

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli – September 2013 bertempat di Laboratorium Pengolahan Limbah Pertanian, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian dan Laboratorium Teknologi Sumber Daya Air dan Lahan Jurusan Teknik Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Lampung, Bandar Lampung.

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

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, timbangan, erlenmeyer 250 ml, k o n d e n s o r , *thermokopel*, *stopwatch*, spatula, *ultrasonic cleaner* (cole-parmer 8890) , *falling balls viscometers*, buret, *stirrer*, piknometer, gelas beker, botol bening, karet silikon, pipet tetes, sentrifuser, timbangan analitik, selang air, sarung tangan, masker, aluminium foil, statif dan klem.

Bahan yang digunakan adalah minyak jelantah yang didapat dari industri rumah tangga pembuatan kerupuk di Sukarame, Bandar Lampung, metanol teknis, NaOH teknis, isopropil alkohol (IPA) teknis, air mengalir sebagai pendingin, aquadest, dan indikator PP (Phenolphalein).

### 3.3 Parameter Perlakuan

Penelitian ini dilakukan dengan frekuensi gelombang ultrasonik sebesar 42 KHz. Dengan menggunakan perlakuan secara faktorial dalam rancangan kelompok teracak lengkap dengan tiga kali ulangan (Tabel 6). Faktor pertama adalah rasio molar\* (M) yang terdiri dari tiga perbandingan yaitu volume larutan metoksi 11 ml dengan volume minyak jelantah 100 ml untuk rasio molar 3:1 ( $M_1$ ), volume larutan metoksi 16,5 ml dengan volume minyak jelantah 100 ml untuk rasio molar 4,5:1 ( $M_2$ ), dan volume larutan metoksi 22 ml dengan volume minyak jelantah 100 ml untuk rasio molar 6:1 ( $M_3$ ). Faktor kedua adalah lama waktu reaksi (L) dengan tiga taraf yaitu 5 menit ( $L_1$ ), 10 menit ( $L_2$ ) dan 30 menit ( $L_3$ ).

Tabel 1. Perlakuan

Rasio molar (M)	Waktu Reaksi (L)		
	5 menit	10 menit	30 menit
3:1	$M_1L_1$	$M_1L_2$	$M_1L_3$
4,5:1	$M_2L_1$	$M_2L_2$	$M_2L_3$
6:1	$M_3L_1$	$M_3L_2$	$M_3L_3$

### 3.4 Prosedur Penelitian

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

---

\* Dalam skripsi ini rasio molar merupakan perbandingan antara mol metanol terhadap mol minyak jelantah

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

Pembuatan larutan standar 0,025 N dilakukan dengan mencampurkan 1000 ml aquadest ditambah dengan 1 gram NaOH. Kemudian larutan diaduk hingga tercampur rata menggunakan *stirrer*. 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:

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

dimana: N = normalitas larutan standar NaOH (N)

V = volume air (ml)

Mr = berat molekul NaOH

### 3.4.2 Proses 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.

Sementara 3,5 gram adalah ketetapan penambahan katalis untuk minyak jelantah.

Adapun proses titrasi menurut Simanjuntak (2005) adalah:

- 1) Larutan standarisasi NaOH 0,025 N didapat dengan cara mencampurkan 1000 ml aquadest dengan 1 gram NaOH. Larutan diaduk hingga tercampur rata menggunakan *stirrer*.

- 2) Kemudian 1 ml minyak jelantah, ditambah 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 yang telah dikaitkan dengan statif dan klem.
- 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:

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

dimana:

ml NaOH	=	jumlah ml NaOH untuk titrasi (ml)
N	=	normalitas larutan NaOH (mol)
BM trigliserida	=	bobot molekul (280,77)
$\rho_{\text{Biodiesel}}$	=	massa jenis minyak (gram/ml)

#### 3.4.3 Pembuatan larutan metoksi untuk proses transesterifikasi

Pembuatan larutan metoksi melalui proses transesterifikasi 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. Adapun proses pembuatannya adalah:

- 1) 11 ml metanol (3 mol) dan 0,55 gram NaOH (banyaknya katalis yang dihitung dari persamaan (3)) untuk rasio molar 3:1, 16,5 ml metanol (4,5 mol) dan 0,55 gram NaOH untuk rasio molar 4,5:1, 22 ml metanol (6 mol) dan 0,55 gram NaOH untuk rasio molar 6:1, dimasukkan ke dalam gelas beker 50 ml yang di dalamnya telah terdapat *magnetic stirrer*.
- 2) Larutan diaduk menggunakan *stirrer* 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 Proses produksi biodiesel

Tahapan produksi biodiesel adalah:

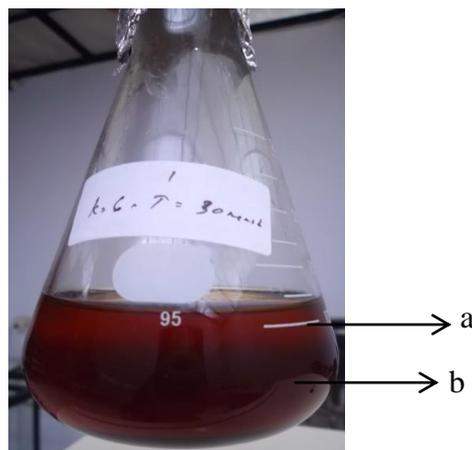
- 1) 100 ml (1 mol) minyak jelantah dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml (jika kandungan FFA yang terdapat dalam minyak jelantah lebih besar dari 5%, maka harus dilakukan proses esterifikasi terlebih dahulu. Larutan yang dihasilkan dari proses esterifikasi yang akan dilanjutkan ke proses transesterifikasi).
- 2) Larutan metoksi dimasukkan ke dalam minyak jelantah.
- 3) Labu erlenmeyer diletakkan di dalam *ultrasonic cleaner*. Kemudian di atasnya ditutup menggunakan kondensor agar tidak terjadi penguapan metanol saat reaksi berlangsung.

