalam wadah lalu didestilasi kembali. Hasil destilat ke-3 ditampung ke dalam wadah. Proses destilasi dilakukan pada rentang suhu antara 70 s.d. 80°C.

b. Tahap Adsorpsi (KS-CuSO₄) secara *Flow System*

Pada proses adsorpsi dibagi ke dalam 3 tahapan yaitu:

1. Persiapan Adsorben KS

Kulit sapi dibersihkan, dipotong kecil-kecil, dan direbus. Setelah direbus kulit sapi di keringkan selama beberapa hari dibawah sinar matahari, setelah kering kulit sapi di sangrai lalu ditumbuk hingga menjadi serbuk.

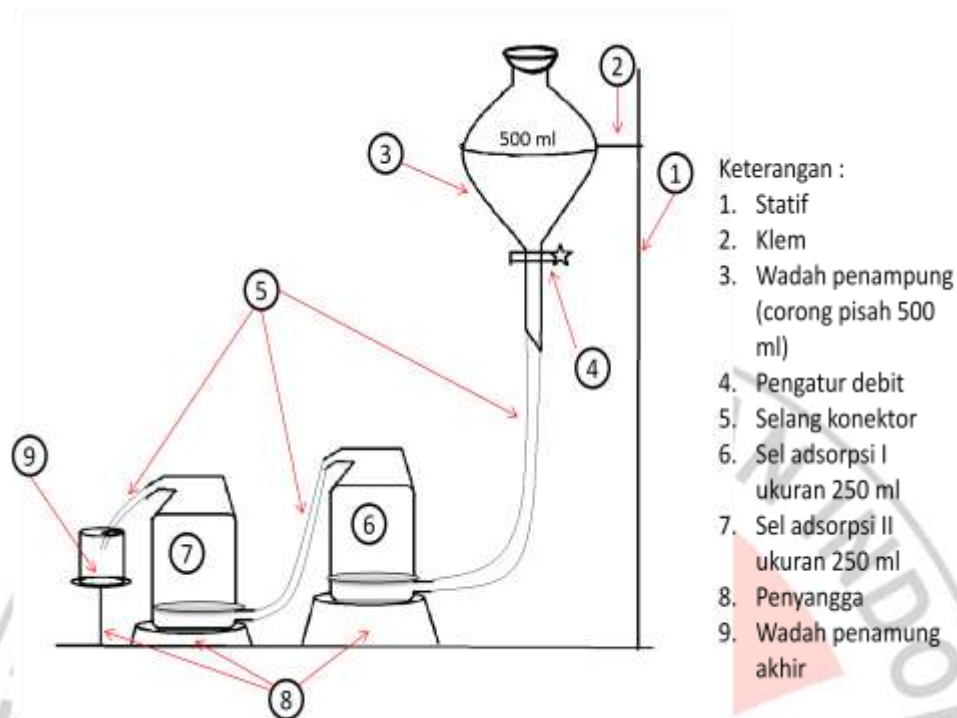
2. Persiapan Adsorben CuSO_4

Tembaga Sulfat Hidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) terlebih dulu dipanaskan pada suhu 150°C hingga hidratnya hilang ditandai dengan perubahan warna dari biru menjadi warna abu-abu lalu timbang kemudian diletakkan di tempat yang tertutup rapat.

3. Proses Adsorpsi Bioetanol

Bioetanol hasil destilasi diadsorpsi dengan menggunakan dual adsorben KS- CuSO_4 . Dari proses optimasi didapatkan proses purifikasi yang tepat yaitu 3 kali destilasi secara diskontinyu dan 2 kali adsorpsi, sebanyak ± 2 L hasil 3 kali destilasi secara diskontinyu ditampung menggunakan corong pisah 500 ml lalu dialirkan menuju sel adsorpsi secara *flow*. Laju alir adsorbat disesuaikan dengan laju alir adsorbat ketika menetes dari konektor selama proses destilasi berlangsung agar proses adsorpsi adsorben terjadi secara maksimal di dalam sel.

Rancangan set alat proses adsorpsi metode FS :



Gambar 3.2 Rancangan Set Alat Adsorpsi Metode *Flow System*

3.4.4. Analisis Sifat Fisik dan 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 termometer dan pipa kapiler, kemudian gelembung awal, gelembung konstant 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. Catat suhu ruangan dan tekanan ruangan.

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 Aerometer

Sampel yang akan diukur massa jenisnya dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 ml pada suhu 20°C. Aerometer dimasukkan secara perlahan dan hati-hati ke dalam gelas ukur. Lalu dibaca skala pada Aerometer.

d. Uji Kadar Bioetanol dengan Menggunakan Instrumen *Gas Chromatography* (GC)

Sampel hasil optimasi dan sampel bioetanol setelah adsorpsi II dilakukan analisis kadar etanol menggunakan instrumen GC.

e. Uji Kadar Cu Menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS).

Sampel hasil optimasi dan sampel bioetanol setelah adsorpsi ke-2 dilakukan analisis kadar Cu menggunakan instrumen AAS.