

## **BAB III**

### **METODA PENELITIAN**

#### **A. Alat dan Bahan**

##### **1. Alat**

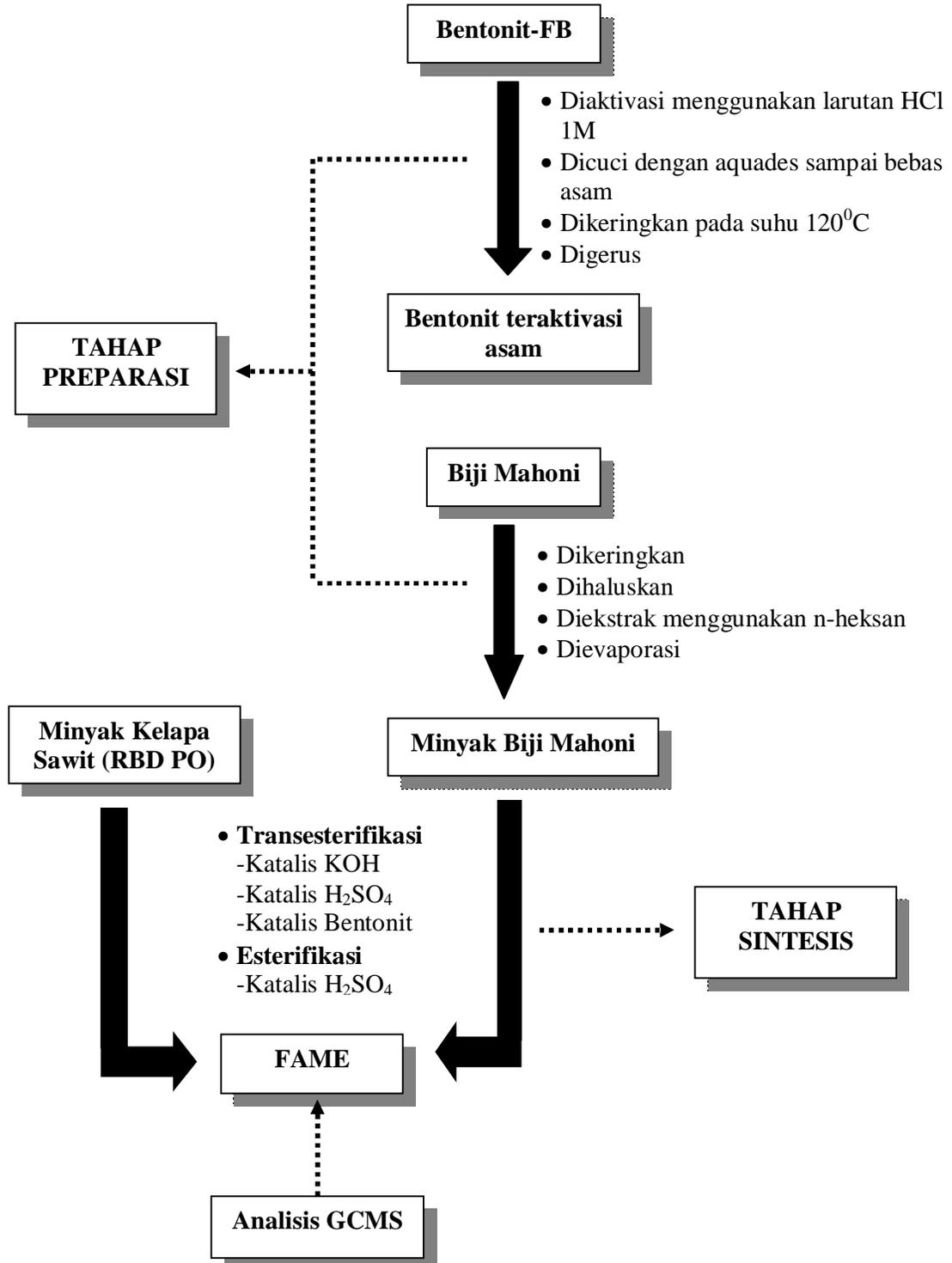
Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah semua alat gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia, set alat refluks (labu leher tiga, kondensor gondok, termometer, *magnetic stirrer*, dan pemanas listrik) digunakan dalam proses transesterifikasi. Selain itu digunakan pula set alat soxhlet (labu dasar bulat, badan soxhlet, kondensor spiral, dan *heater mantle*) untuk mengekstraksi minyak dari biji mahoni. Untuk aktivasi bentonit digunakan *magnetic stirrer* dan corong buchner. Selain itu digunakan pula alat evaporator dan oven. Untuk keperluan analisis digunakan alat GCMS.

