

III. METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analisis Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Universitas Lampung. Penelitian ini telah dilaksanakan pada Maret 2014 sampai dengan Mei 2015.

3.2. Alat dan Bahan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah (PKO) yang diperoleh langsung dari PTPN VII Unit Usaha Bekri Lampung Tengah, metanol teknis dan metanol absolut, NaOH, H₂SO₄, 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 (terdiri dari labu tiga leher 500 mL, termometer, *hot plate*, yang dilengkapi *magnetic stirrer*, kondensor, dan motor pengaduk), gelas arloji, neraca analitik, gelas ukur 100 mL, labu erlenmeyer, sentrifuge, dan PH meter. Peralatan untuk analisis sampel neraca analitik, piknometer, oven dan refraktometer.

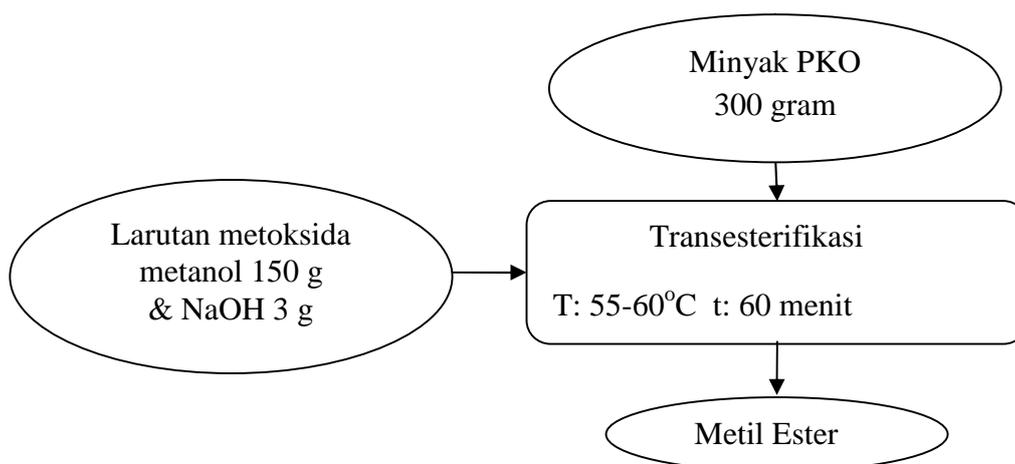
3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini disusun secara faktorial dalam Rancangan Acak Kelompok Lengkap (RAKL) dengan tiga kali ulangan. Faktor perlakuan pertama adalah perbandingan rasio mol antara metil ester dan H_2SO_4 80% yaitu dengan rasio 1:1,11 (K1), 1:1,25 (K2), 1:1,43 (K3), dan 1:1,67 (K4) masing-masing setara dengan nisbah metil ester terhadap H_2SO_4 0.9, 0.8, 0.7, dan 0.6. Faktor perlakuan kedua yaitu lama sulfonasi 30 menit (W1), 50 Menit (W2), 70 menit (W3) dan 90 menit (W4). Kesamaan ragam diuji dengan uji Bartlet. Data dianalisis dengan sidik ragam untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan antar perlakuan. Data kemudian diolah lebih lanjut dengan perbandingan Ortogonal polynomial pada taraf nyata 5%.

3.4. Pelaksanaan Penelitian

3.4.1. Pembuatan Metil Ester

Metil ester dari bahan baku media hasil sisa etanolisis PKO dibuat melalui proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi dilakukan dengan membuat larutan metoksida yaitu campuran metanol dan NaOH 1% (b/b minyak) dilakukan pada suhu 55-60°C selama 1 jam diagram alir proses pembuatan metil ester dari PKO (Gambar 4).

