

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan yaitu dari bulan Mei sampai Oktober 2015, bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, oven, mortar, ayakan dengan ukuran 120 μm , *thermometer*, viskometer, alat refluks, penangas, *magnetic stirrer*, peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Gas Chromatography -Mass Spectroscopy* (GC-MS), *Particle Size Analyzer* (PSA), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain CaCO_3 , sekam padi, larutan HNO_3 10 %, akuades, indikator universal, kertas saring, metanol, larutan NaOH 1,5 %, 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.*, 2003 dan Pandiangan dkk, 2008). Sebanyak 50 gram sekam padi yang telah bebas dari pengotor bahan organik larut air direndam dalam 500 mL larutan NaOH dengan konsentrasi 1,5% kemudian dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit, 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 NaOH 1,5% kemudian diaduk menggunakan *hotplate stirer* hingga larut.

4. Pembuatan Katalis CaO/SiO₂

Sebanyak 600 mL sol silika yang telah dibuat ditambahkan CaCO₃ yang telah dilarutkan dengan larutan HNO₃ 10% secara bertahap hingga mengental dan *distirrer* selama 3 jam pada suhu ruang, dan didiamkan selama 24 jam. Endapan kalsium silikat kemudian disaring dengan kertas saring dan dioven pada suhu 110 °C hingga kering. Katalis yang diperoleh selanjutnya dihaluskan menggunakan mortar hingga menjadi bubuk. Katalis CaO/SiO₂ yang dibuat yaitu 5, 10, 15, 20 dan 25% dengan perbandingan CaO dengan SiO₂ yang telah ditentukan.

5. Kalsinasi Katalis

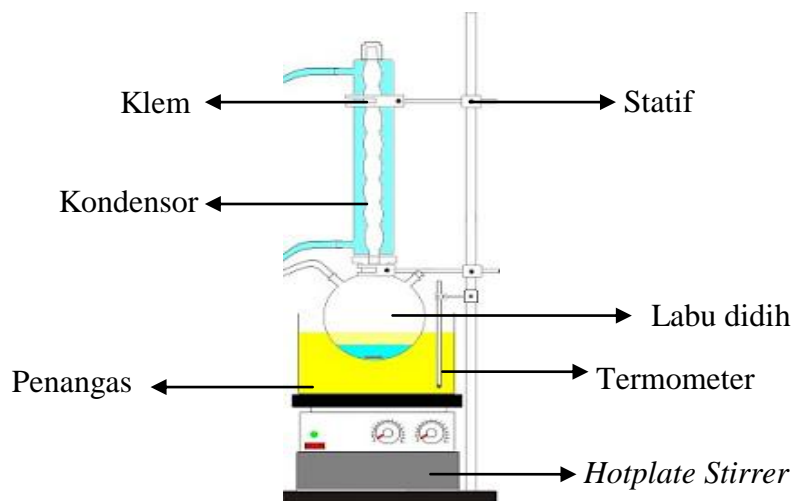
Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* yang dapat disesuaikan dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi katalis CaO/SiO₂ yang berbentuk serbuk dilakukan dengan suhu 600 °C dan ditahan selama 4 jam untuk menjaga agar silika masih dalam fasa amorf dan kalsium telah berubah menjadi CaO.

Sampel dipanaskan dari suhu ruang hingga mencapai suhu 600 °C dengan kenaikan suhu 10°C/menit. Setelah mencapai suhu yang diinginkan (600 °C) suhu ditahan selama 4 jam.

6. Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas dilakukan menggunakan perangkat percobaan seperti dalam Gambar

7



Gambar 7. Perangkat percobaan reaksi transesterifikasi

Percobaan ini dilakukan dengan menggunakan jumlah katalis sebesar 5% yang ditambahkan ke dalam minyak kelapa sawit dan metanol dengan perbandingan mol 1:4 dan diaduk sambil direfluks pada suhu 70 °C selama 240 menit.

Parameter keberhasilan reaksi adalah rendemen produk yang dihasilkan, yang dihitung menggunakan persamaan:

$$\% \text{ konversi} = \frac{\text{Mol Biodiesel}}{\text{Mol Minyak}} \times 100 \quad (2)$$

Dalam persamaan di atas, mol biodiesel dihitung berdasarkan massa molar metil oleat dan mol minyak berdasarkan massa molar asam oleat.

7. Karakterisasi Biodiesel

a. Analisis Viskositas Biodiesel

Viskositas diukur dengan menggunakan viskometer Ostwald, seperti ditunjukkan dalam Gambar 8, di bawah pengaruh gravitasi pada suhu yang telah ditentukan.



