

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia dan Biokimia Teknologi Hasil Pertanian Universitas Lampung dan Laboratorium Rekayasa Proses Institut Pertanian Bogor. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2011 sampai Februari 2012.

#### 3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jelantah yang berasal dari sisa menggoreng somai dengan tiga kali penggorengan, metanol teknis, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 50%, NaOH, aquades dan bahan kimia untuk analisis. Alat yang digunakan dalam penelitian yaitu peralatan untuk membuat MES dan peralatan untuk analisis sampel. Peralatan untuk membuat MES terdiri dari rangkaian alat sulfonasi atau *sulfonation apparatus* (terdiri dari labu tiga leher 500 ml, termometer, *hot plate* yang dilengkapi *magnetic stirrer*, motor pengaduk, dan kondensor), neraca analitik, gelas arloji, gelas ukur 100 ml, gelas ukur 10 ml, labu Erlenmeyer, *sentrifuge* dan pH meter. Peralatan untuk analisis sampel adalah tensiometer du Nuoy, neraca analitik, piknometer, refraktometer, dan pipet.

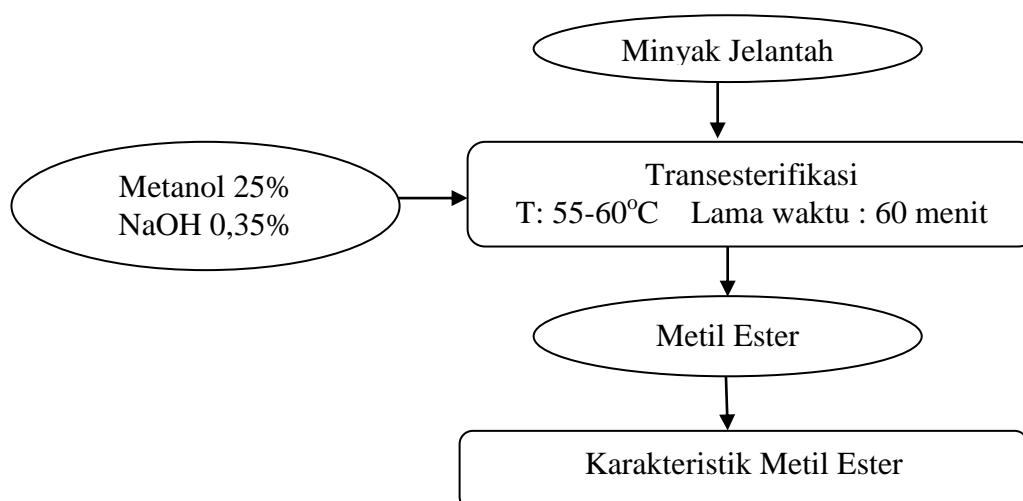
### **3.3. Metode Penelitian**

Faktor yang diteliti pada penelitian ini adalah konsentrasi  $H_2O_2$  (v/v) yaitu 11 % (K1), 13 % (K2), 15 % (K3), 17 % (K4) dan 19 % (K5). Perlakuan disusun secara non faktorial dalam Rancangan Acak Kelompok Lengkap (RAKL) dengan tiga kali ulangan. Kesamaan ragam data diuji dengan uji Bartlett dan kemenambahan data diuji dengan Uji Tukey. Data hasil pengamatan karakteristik MES dari minyak jelantah dilakukan sidik ragam untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan antarperlakuan. Data diolah lebih lanjut dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) pada taraf nyata 0,05.

### **3.4. Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.4.1. Pembuatan metil ester**

Metil ester dari bahan dasar minyak jelantah dibuat melalui proses transesterifikasi (Gambar 10, Lampiran). Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 55-60°C selama 1 jam dengan menambahkan larutan metoksida dengan konsentrasi sebesar 0,35% dari berat minyak, dan metanol adalah 25% dari berat minyak. Setelah itu dilakukan pemisahan metil ester dan gliserol (Gambar 11, Lampiran). Diagram alir proses pembuatan metil ester dari minyak jelantah dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Proses pembuatan metil ester dari minyak jelantah

Sumber: Widyastuti, 2007 (yang dimodifikasi)