##### **2. Bahan**

Bahan-bahan yang diperlukan dalam pembuatan metil ester asam lemak ini diantaranya adalah minyak kelapa sawit (RBD PO), biji mahoni, metanol teknis dan p.a., bentonit-FB berukuran 325 mesh, HCl, KOH, NaOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous.

## B. Bagan Alir Penelitian

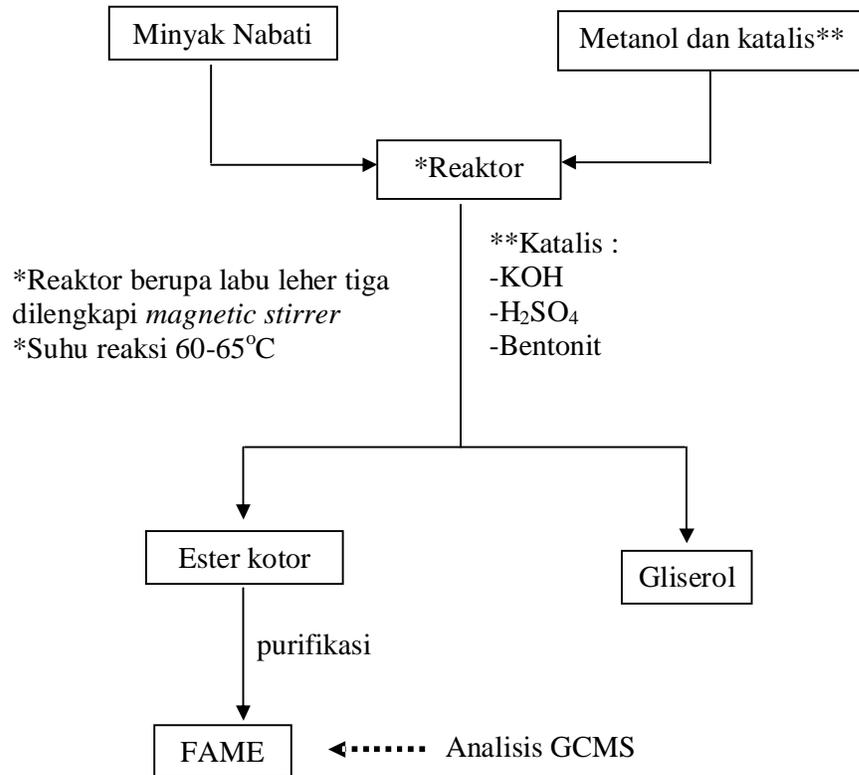
Tahapan penelitian secara umum dapat digambarkan sebagai alur penelitian pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

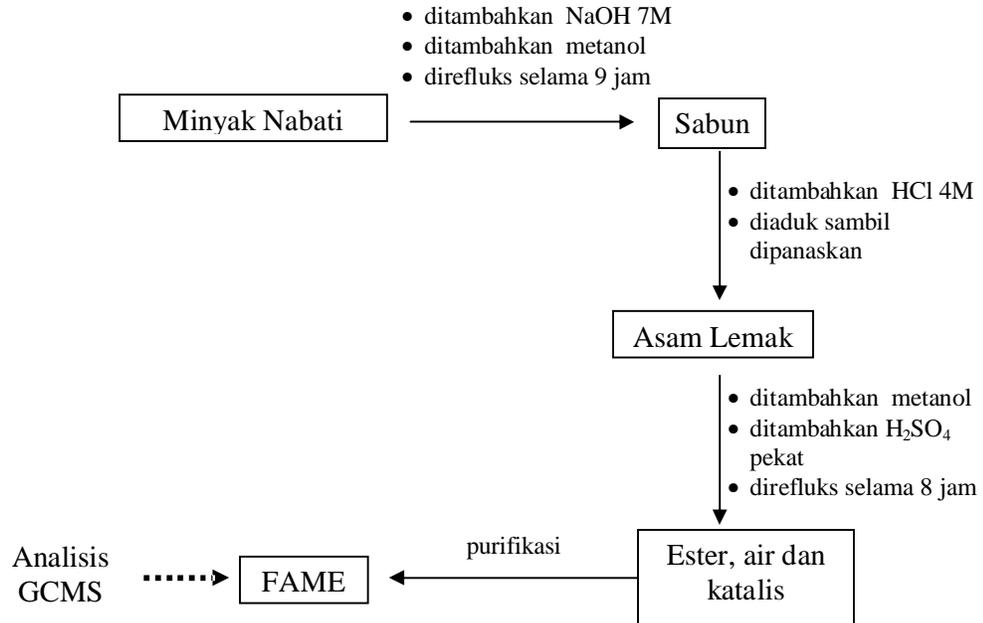
Untuk metoda transesterifikasi dan esterifikasi tahapannya digambarkan pada bagan alir Gambar 3.2 dan 3.3.

