

### III. METODE PENELITIAN

#### A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan yaitu pada bulan Juni hingga Nopember 2012, bertempat di Laboratorium Fungsionalisasi Polimer Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung. Analisis produk transesterifikasi dan karakterisasi SEM/EDS dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung, analisis GC-MS di Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

#### B. Alat dan Bahan

##### 1. Alat-alat yang digunakan

Alat - alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *Gas Chromathography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) model GC-MS QP2010S SHIMADZHU, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectrometer* (SEM-EDS) JEOL tipe JSM-6360 LA, *X-Ray Difraktometer* (XRD), *viscometer*, *furnace*, desikator, *hotplate stirrer*, *water bath*, ultrasonikator, termometer, oven, pH meter, alat vakum, dan peralatan gelas.

##### 2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain minyak kelapa sawit, minyak jarak, metanol teknis, sekam padi, KOH teknis, NaOCl, HNO<sub>3</sub> (p.a), TiCl<sub>3</sub> (p.a), dan akuades.

## **C. Prosedur penelitian**

### **1. Preparasi Sekam Padi**

Langkah awal dalam penelitian ini adalah preparasi sampel sekam padi. Sebanyak 100 gram sekam padi direndam dalam air panas selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut air yang merupakan bahan pengotor dalam proses ekstraksi silika. Sekam padi kemudian disaring dan dicuci lagi secara berulang dengan cara disiram dengan air panas untuk menghilangkan pengotor bahan organik larut air yang masih diperkirakan menempel pada permukaan sekam padi. Kemudian, sekam padi yang telah bebas dari pengotor dikeringanginkan dan selanjutnya sekam padi siap digunakan untuk ekstraksi silika.

### **2. Ekstraksi Silika dengan Metode Presipitasi**

Metode ekstraksi silika dalam penelitian ini mengadopsi metode ekstraksi yang telah digunakan sebelumnya oleh Daifullah *et al.*, (2004) dan Pandiangan dkk., (2008). Sebanyak 50 gram sekam padi yang telah bebas dari pengotor bahan organik larut air direndam dalam 500 mL larutan KOH dengan konsentrasi 1,5% kemudian dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit. Selanjutnya, sampel disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Untuk mengendapkan silika, filtrat kemudian ditambahkan larutan asam HNO<sub>3</sub> 10% secara bertahap hingga terbentuk endapan silika dalam bentuk gel dan pH pengendapan silika mencapai 7,0. Gel silika kemudian didiamkan (dituakan) selama 24 jam pada suhu kamar. Selanjutnya gel silika disaring dan dicuci dengan akuades panas di dalam pompa vakum hingga air cucian bersifat netral. Silika yang diperoleh

kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam dan dihaluskan.

### **3. Pembuatan katalis Ti-Silika dengan Metode Ultrasoun yang Dipadukan dengan Metode Sol – Gel**

Preparasi katalis Ti-silika dilakukan dengan mengadopsi metode sintesis katalis Ti yang telah dilakukan sebelumnya oleh Chai (2005). Sebanyak 11,86 mL (5 % berat silika) larutan dopan  $TiCl_3$  ditambahkan ke dalam 600 mL sol silika. Larutan diaduk dengan ultrasonikator sampai larutan hampir membentuk gel. Kemudian larutan sol silika ditambahkan  $HNO_3$  10% sambil diaduk dengan menggunakan magnetik stirer selama 3 jam supaya distribusi logam dapat merata di dalam sol hingga gel terbentuk. Gel kemudian dituakan (didiamkan) dalam suhu kamar selama 1 hari, kemudian gel disaring dengan bantuan pompa vakum, sambil dicuci dengan akuades panas hingga air cucian bersifat netral (dipantau dengan pH meter). Gel dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam untuk menghilangkan air. Prekursor Ti-silika kering kemudian dihaluskan dan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 700°C.

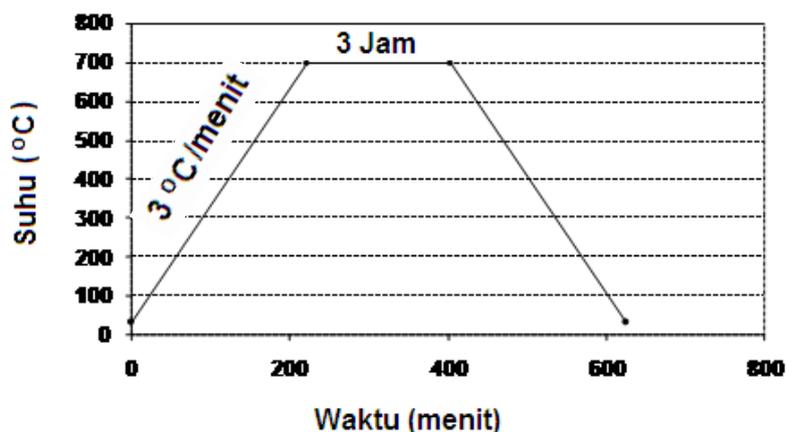
### **4. Kalsinasi Katalis**

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* Lento 3508 yang diprogram sesuai dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi dilakukan pada katalis logam-silika ( $Ti-SiO_2$ ) yang berbentuk serbuk dengan suhu 700°C dibiarkan selama 3 jam, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Sampel disiapkan.
2. Sampel dimasukkan ke dalam tungku pemanas (*furnance*).

