

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat**

Penelitian ini dilakukan pada bulan April–September 2013 bertempat di Laboratorium Kimia dan Biokimia, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

Adapun alat- alat yang digunakan pada penelitian ini adalah sentrifuser, kondensor, *hotplate dan stirrer*, termokopel, pipet tetes, *aluminium foil*, labu erlenmeyer, gelas ukur, piknometer, timbangan analitik, corong pemisah, spatula, corong, buret, statif dan klem, *stopwatch*, sarung tangan, masker, dan *falling balls viscometers Gilmont Instruments GV-2100*.

Adapun bahan- bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak jelantah kerupuk dari Pabrik Kerupuk di Sukarame (3 liter), metanol (1 liter), NaOH (16 gram), aquadest, larutan PP (Phenophthalein), *Isoprophyl Alcohol (IPA)*.

#### **3.3 Parameter Perlakuan**

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan dua variabel perlakuan dimana masing- masing variabel menggunakan tiga taraf.

## a. Waktu reaksi

- 5 menit
- 10 menit
- 30 menit

## b. Suhu reaksi

- 45°C
- 55°C
- 65°C

Adapun rancangan percobaan yang dilakukan pada penelitian ini adalah 9 perlakuan dan 3 kali ulangan (Tabel 10).

Tabel 1. Perlakuan

Suhu (°C)	Waktu Reaksi		
	5 menit	10 menit	30 menit
45	T <sub>1</sub> t <sub>1</sub>	T <sub>1</sub> t <sub>2</sub>	T <sub>1</sub> t <sub>3</sub>
55	T <sub>2</sub> t <sub>1</sub>	T <sub>2</sub> t <sub>2</sub>	T <sub>2</sub> t <sub>3</sub>
65	T <sub>3</sub> t <sub>1</sub>	T <sub>3</sub> t <sub>2</sub>	T <sub>3</sub> t <sub>3</sub>

### 3.4 Prosedur Penelitian

Proses pembuatan biodiesel ini terdiri dari beberapa tahap yaitu pembuatan larutan standar 0,025 N, titrasi, pembuatan larutan metoksi untuk proses esterifikasi, pembuatan larutan metoksi untuk proses transesterifikasi, dan pembuatan biodiesel.

### 3.4.1 Pembuatan larutan standar NaOH 0,025 N

Pembuatan larutan standar 0,025 N dilakukan dengan cara mencampurkan 1000 ml aquadest dengan 1 gram NaOH. Kemudian larutan diaduk hingga tercampur rata. Larutan ini digunakan dalam proses titrasi untuk menentukan kandungan asam lemak bebas yang terdapat pada minyak jelantah maupun biodiesel.

Normalitas larutan standar dihitung dengan menggunakan rumus:

$$N = \frac{\text{gram NaOH}}{Mr \text{ NaOH}} \times \frac{1000 \text{ (ml)}}{V \text{ pelarut (ml)}} \dots\dots\dots (2)$$

dimana: N = normalitas larutan standar NaOH (N)

V = volume air (ml)

Mr = berat molekul NaOH

### 3.4.2 Titrasi

Titrasi bertujuan untuk mengetahui banyaknya katalis yang diperlukan (X) untuk pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dan dihitung dari:

$$X = \text{NaOH}_{\text{tit}} + 3,5 \text{ gram} \dots\dots\dots (3)$$

Dimana  $\text{NaOH}_{\text{tit}}$  adalah massa NaOH (gram) yang diperlukan dalam titrasi.

Adapun proses titrasi menurut Melvin Emil Simanjuntak (2005) adalah:

- 1) Lakukan standarisasi NaOH 0,025 N yaitu dengan cara mencampurkan 1000 ml aquadest dengan 1 gram NaOH. Larutan diaduk hingga tercampur rata.

- 2) 1 ml minyak jelantah, 10 ml IPA (*Isoprophyl Alcohol*), dan 2 tetes indikator dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer 30 ml sedangkan larutan standar NaOH 0,025 N dimasukkan ke dalam buret.
- 3) Larutan pada gelas erlenmeyer dititrasi dengan menggunakan larutan standar NaOH 0,025 N sampai larutan berwarna merah jambu dan bertahan sampai 15 detik.
- 4) Larutan standar NaOH yang terpakai dihitung dan dicatat hasilnya.