### 1. Metoda Transesterifikasi



**Gambar 3.2** Metoda Transesterifikasi

## 2. Metoda Esterifikasi



**Gambar 3.3** Metoda Esterifikasi

### C. Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini terbagi dalam beberapa proses, diantaranya adalah preparasi katalis dan bahan baku, pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit dengan berbagai metoda, pembuatan biodiesel dari minyak biji mahoni dengan berbagai metoda, dan pada tahap akhir dilakukan analisis produk menggunakan alat GCMS.

#### 1. Tahap Preparasi

##### a. Aktivasi Bentonit Menggunakan HCl

Sebelum digunakan dalam reaksi, bentonit yang akan dijadikan sebagai katalis terlebih dahulu dilakukan aktivasi. Aktivasi dilakukan

dengan cara mencampurkan larutan HCl 1 M dan bentonit dengan perbandingan jumlah 3 mL HCl terhadap 1 gram bentonit kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam, lalu bentonit disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai netral. Setelah itu bentonit dikeringkan pada suhu 120°C kemudian digerus.

#### **b. Ekstraksi Minyak Dari Biji Mahoni**

Untuk memperoleh minyak dari biji mahoni, biji mahoni yang telah kering dihaluskan terlebih dahulu lalu dibungkus menggunakan *thimble paper*, kemudian dimasukkan ke dalam badan soxhlet yang dilengkapi dengan kondensor spiral, sedangkan labu diisi dengan pelarut n-heksan sebanyak 150 mL. Ekstraksi dilakukan selama 5-7 jam untuk setiap *thimble paper*. Hasil ekstraksi kemudian dipindahkan ke dalam labu evaporator dan selanjutnya dilakukan evaporasi untuk menghilangkan sisa pelarut.

### **2. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit**

#### **a. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Basa**

Minyak kelapa sawit sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga, kemudian dipanaskan sampai suhu 60°C. Setelah itu, larutan yang terdiri dari 0,1 gram KOH dalam 4 gram metanol dimasukkan ke dalam labu. Semua campuran direfluks selama 2 jam kemudian didinginkan sehingga mencapai suhu ruangan. Setelah itu, campuran dipindahkan ke dalam corong pisah untuk selanjutnya dilakukan pemisahan antara fasa ester (bagian atas) dan fasa gliserol (bagian bawah).

Setelah gliserol dipisahkan, ester kotor yang ada pada corong pisah dicuci menggunakan aquades sampai netral. Setelah netral, air dipisahkan dan ester dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous, lalu disaring.

**b. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Asam**

Minyak kelapa sawit sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga kemudian ditambahkan 19,2 gram metanol dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Campuran direfluks selama 8 jam. Setelah dingin, campuran dipindahkan ke corong pisah lalu dicuci menggunakan aquades sampai netral. Setelah itu campuran dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous, lalu disaring.

**c. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Bentonit**

Minyak kelapa sawit sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat lalu ditambahkan 2 gram bentonit dan dipanaskan. Setelah suhu mencapai  $60^\circ\text{C}$ , 19,2 gram metanol p.a ditambahkan kemudian dilakukan refluks selama 8 jam. Setelah didinginkan, bentonit dipisahkan dari campuran dengan cara disaring. Campuran dipindahkan ke dalam corong pisah lalu dicuci menggunakan aquades dan dipisahkan kembali dari air, kemudian dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous dan disaring.