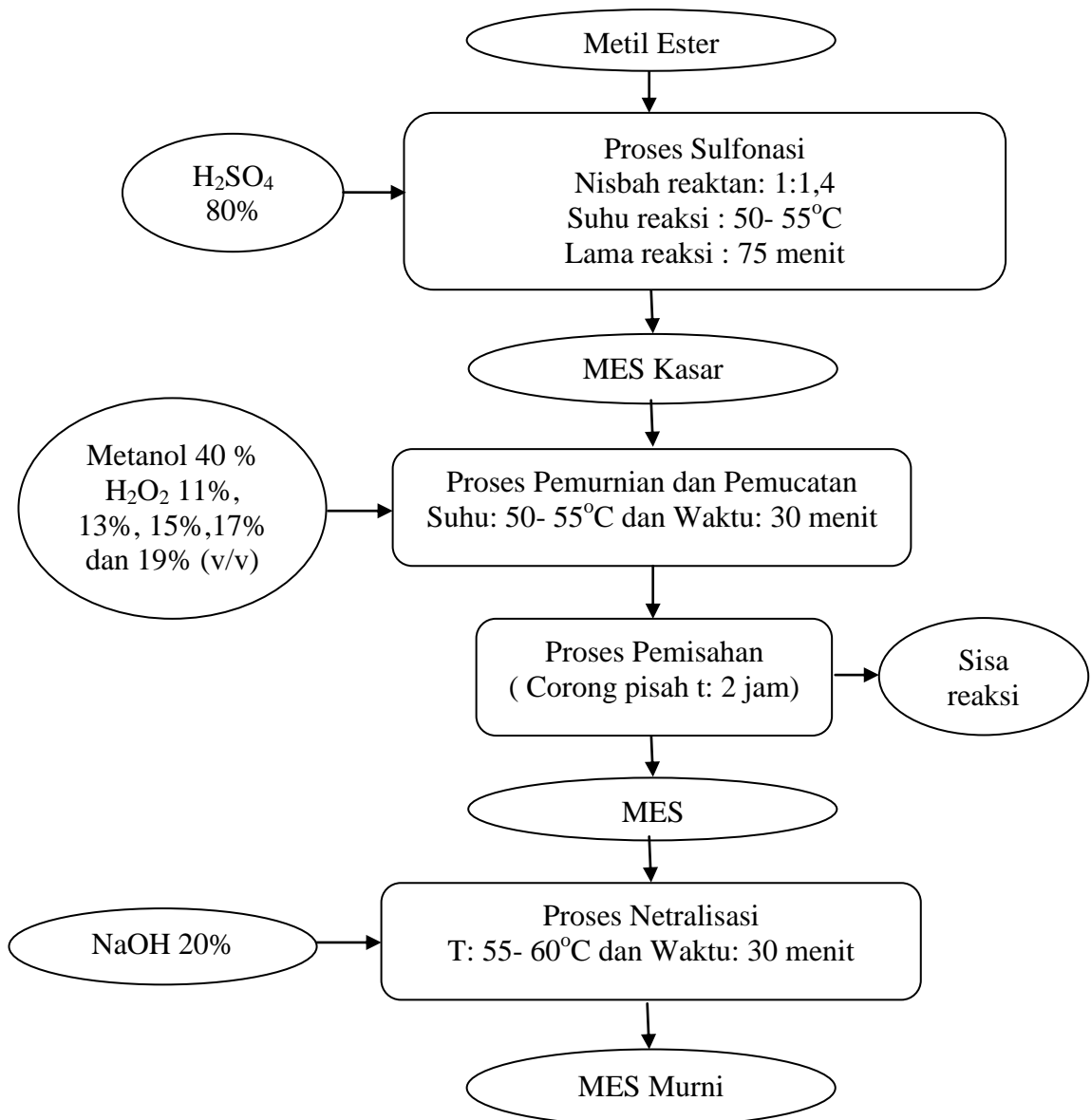
#### 3.4.2. Pembuatan metil ester sulfonat