Proses titrasi juga bertujuan untuk menentukan kadar asam lemak bebas (FFA) yang terkandung dalam minyak jelantah. Kadar asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak jelantah dapat dihitung dengan:

$$\% \text{ FFA} = \frac{(\text{ml NaOH} + 3,5) \times N \times \text{BM FFA}}{M \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

dimana:

ml NaOH	=	jumlah ml NaOH untuk titrasi (ml)
N	=	normalitas larutan NaOH (gram/liter)
M	=	berat sampel minyak (gram)
BM FFA	=	bobot molekul FFA (280,77)

### 3.4.3 Pembuatan larutan metoksi untuk proses transesterifikasi

Pembuatan larutan metoksi melalui proses transesterifikasi ini dapat dilakukan jika kadar FFA pada minyak jelantah lebih kecil dari 5 %, namun jika kadar FFA pada minyak jelantah lebih besar dari 5 % maka akan dilakukan proses esterifikasi terlebih dahulu kemudian dilanjutkan dengan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi pada pembuatan biodiesel ini menggunakan perbandingan molar

antara minyak jelantah terhadap metanol 1:6 (Felizardo *et al.*, 2005). Adapun proses pembuatannya adalah:

- 1) 22 ml metanol (6 mol) dan 0,55 gram NaOH (banyaknya katalis yang dihitung dari persamaan (2)) dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer yang di dalamnya telah terdapat *magnetic stirrer*.
- 2) Larutan diaduk hingga tercampur rata selama kurang lebih 5 menit.
- 3) Larutan yang telah teraduk rata disimpan dalam wadah tertutup agar metanol tidak menguap.

#### **3.4.4 Pembuatan biodiesel**

Menurut Rao *et al.* (2007), tahapan pembuatan biodiesel adalah:

- 1) 100 ml (1 mol) minyak jelantah dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer yang didalamnya sudah terdapat *magnetic stirrer* (jika kandungan FFA yang terdapat dalam minyak jelantah lebih besar dari 5%, maka harus dilakukan proses esterifikasi terlebih dahulu. Larutan yang dihasilkan dari proses esterifikasi yang akan dilanjutkan ke proses transesterifikasi).
- 2) Labu erlenmeyer diletakkan di atas *hotplate stirrer* dan dipanaskan hingga minyak mencapai suhu yang dikehendaki.
- 3) Larutan metoksi dimasukkan ke dalam minyak jelantah dan diaduk dengan menggunakan *hotplate stirrer* selama waktu yang telah ditentukan serta kecepatan pengadukan yang tidak terlalu kencang.
- 4) Setelah proses pengadukan selesai, larutan dituangkan ke dalam corong pemisah dan didiamkan selama 4–12 jam sampai terjadi pengendapan