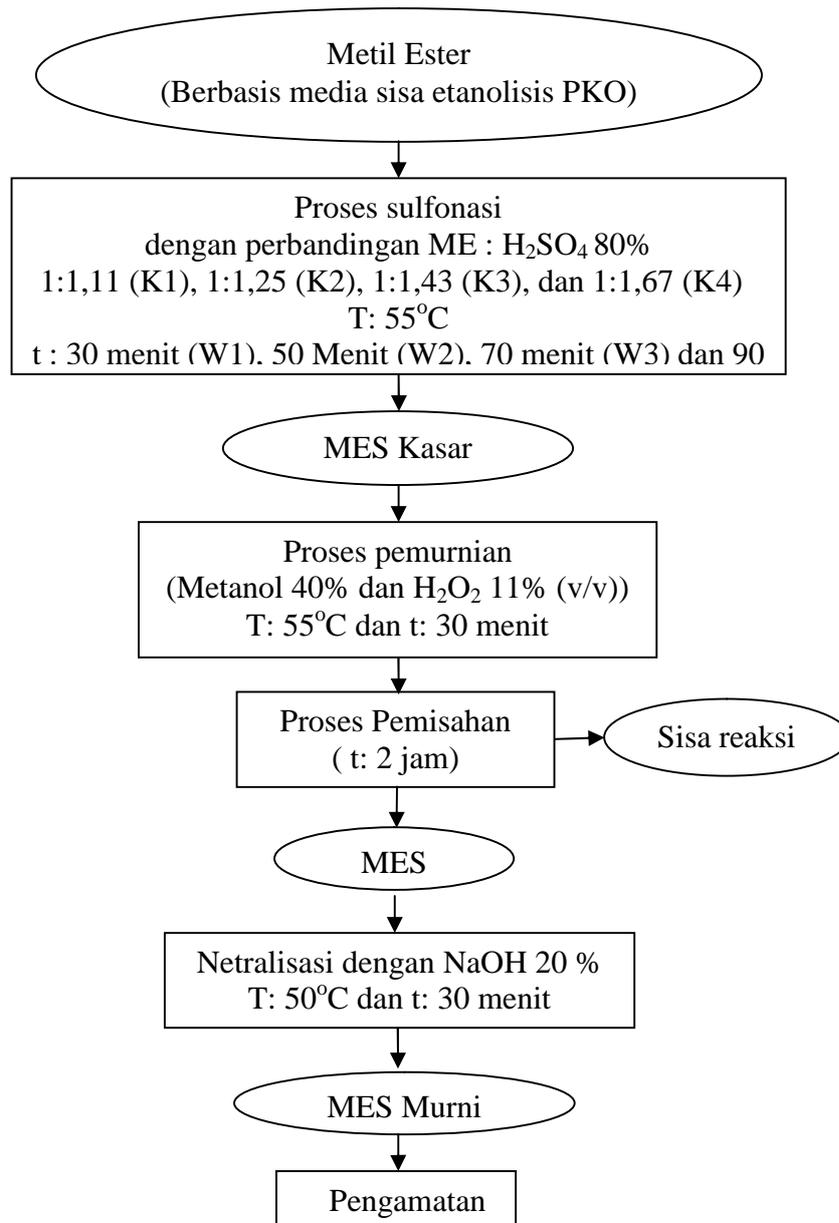


Gambar 4. Proses pembuatan metil ester dari minyak inti sawit (PKO)

Sumber: Wijayanti, 2008 (yang dimodifikasi)

3.4.2. Pembuatan Metil Ester Sulfonat

Proses pembuatan metil ester sulfonat (MES) melalui beberapa tahap yaitu sulfonasi, pemurnian, dan penetralan. Reaksi sulfonasi antara metil ester dengan reaktan H_2SO_4 merupakan tahapan utama proses pembuatan MES. Metil ester dari minyak PKO dipanaskan pada suhu 55°C dengan perbandingan rasio mol PKO dan H_2SO_4 80% yaitu 1:1,11 (K1), 1:1,25 (K2), 1:1,43 (K3), dan 1:1,67 (K4) atau setara dengan nisbah 0,9 (K1), 0,8 (K2), 0,7 (K3), dan 0,6 (K4). Direaksikan pada labu leher tiga berkondensor dengan lama sulfonasi 30 (W1), 50 (W2), 70 (W3) dan 90 menit (W4). Setelah itu dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan metanol 40% dan H_2O_2 11% (v/v) berdasarkan penelitian Andriza (2012) menggunakan suhu 55°C selama 30 menit dan selanjutnya dilakukan proses akhir yaitu proses netralisasi dengan NaOH 20% pada suhu 50°C selama 30 menit. Analisis yang dilakukan terhadap produk MES yang dihasilkan meliputi stabilitas emulsi, indeks bias, uji berat jenis dan bilangan asam. Diagram alir pembuatan MES dari sisa etanolisis PKO (Gambar 5).



Gambar 5. Diagram alir proses produksi MES dari metil ester PKO dengan menggunakan H_2SO_4

Sumber: Rivai, 2004 (yang dimodifikasi MES berbasis media sisa hasil etanolisis PKO)

3.5. Pengamatan

3.5.1. Stabilitas Emulsi

Kestabilan emulsi diukur antara air dengan toluene. Toluene dengan air dicampur dengan perbandingan 3 : 2. Campurkan kemudian dikocok selama 5 menit dengan menggunakan vortex mixer. Pemisahan emulsi antar toluene dengan air diukur berdasarkan lamanya pemisahan antar fasa. Konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah 0,5 mL. Lamanya fasa sebelum ditambahkan surfaktan dibandingkan dengan sesudah ditambahkan surfaktan. (Modifikasi ASTM D 1436, 2000).

$$\% \text{ Stabilitas} = \frac{\text{Tinggi (keseluruhan-pemisahan)}}{\text{tinggi keseluruhan}} \times 100\%$$

3.5.2. 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 :

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

Keterangan : A = berat piknometer yang berisi bahan

B = berat piknometer kosong

C = kapasitas volume piknometer

2.5.3. Bilangan Asam

Pengujian bilangan asam menggunakan metode uji AOAC, 1995. Sebanyak 10-20 gram bahan ditimbang di dalam erlenmeyer 200 mL. Ditambahkan 50 mL alkohol netral 95 persen, kemudian dipanaskan selama 10 menit dalam penangas air sambil diaduk. Larutan ini dititrasi dengan menggunakan KOH 0,1 N dengan indikator larutan phenolptalein 1 persen di dalam alkohol, sampai tepat terlihat warna merah jambu. Setelah itu dihitung jumlah miligram KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 gram bahan.

$$\text{Bilangan asam (acid value)} = \frac{A \times N \times 56,1}{G}$$

Keterangan: A = Jumlah mL KOH untuk titraai

N = normalitas larutan KOH

G = bobot contoh (gram)

56,1 = bobot molekul KOH

3.5.4. Indeks Bias

Indeks bias ditetapkan dengan alat refraktometer pada suhu 20°C . Refraktometer dibersihkan dahulu dengan alkohol menggunakan tisu sebelum pengujian. Satu tetes sampel ditempatkan pada refraktometer untuk kemudian dilakukan pembacaan skala yang tampak pada refraktometer (Ketaren, 1986).