Proses pembuatan MES melalui beberapa tahap yaitu sulfonasi, pemurnian, dan penetralan. Reaksi sulfonasi antara metil ester dengan reaktan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dilakukan berdasarkan hasil penelitian Luciana (2011) (Gambar 12, Lampiran). Metil ester dari minyak jelantah dipanaskan pada suhu 50- 55°C ditambahkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  80% dengan nisbah 1:1,4 direaksikan pada labu leher tiga berkondensor dengan lama reaksi 75 menit. Setelah itu dilakukan proses pemurnian dan pemucatan dengan menggunakan metanol 40% dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  11 %, 13 %, 15 %, 17 % dan 19 % (v/v) dengan menggunakan suhu 55°C selama 0,5 jam (Gambar 13, Lampiran). MES hasil proses pemucatan selanjutnya dipisahkan dari produk sampingnya dengan menggunakan labu pemisah. Proses pemisahan dilakukan dengan cara MES dibiarkan dalam labu pemisah selama 2 jam. Produk samping MES dapat berupa air, metanol, asam peroksida dan asam sulfat yang tidak bereaksi. Selama pemisahan akan terbentuk dua lapisan cairan yang terpisah. Lapisan cairan yang berada di

bawah yang diambil dan selanjutnya dilakukan proses akhir yaitu proses netralisasi dengan NaOH 20% pada suhu 50°C selama 0,5 jam (Gambar 14, Lampiran).

Setelah proses netralisasi didapatkan MES murni (Gambar 15, Lampiran).

Diagram alir proses produksi MES dari metil ester minyak jelantah dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Diagram alir proses tahapan penelitian pembuatan MES dari minyak jelantah dengan menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Sumber : Rivai, 2004 (yang dimodifikasi)

### **3.5. Pengamatan**

#### **3.5.1. Tegangan permukaan**

Metode pengujian dilakukan untuk menentukan tegangan permukaan larutan surfaktan dengan menggunakan alat Tensiometer Du-Nuoy. Larutan yang digunakan adalah akuades dan larutan surfaktan sebanyak 10%. Peralatan dan wadah yang digunakan harus dalam keadaan bersih. Posisi alat diatur supaya horizontal dengan waterpass dan diletakkan pada tempat yang aman. Larutan contoh dimasukkan ke dalam gelas dan diletakkan pada dudukan (platform) pada tensiometer. Suhu cairan pada sampel diukur dan dicatat. Selanjutnya cincin platinum dicelupkan ke dalam sampel tersebut (lingkaran cincin tercelup 3-5 mm dibawah permukaan cairan). Skala vernier tensiometer diset pada posisi nol dan jarum petunjuk harus berada pada garis berimpit dengan garis pada kaca. Selanjutnya platform diturunkan secara perlahan, dan pada saat yang bersamaan skrup kanan diputar sampai film cairan tepat putus. Pada saat ini dilakukan pembacaan skala. Pengujian dilakukan minimal dua kali pengulangan. Kemudian dibandingkan nilai tegangan permukaan antara sebelum dan sesudah ditambahkan surfaktan.

#### **3.5.2. Stabilitas emulsi**

Kestabilan emulsi diukur antara air dengan toluen. Toluena dengan air dicampur dengan perbandingan 6 : 4. Campuran kemudian dikocok selama 5 menit menggunakan vortex mixer. Konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah

1 mL. Jumlah emulsi yang terbentuk setelah penambahan surfaktan dibandingkan dengan emulsi yang terbentuk setelah 24 jam (Modifikasi ASTM D 1436, 2001).

### 3.5.3. Berat jenis

Prosedur berat jenis dianalisis menggunakan prosedur AOAC 1995. Pengukuran berat jenis dilakukan dengan menggunakan piknometer. Piknometer dibersihkan dengan aquades, lalu dimasukkan ke dalam oven yang bersuhu 105°C selama 2 jam. Pengukuran dilakukan pada suhu ruangan 20°C. Piknometer ditimbang, lalu bahan dimasukkan ke dalam piknometer sampai penuh, lalu ditutup, dan sisa bahan yang keluar dilap dengan tisu. Setelah itu piknometer yang berisi bahan ditimbang. Setelah itu dihitung nilai berat jenis bahan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Berat Jenis} = \frac{A - B}{C}$$

Di mana : A = berat piknometer yang berisi bahan  
B = berat piknometer kosong  
C = kapasitas volume piknometer

### 3.5.4. Warna

Warna MES diukur dengan menggunakan uji skoring. Pengujian dilakukan dengan menggunakan 20 panelis. Bentuk respon digunakan dalam bentuk angka. Selang angka yang digunakan antara 1 hingga 5. Nilai 1 menyatakan warna hitam, nilai 2 menyatakan warna coklat, nilai 3 menyatakan warna kuning, nilai 4 menyatakan warna agak putih, dan warna 5 menyatakan warna putih. Contoh kuesioner uji warna Metil Ester Sulfonat (MES) dari minyak jelantah disajikan pada Tabel 16 dalam Lampiran.