

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan selama 6 bulan yaitu dari bulan Mei s.d. Oktober 2015, bertempat di Laboratorium Kimia Polimer Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Sedangkan analisis PSA, SEM-EDS, dan XRD di lakukan di Balai Penelitian Pasca Panen, Laboratorium Nanoteknologi Bogor dan KG-SM di Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ,penangas, *magnetic stirrer*, oven, peralatan gelas, mortar dan pastel,alat vakum,thermometer, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) ZEISS tipe EVO MA10 dengan *software Manual Smart V ESPRIT QUANTAX,X-Ray Diffraction* (XRD) Bruker dengan tipe D8 Advance, *Particle Size Analyzer* (PSA) Malvern dengan tipe Nano-ZS, dan Kromatografi Gas- Spektroskopi Massa (KG-SM) model QP2010S SHIMADZU.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam padi, asap cair (Kosasih, 2014), larutan NaOH 1,5%, aquades, magnesium nitrat heksahidrat ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, pH universal, kertas saring.

C. Prosedur Penelitian

1. Ekstraksi Silika dari sekam padi

Untuk mendapatkan filtrat dari sekam yang mengandung silika maka perlu dilakukan proses ekstraksi silika dari sekam padi. Proses ekstraksi dilakukan dengan ekstraksi alkalis mengadopsi metode yang digunakan sebelumnya (Daifullah *et al.*, 2002; Pandiangan dkk., 2009). Sebanyak 100 gram sekam padi direndam dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 1,5%, kemudian dipanaskan hingga mendidih dan dibiarkan hingga 30 menit. Sampel kemudian disaring untuk mendapatkan filtrat (sol silika). Sol silika selanjutnya diasamkan dengan menambahkan asap cair sedikit demi sedikit menggunakan Buret dengan 4 variasi laju tetesan yaitu 1 mL/menit, 3mL/menit, 4mL/menit dan 5mL/ menit, hingga pH sol menjadi sekitar 7.

Pengasaman ini akan mengubah sol menjadi gel silika. Gel didiamkan selama 24 jam untuk proses penuaan (*Ageing*) kemudian dicuci dengan aquades panas hingga air cucian bersifat netral, lalu gel direndam dengan pemutih (*Bayclin*) selama semalam. Setelah itu dicuci kembali dengan aquades sampai bersih. Kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 12 jam, lalu digerus hingga menjadi bubuk.

2. Pembuatan Katalis dengan Metode Sol-Gel

Pada pembuatan katalis MgO-SiO_2 , dilakukan dengan dua tahap, yakni pembuatan sol silika sekam padi dan pembuatan katalis dengan penambahan dopan MgO . Pada tahap 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 stirrer* hingga larut. Pada tahap pembuatan katalis, sebanyak 600 mL sol silika yang telah dibuat, ditambahkan 25,641 gram $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan stirer. Gel yang terbentuk kemudian disaring untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam gel. Gel kemudian dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam gel. Selanjutnya katalis MgO-SiO_2 yang diperoleh digerus hingga menjadi bubuk.

3. Kalsinasi Katalis

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* Lento 3508 yang dapat disesuaikan dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi katalis heterogen yang berbentuk serbuk dilakukan dengan suhu 600°C dan ditahan selama 4 jam untuk dapat memastikan apakah silika masih dalam fasa amorf dan katalis bersifat kristalin.

Berikut ini adalah langkah-langkah penggunaan *furnace*:

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

Sampel dipanaskan dari suhu 25°C hingga mencapai suhu 600°C dengan kenaikan suhu 10°C/menit. Setelah mencapai suhu yang diinginkan (600°C) suhu ditahan selama 4 jam (240 menit). Selanjutnya alat *furnace* akan menghentikan pemicu kenaikan dan penahanan suhu, kemudian secara otomatis suhu di dalam *furnace* akan turun kembali secara perlahan hingga mencapai suhu kamar (25°C).

4. Uji Reaksi Transesterifikasi

Untuk menguji aktivitas katalis MgO-SiO₂, dilakukan serangkaian percobaan transesterifikasi menggunakan metode yang telah dilakukan sebelumnya yaitu metode refluks (Kouzu *et al.*, 2008; Moradi *et al.*, 2014).

a. Penentuan Waktu Reaksi Optimum

Untuk menentukan waktu reaksi optimum, dilakukan percobaan menggunakan katalis yang memiliki unjuk kerja terbaik pada waktu yang berbeda, yakni 120, 180, dan 240 menit, sementara kondisi reaksi lainnya dipertahankan.

5. Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel yang dihasilkan pada penelitian ini, selanjutnya diuji berbagai parameter kimia dan fisik biodiesel untuk menentukan kualitas biodiesel dan karakterisasi biodiesel. Karakterisasi biodiesel meliputi Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-MS) dan penentuan kualitas biodiesel meliputi *flash point*, viskositas dan massa jenis berdasarkan SNI 04-7182-2006.

a. Karakterisasi Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-MS)

Produk yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak nabati dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS). Percobaan dilakukan menggunakan metode yang telah digunakan sebelumnya (Darnoko et al., 2000; Ogawa et al., 2004; Abreua et al., 2004; Kusmiyati, 1999). Dimana percobaan dilakukan dengan menggunakan jumlah katalis sebesar 5% dengan perbandingan mol minyak kelapa dan metanol 1:4, suhu yang digunakan sebesar 70⁰C dengan waktu transesterifikasi selama 120 menit. Hasil yang diperoleh selanjutnya dianalisis dengan KG-SM untuk memastikan bahwa asam lemak dalam minyak kelapa telah dikonversi menjadi metil esternya. Langkah-langkah penggunaan KG-SM sebagai berikut :

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

3. KG-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 di *print-out*, setelah selesai diklik *close tuning*
5. *Method development* diaktifkan, set KG parameter, set SM parameter, *save method* yang telah dideskripsikan, kemudian di klik *exit*.
6. *Real Time Analysis* diaktifkan, dipilih *single sample* parameter, kemudian di isi dengan deskripsi yang di inginkan
7. Dilakukan *Send Parameter*. ditunggu sampai KG dan SM *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 injektor, kolom, dan detektor pada KG-SM monitor didinginkan sampai temperatur ruangan (30 °C). Bila sudah tercapai, *vakum control* diklik dan dilakukan *auto shut down*. Perangkat alat dimatikan dengan urutan : komputer, KG, SM, IG, dan gas He.

b. Uji Kualitas Biodiesel

Produk yang dihasilkan pada penelitian ini, diuji kualitasnya dengan beberapa parameter, yakni *flash point*, viskositas, dan densitas yang didasarkan pada SNI 04-7182-2006.

6. Karakterisasi Katalis

a. Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakteristik dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel katalis, apakah sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber radiasi menggunakan K dari Cu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang 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 geniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, member nama cuplikan dan member 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 tertentu dapat dicetak oleh mesin printer
6. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

b. Karakterisasi dengan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy*)

Analisis menggunakan SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan, ukuran partikel, dan unsur-unsur yang terkandung dalam sampel. Analisis menggunakan SEM-EDS ini dilakukan pada semua sampel katalis yang dihasilkan. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM-EDS ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada *specimen holder* (*Dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada *holder* kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.
3. Sampel dimasukkan dalam mesin *couting* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-palladium* 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-EDS dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.

6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM-EDS.

7. Pemotretan gambar SEM-EDS.

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

Karakterisasi dilakukan di laboratorium analisis dengan alat PSA. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel silika dan katalis logam-silika. Nilai konsentrasi partikel dalam larutan sintesis ditentukan menggunakan konsentrasi suspensi padat (g suspensi padat/g larutan sintesis) dan median diameter massa dalam larutan sintesis menggunakan DLS. Konsentrasi suspensi padat dibagi dengan densitas *framework* FAU 1.9×10^{-21} g/nm³ dan volume partikel rata-rata dalam larutan untuk memberikan jumlah partikel per gram dari larutan sintesis (Holmberg, 2003). Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan PSA adalah sebagai berikut:

1. Sampel dimasukkan ke dalam dispersan berupa *aquades* pH 7 lalu ditempatkan di dalam kuvet sebanyak 3 mL.
2. Kuvet kemudian dilalui sinar tampak sehingga terjadi difraksi.
3. Pengukuran ukuran partikel memanfaatkan prinsip penghamburan cahaya tampak ini, *output* yang dihasilkan berupa grafik distribusi ukuran partikel.