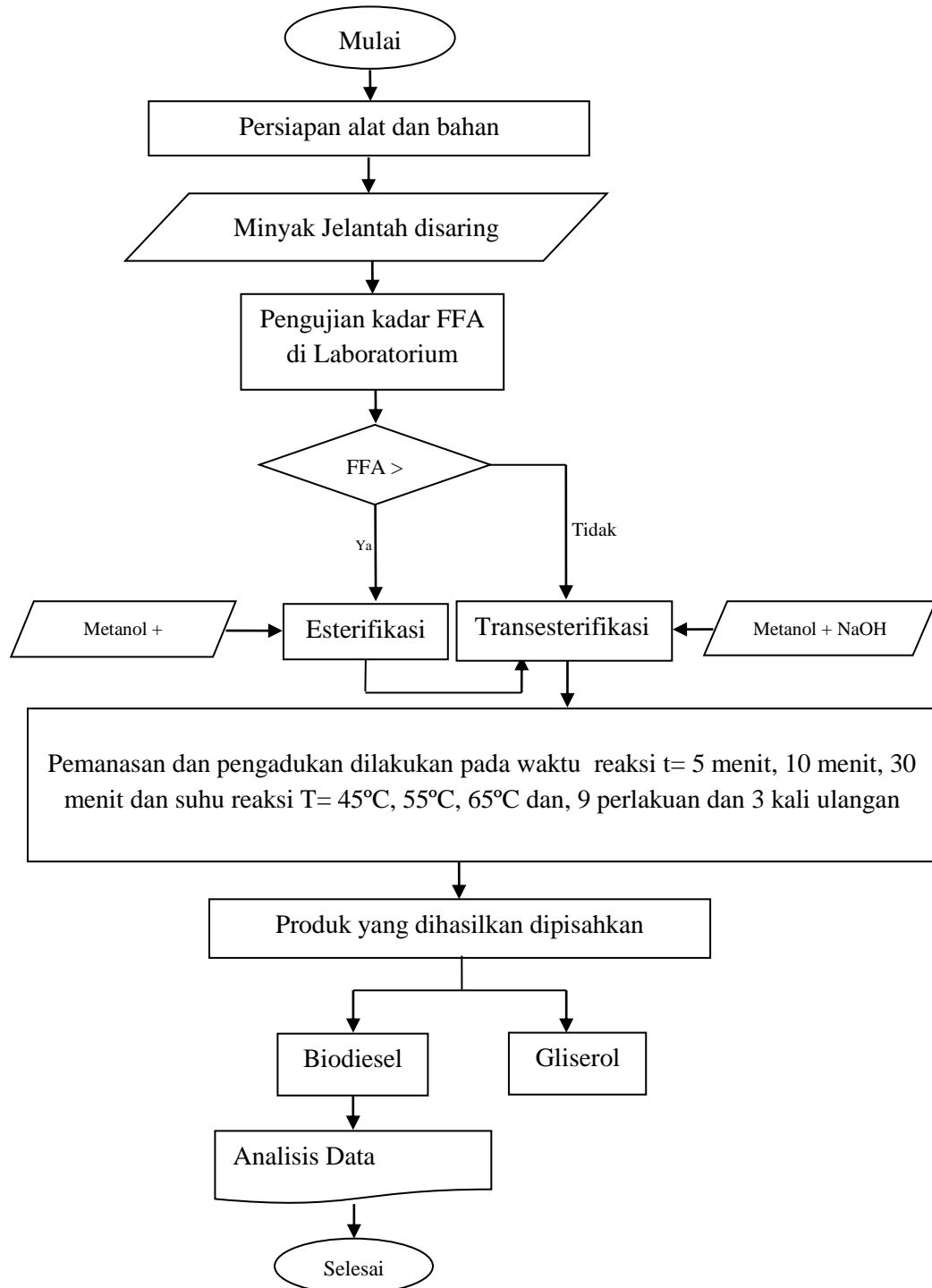
(pengendapan ditandai dengan dua lapisan berbeda warna dengan lapisan gelap berada di bawah yang disebut dengan gliserol dan lapisan atas berwarna bening yang disebut dengan biodiesel).

- 5) Gliserol dan biodiesel dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah.
- 6) Biodiesel yang dihasilkan dicuci dengan menggunakan aquadest yang telah dipanaskan dan diaduk hingga rata (pencucian bertujuan untuk membuang sisa-sisa katalis yang masih terdapat pada biodiesel (Gerpen, 2005)). Kemudian larutan didiamkan selama 10 menit. Pencucian diulangi lagi sampai air cucian berwarna bening.
- 7) Biodiesel dipisahkan dari air dengan menggunakan corong pemisah.
- 8) Biodiesel yang telah dicuci diukur massa jenis ( $\rho$ ), viskositas ( $\mu$ ), bilangan asam, dan diuji nyalanya dengan menggunakan lampu selama 30 menit.
- 9) Percobaan dilakukan dengan suhu dan waktu yang bervariasi ( $T_{1t_1}$ ,  $T_{1t_2}$ ,  $T_{1t_3}$ ,  $T_{2t_1}$ ,  $T_{2t_2}$ ,  $T_{2t_3}$ ,  $T_{3t_1}$ ,  $T_{3t_2}$ ,  $T_{3t_3}$ ) dan dilakukan masing-masing dengan 3 kali ulangan.

Hasil biodiesel yang diperoleh dibandingkan dengan hasil biodiesel dari seluruh perlakuan.