Gambar 8. Viskometer Ostwald (alat untuk mengukur viskositas)

Langkah-langkah untuk analisis viskositas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Sampel disaring dengan filter berukuran 75 μm .
2. Viskometer diisi dengan contoh lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada 15-100 $^{\circ}\text{C}$ hingga diperoleh kisaran waktu 30 menit).
3. Pada kondisi viskometer telah mencapai kondisi yang diinginkan maka ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan dengan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas (m).
4. Sampel dibiarkan turun serta dihitung waktu sampai tanda batas (n) (waktu yang diukur adalah waktu minus untuk melewati waktu dari sasaran pertama (m) menuju waktu sasaran kedua (n)).

Pengukuran dilakukan dua kali. Nilai viskositas kemudian dihitung dengan rumus :

$$\mu = C \times t \quad (3)$$

Keterangan :

μ : viskositas kinematik (mm²/s)

C : konstanta kalibrasi viskometer (mm²/s²)

t : waktu alir sampel dari batas atas ke batas bawah (s)

b. Analisis Densitas Biodiesel

Penentuan densitas dilakukan berdasarkan prinsip kerja yaitu perbandingan massa contoh tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Langkah-langkah untuk analisis intensitas biodiesel adalah sebagai berikut :

1. Piknometer kosong dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu.
2. Lalu piknometer diisi dengan akuades suhu 20 °C kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu 25 °C selama 30 menit.
3. Piknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat akuades diperoleh dari selisih berat piknometer berisi akuades dan berat piknometer kosong).
4. Pada tahap selanjutnya sampel minyak didinginkan sampai suhu 20 °C.
5. Kemudian minyak dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.

6. Bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer ditempatkan di dalam *water bath* pada suhu konstan 25 °C selama 30 menit.
7. Piknometer diangkat dari *water bath* lalu dikeringkan, dan ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

Densitas dihitung dengan rumus :

$$\text{Densitas} = \frac{w_1}{w_2} \times \rho_{\text{air}} \quad (4)$$

Keterangan :

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat akuades (g)

ρ_{air} : densitas air (g/mL)

c. Analisis *Gas Chromathography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromathography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) menggunakan perangkat GC-MS QP2010S SHIMADZU dengan kolom AGILENTJ%W DB-1, yang memiliki panjang 30 meter dan diameter dalam 0,25 mm. Analisis digunakan dengan He sebagai gas pembawa dan pengion elektron (EI), suhu kolom :50.0 °C, dan suhu injeksi :300.00 °C.

8. Karakterisasi Katalis

a. Karakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi senyawa menggunakan sinar radiasi infra merah.

Langkah-langkah yang dilakukan dengan menggunakan FTIR adalah sebagai berikut:

1. Sedikit sampel padat (kira-kira 1 - 2 mg), kemudian ditambahkan bubuk KBr murni (kira-kira 200 mg) dan diaduk hingga rata. Campuran ini kemudian ditempatkan dalam cetakan dan ditekan dengan menggunakan alat tekanan mekanik. Tekanan ini dipertahankan beberapa menit, kemudian sampel (pelet KBr yang terbentuk) diambil dan kemudian ditempatkan dalam tempat sampel pada alat spektroskopi inframerah untuk dianalisis.
2. Alat FTIR di 'ON'-kan , serta alat komputer juga di 'ON' kan.
3. Alat komputer di klik ganda shortcut, ditunggu beberapa saat sampai keluar "dialog box", diklik ok. Menu pada layar di klik "FTIR 2000" pada menu instrumen, diklik "BK6 Start" untuk memulai pengukuran.
4. Spektra pada layar ditunggu sampai menghilang, ditempatkan sampelsiap ukur pada tempat sampel dari alat inferometer, diisi dialog box dengan identitas sampel, diklik "sampel start", ditunggu spektra yang diperoleh. Spektra yang diperoleh muncul di layar, diklik peak tabel "pada menu "calc" untuk memunculkan harga bilangan gelombang, treshold dan norse level ditentukan untuk mengatur pemunculan harga bilangan gelombang.

b. Karakterisasi Dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu sintering terhadap struktur kristalografi sampel katalis, apakah sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber sinar radiasi menggunakan K_{α} 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* dibagian 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 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
 6. Sampel dari sampel holder diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.
- c. Karakterisasi Dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectrometer* (SEM/EDX)**

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan ukuran partikel. Analisis SEM-EDX ini dilakukan pada zeolit sintetik yang telah memberikan unjuk kerja terbaik. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM-EDX 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-paladium* 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-EDX dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM-EDX.
7. Pemotretan gambar SEM-EDX.

d. Karakterisasi dengan *Particle Size Analyzer (PSA)*

Untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari katalis CaO/SiO₂ yang akan digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit maka dilakukan analisis menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*) dengan menggunakan alat Beckman Coulter serta menggunakan aquades sebagai pendispersinya. Analisis ini akan dilakukan di Laboratorium Terapan dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung mengikuti prosedur yang diterapkan oleh institusi tersebut.