

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan yaitu pada bulan Juni hingga Desember 2012, bertempat di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung. Analisis produk transesterifikasi dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung dan GC-MS di Universitas Gajah Mada, Yogyakarta. Karakterisasi menggunakan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) dilakukan di Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, karakterisasi menggunakan SEM dan XRD dilakukan di Universitas Lampung, Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *Gas Chromathography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) QP2010S SHIMADZHU, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) MA10-14-37 ZEI SS EVO, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) , *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) NOVA-1000 versi 2.2, *viscometer*, *furnace*,

desikator, *hotplate stirrer*, *water bath*, *thermometer*, oven, pH meter, alat vakum, dan peralatan gelas.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sekam padi, magnesium nitrat heksahidrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), larutan KOH 5 %, larutan HNO_3 10 %, *aquades*, dan minyak kelapa sawit.

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 HNO₃ 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 Sol Silika Sekam Padi

Sebanyak 20 gram silika sekam padi hasil ekstraksi dimasukkan ke dalam 600 ml larutan KOH 5% kemudian dipanaskan hingga mendidih selama 6 jam sambil diaduk menggunakan *hotplate stirer*.

4. Pembuatan Magnesium silikat (MgO-SiO₂) dengan Metode Sol-Gel

Dalam penelitian ini disintesis katalis berbasis silika sekam padi dengan menggunakan logam aktif yaitu MgO menggunakan metode sol-gel. Untuk mensintesis katalis dengan dopan MgO (katalis MgO-Silika) yaitu dengan cara mencampurkan Mg(NO₃)₂.6H₂O dengan sol silika (60:40), digunakan sol silika berbanding tersebut karena pada penelitian terdahulu telah melakukan

percobaan pembuatan sol silika dengan variasi komposisi 40:60, 50:50, dan 60:40 dan hasil yang baik pada variasi tersebut adalah 60:40 (Hamdila, 2012), kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 6 jam kemudian ditambahkan HNO₃ 10 % setetes demi setetes hingga sol berubah menjadi gel. Gel dibiarkan selama 24 jam (*aging*) lalu disaring dan dibilas dengan akuades kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 6 jam lalu dihaluskan.

5. Kalsinasi Katalis

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* Lento 3508 yang diprogram sesuai dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi dilakukan pada katalis logam-silika (MgO-SiO₂) yang berbentuk serbuk dengan suhu 700°C ditahan selama 3 jam untuk dapat memastikan apakah silika masih dalam fasa amorf dan katalis bersifat kristalin karena menurut penelitian sebelumnya Anggraini (2010) pada suhu kalsinasi 550-700°C silika dalam bentuk amorf dengan langkah-langkah sebagai berikut:

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

6. Karakterisasi Katalis

a. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengkarakterisasi struktur kristal dari Katalis MgO-silika dengan aktivitas terbaik. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter, Bandung. Adapun langkah-langkah dalam analisis ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel disiapkan dan diletakkan pada *sample holder*.
2. Menyalakan komputer XRD dan menyesuaikan parameter pada XRD disesuaikan dengan kondisi yang diinginkan, meliputi *scan mode*, rentang sudut, kecepatan scan, memberikan nama dan nomor file.
3. Menjalankan kontrol XRD yang berada pada komputer.
4. Menunggu sampai proses analisis (scan) selesai. Setelah proses analisa selesai maka diperoleh data berupa grafik dan data puncak-puncaknya.
5. Sampel diambil kembali dari *sample holder* setelah pengukuran selesai.

b. Karakterisasi dengan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*)

Analisis BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori sampel silika (kontrol) dan sampel katalis logam-silika yang mempunyai aktivitas terbaik dalam reaksi esterifikasi.

Karakterisasi ini dilakukan dengan langkah kerja sebagai berikut:

1. Tombol pemilih adsorbat dipastikan pada arah tank.
2. Gas nitrogen dari tabung dialirkan dengan memutar (berlawanan arah jarum jam) kran tabung gas.
3. Listrik dihidupkan dengan menghidupkan stabilizer.
4. Pompa vakum dihidupkan dengan menekan tombol merah pada magnetik kontaktor.
5. Power alat dihidupkan, kemudian ditunggu sampai muncul menu utama pada layar LCD.
6. Pengukuran yang diinginkan dilakukan dengan mengikuti menu program pada layar LCD.

c. Karakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Karakterisasi dengan FT-IR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi silika dan silika-katalis. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung. Tahapan analisis FTIR katalis MgO-silika adalah sebagai berikut: beberapa gram sampel dan MgO padat dihaluskan bersama-sama (perbandingan g katalis dan g MgO adalah 1 : 100). Sampel yang telah

digerus dengan MgO kemudian dibentuk *pellet*. *Pellet* sampel dalam MgO selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah sampel dan dianalisis.

d. Karakterisasi dengan SEM/EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*)

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan ukuran partikel. Analisis menggunakan SEM ini dilakukan pada sampel katalis MgO-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 SE

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 1,3 dan 5 % yang ditambahkan ke dalam minyak kelapa sawit dan metanol dengan perbandingan mol 1:4, kemudian dilakukan pengadukan sambil direfluks dengan waktu 30 menit pada suhu 60°C. Sebagai parameter ukur keberhasilan reaksi adalah rendemen reaksi produk yang dihasilkan. Dari serangkaian percobaan ini diperoleh nisbah katalis terbaik terhadap minyak nabati.

b. Pengaruh suhu reaksi

Percobaan ini dilakukan menggunakan kondisi optimum yang telah diperoleh dari Percobaan a, dengan suhu yang berbeda, yakni 50, 60 dan 70°C. Dari serangkaian percobaan ini diperoleh suhu terbaik reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.

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 biodiesel

Untuk mengevaluasi kelayakan biodiesel sebagai bahan bakar aplikasi, sampel yang sama juga dianalisis untuk menentukan parameter teknis meliputi *flash point*, *cetane number*, viskositas dan angka asam berdasarkan SNI 04-7182-2006.

9. Analisis produk reaksi transesterifikasi

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit 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 analisa 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 dianalisa. Kemudian dipilih *display spectrum search* pada peak tertentu dan dilakukan *report* pada bagian yang diinginkan.

Untuk mengakhiri, temperatur injector, kolom, dan detector 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.