### 3.4.5 Diagram Alir

Tahapan-tahapan pembuatan biodiesel dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 1. Diagram Alir Prosedur Penelitian

### 3.5 Pengamatan

Pengamatan yang dilakukan pada penelitian ini adalah analisis rendemen biodiesel, analisis massa jenis, analisis viskositas, dan analisis bilangan asam dengan prosedur pengujian sebagai berikut:

#### 3.5.1 Analisis Rendemen Biodiesel

Analisis rendemen dilakukan dengan cara biodiesel dipisahkan dari gliserol yang tersisa dalam labu pemisah selama 12 jam kemudian dicuci. Pencucian biodiesel kotor dilakukan dengan menggunakan air hangat. Air yang masih tersisa dalam biodiesel kemudian dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah. Kualitas biodiesel yang diperoleh kemudian dianalisa. Penghitungan rendemen biodiesel dilakukan menggunakan rumus:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Bobot biodiesel setelah pencucian (g)}}{\text{Bobot minyak jelantah (g)}} \times 100\% \quad \dots\dots \quad (5)$$

#### 3.5.2 Analisis Massa Jenis

Analisis massa jenis dilakukan dengan pengukuran piknometer. Massa jenis biodiesel dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\rho_{\text{Biodiesel}} = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots \quad (6)$$

dimana:  $\rho_{\text{Biodiesel}}$  = massa jenis biodiesel (g/ml)  
 $m$  = massa sampel biodiesel (g)  
 $V$  = volume sampel biodiesel (ml)

#### 3.5.3 Analisis Viskositas



Alat *falling ball viscometer* dibersihkan dibiarkan hingga mengering. Sampel biodiesel dimasukkan ke dalam alat tersebut secara hati-hati hingga melebihi batas titik awal  $\pm 1$  cm. Kemudian dimasukkan bola besi dengan cara memiringkan alat tersebut dan ditutup dengan rapat hingga tidak ada larutan yang menetes keluar. Lalu alat diputar  $180^\circ\text{C}$  dan *stopwatch* dijalankan tepat saat bola bergerak dari titik awal. Waktu yang dibutuhkan oleh bola tersebut untuk bergerak hingga garis batas akhir diukur ( $t_0$ ). Viskositas biodiesel dapat dihitung dengan rumus:

$$\mu = k (\rho_{\text{bola}} - \rho_{\text{biodiesel}}) t_0 \dots\dots\dots (7)$$

dimana:  $\mu$  = viskositas (cSt)  
 $\rho_{\text{bola}}$  = massa jenis bola (8,02 gram/ml)  
 $\rho_{\text{biodiesel}}$  = massa jenis biodiesel (gram/ml)  
 $k$  = koefisien bola (0,01336)  
 $t_0$  = waktu aliran larutan (s)

### 3.5.4 Analisis Bilangan Asam

- 1) Lakukan standarisasi NaOH 0,025 N yaitu dengan cara mencampurkan 1000 ml aquadest dengan 1 gram NaOH. Larutan diaduk hingga tercampur rata.
- 2) 1 ml minyak jelantah, 10 ml IPA (*Isoprophyl Alcohol*), dan 2 tetes indikator dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer 30 ml sedangkan larutan standar NaOH 0,025 N dimasukkan ke dalam buret.

- 3) Larutan pada gelas erlenmeyer dititrasi dengan menggunakan larutan standar NaOH 0,025 N sampai larutan berwarna merah jambu dan bertahan sampai 15 detik (Simanjuntak, 2005).
- 4) Larutan standar NaOH yang terpakai dihitung dan dicatat hasilnya.
- 5) Dilakukan penetapan dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Bilangan Asam} = \frac{\text{ml NaOH} \times N \times \text{BM NaOH}}{M \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (8)$$

dimana: ml NaOH = jumlah ml NaOH untuk titrasi (ml)  
 N = normalitas larutan NaOH (mol/ml)  
 M = berat sampel (gram)  
 BM NaOH = bobot molekul NaOH (gram/mol)

### 3.6 Analisis data

Data hasil penelitian akan dipersentasikan ke dalam bentuk kurva dan tabel dengan menggunakan analisis ragam dan dilakukan uji lanjut menggunakan uji beda nyata terkecil (BNT) pada taraf 1% - 5%. Pengujian yang dilakukan pada biodiesel yang dihasilkan adalah analisis rendemen biodiesel, analisis massa jenis, analisis viskositas dan analisis bilangan asam.