**d. Esterifikasi Asam Lemak Bebas dari Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Asam**

Minyak sawit sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam labu dasar bulat kemudian ditambahkan 60 mL larutan  $\text{NaOH}$  7 M dan 5 mL

metanol. Campuran direfluks pada suhu  $60-65^{\circ}\text{C}$  selama 9 jam sampai terbentuk sabun. Setelah itu sabun dipisahkan dan ditimbang massanya. Kemudian dilakukan hidrolisis terhadap sabun dengan cara mereaksikannya dengan larutan HCl 4 M yang massanya dlebihkan 10% secara stoikiometris. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai terbentuk asam lemak yang berwujud cairan dan tidak larut dalam air. Asam lemak yang terbentuk kemudian dipisahkan dan selanjutnya dilakukan esterifikasi. Asam lemak sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu kemudian ditambahkan 5 gram metanol dan 1,25 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Setelah itu campuran direfluks pada suhu  $60-65^{\circ}\text{C}$  selama 8 jam, kemudian didinginkan lalu dipindahkan ke dalam corong pisah. Selanjutnya ester dicuci sampai netral dan dipisahkan kembali dari air, lalu dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous dan disaring.

### **3. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Mahoni**

#### **a. Transesterifikasi Minyak Biji Mahoni Menggunakan Katalis Basa**

Minyak biji mahoni sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga, kemudian dipanaskan sampai suhu  $60^{\circ}\text{C}$ . Setelah itu, larutan yang terdiri dari 0,1 gram KOH dalam 5 gram metanol dimasukkan ke dalam labu. Semua campuran direfluks selama 2 jam kemudian didinginkan sehingga mencapai suhu ruangan. Setelah dingin, campuran dipindahkan ke corong pisah lalu dicuci menggunakan aquades sampai netral. Setelah itu campuran dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous, lalu disaring.

**b. Transesterifikasi Minyak Biji Mahoni Menggunakan Katalis Asam**

Minyak biji mahoni sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga kemudian ditambahkan 19,2 gram metanol dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Campuran direfluks selama 8 jam. Setelah dingin, campuran dipindahkan ke corong pisah lalu dicuci menggunakan aquades sampai netral. Setelah itu campuran dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous, lalu disaring.

**c. Transesterifikasi Minyak Biji Mahoni Menggunakan Bentonit Sebagai Katalis**

Minyak biji mahoni sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu dasar bulat lalu ditambahkan 1 gram bentonit dan dipanaskan. Setelah suhu mencapai  $60^\circ\text{C}$ , 19,2 gram metanol p.a ditambahkan kemudian dilakukan refluks selama 8 jam. Setelah didinginkan, bentonit dipisahkan dari campuran dengan cara disaring. Campuran dipindahkan ke dalam corong pisah lalu dicuci menggunakan aquades dan dipisahkan kembali dari air, kemudian dikeringkan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous dan disaring.

**d. Esterifikasi Asam Lemak Bebas dari Minyak Biji Mahoni Menggunakan Katalis Asam**

Minyak biji mahoni sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam labu dasar bulat kemudian ditambahkan 60 mL larutan  $\text{NaOH}$  7 M dan 5 mL metanol. Campuran direfluks pada suhu  $60-65^\circ\text{C}$  selama 9 jam sampai terbentuk sabun. Setelah itu sabun dipisahkan dan ditimbang massanya. Kemudian dilakukan hidrolisis terhadap sabun dengan cara

mereaksikannya dengan larutan HCl 4 M yang massanya dlebihkan 10% secara stoikiometris. Campuran diaduk sambil dipanaskan sampai terbentuk asam lemak yang berwujud cairan dan tidak larut dalam air. Asam lemak yang terbentuk kemudian dipisahkan dan selanjutnya dilakukan esterifikasi. Asam lemak sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam labu kemudian ditambahkan 5 gram metanol dan 1,25 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Setelah itu campuran direfluks pada suhu 60-65<sup>0</sup>C selama 8 jam, kemudian didinginkan lalu dipindahkan ke dalam corong pisah. Selanjutnya ester dicuci sampai netral dan dipisahkan kembali dari air, lalu dikeringkan menggunakan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous dan disaring.

#### **4. Analisis *Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GCMS)**

Pada tahap akhir semua produk reaksi dianalisis menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GCMS) untuk mengetahui komposisi senyawa dalam produk.