3. Alat tungku dihubungkan dengan sumber tegangan, kemudian *setting* alat dalam keadaan hidup atau "ON".
4. Tungku diatur (*setting*) sesuai dengan perlakuan pada sampel.
5. Tungku pemanas dimatikan ketika proses telah selesai.
6. Sampel dikeluarkan dari tungku pemanas.

Pertama-tama sampel dipanaskan dari suhu 30°C hingga mencapai suhu 700°C dengan kenaikan suhu 3°C/menit. Setelah mencapai suhu target (700°C) suhu ditahan selama 3 jam (180 menit). Selanjutnya alat *furnace* akan menghentikan pemicu kenaikan dan penahanan suhu, dan secara otomatis suhu di dalam *furnace* akan turun kembali secara perlahan hingga mencapai suhu kamar (30°C).



**Gambar 8.** Grafik proses pemanasan untuk sampel yang dikalsinasi dengan suhu 700 °C

## 5. Karakterisasi Katalis

### a. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Pada penelitian ini karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel Ti-silika,

apakah sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber sinar radiasi menggunakan  $K_{\alpha}$  dari Cu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat).
2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian dilekatkan pada sampel *stand* di bagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada software pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
6. Sampel dari sampel holder diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

#### **b. Karakterisasi dengan SEM/EDS**

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan ukuran partikel. Analisis menggunakan SEM ini dilakukan pada sampel katalis Ti-silika yang dikalsinasi pada suhu 900°C. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada spesimen holder (*Dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada holder kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.
3. Sampel dimasukkan dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layer SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM.
7. Pemotretan gambar SEM.

## 7. Uji reaksi transesterifikasi

Untuk mengevaluasi unjuk kerja katalis yang telah dibuat, serangkaian percobaan transesterifikasi dilakukan mengikuti metode yang digunakan sebelumnya (Darnoko *et al.*, 2000; Ogawa *et al.*, 2004; Abreua *et al.*, 2004; Kusmiyati, 1999).

### a. Pengaruh nisbah katalis terhadap minyak kelapa sawit

Percobaan dilakukan dengan memvariasikan jumlah katalis yaitu 5 dan 10 % yang ditambahkan ke dalam minyak sawit dan metanol dengan perbandingan mol 1:8, kemudian direfluks dan dilakukan pengadukan pada suhu 60°C selama 15 menit. Sebagai parameter ukur keberhasilan reaksi adalah rendemen reaksi produk yang dihasilkan. Dari serangkaian percobaan ini diperoleh nisbah katalis terbaik terhadap minyak nabati.

### **b. Pengaruh nisbah minyak nabati terhadap metanol**

Percobaan dilakukan dengan bervariasi mol minyak nabati terhadap metanol yaitu 1:4; 1:6; dan 1:8. Ke dalam campuran kemudian ditambahkan katalis dengan jumlah katalis terbaik berdasarkan percobaan sebelumnya.

Percobaan selanjutnya dilakukan seperti pada percobaan sebelumnya. Dari serangkaian percobaan ini diperoleh nisbah minyak nabati terbaik terhadap jumlah metanol.

### **c. Pengaruh waktu**

Untuk percobaan ini dilakukan menggunakan kondisi optimum yang telah diperoleh dari percobaan a, dan b. Percobaan dilakukan dengan waktu yang berbeda, yakni 15, 30, dan 45 menit, untuk mendapatkan waktu terbaik.

## **8. Analisis produk reaksi transesterifikasi**

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromathography-Mass Spectroscopy* (GC-MS). Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen dalam produk, dan secara khusus untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat dalam minyak nabati mampu diubah menjadi mono ester. Adapun langkah-langkah penggunaan GC-MS sebagai berikut:

1. Transformator/power supply dinyalakan, kemudian tombol “on” ditekan pada alat GC-MS, berturut-turut untuk power pada *Ion Gauge (I.G.)*, *MS*, dan *GC*. Gas He dialirkan, dan dihidupkan pula komputer, monitor, dan printer.
2. Dipilih menu Class-5000, klik *vacuum control*, dan *auto start up* dijalankan.

3. *GC-MS monitor* diaktifkan, set temperatur injector, kolom, dan detector.  
Kemudian ditunggu hingga tekanan vakum di bawah 5 kPa
4. *Tuning* diaktifkan, diklik *auto tune*, *load method* yang akan digunakan, kemudian diklik *start* dan ditunggu beberapa saat sampai hasilnya diprint-out, setelah selesai diklik *close tuning*
5. *Method development* diaktifkan, set GC parameter, set MS parameter, save method yang telah dideskripsikan, kemudian diklik *exit*.
6. *Real Time Analysis* diaktifkan, dipilih *single sample* parameter, kemudian diisi dengan deskripsi yang diinginkan
7. Dilakukan *Send Parameter*, ditunggu sampai GC dan MS *ready*, kemudian dilakukan injeksi sampel.
8. Ditunggu sampai analisis selesai
9. *Post Run Analysis* diaktifkan, kemudian dipilih *Browser* untuk analisis sampel secara kualitatif.
10. Dilakukan pengaturan *peak top comment (peak label)*, dan *reintegrasi Load file* yang dianalisis. Kemudian dipilih *display spectrum search* pada peak tertentu dan dilakukan *report* pada bagian yang diinginkan.
11. Untuk mengakhiri, temperatur injektor, kolom, dan detektor pada GC-MS monitor didinginkan sampai temperatur ruangan (30 °C). Bila sudah tercapai, *vacum control* diklik dan dilakukan *auto shut down*. Perangkat alat dimatikan dengan urutan : komputer, GC, MS, IG, dan gas He.