- 4) *Thermokopel* diletakkan di dalam lubang kondesor. Nyalakan alat *ultrasonic cleaner* dengan frekuensi 42 kHz, sampai waktu yang telah dikehendaki.



Gambar 1. Rangkaian alat pada saat proses produksi biodiesel

- 5) Setelah proses selesai dilakukan, larutan dituangkan ke dalam botol bening dan didiamkan selama 24 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).



Gambar 2. Hasil reaksi transesterifikasi yang telah didiamkan selama 24 jam membentuk 2 lapisan yaitu: a. Biodiesel dan b. Gliserol

- 6) Gliserol dan biodiesel dipisahkan dengan menggunakan pipet tetes.

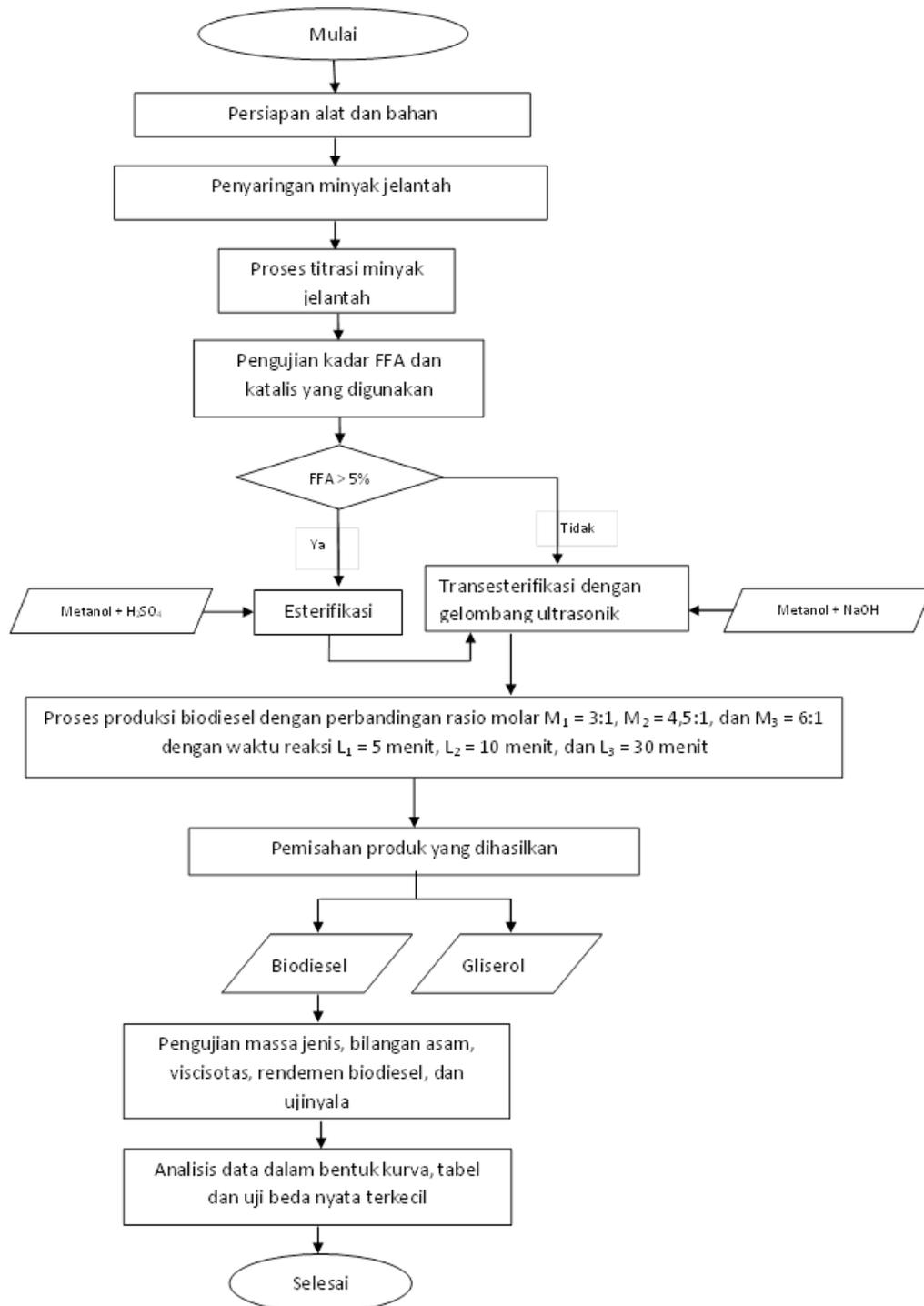
- 7) Biodiesel yang dihasilkan dicuci dengan menggunakan aquadest yang telah dipanaskan dan diaduk hingga rata (pencucian bertujuan untuk membuang sisa-sisa katalis yang masih terdapat pada biodiesel (Gerpen, 2005)).  
Kemudian larutan didiamkan selama 4–12 jam. Pencucian diulangi lagi sampai air cucian berwarna bening.
- 8) Biodiesel dipisahkan dari air dengan menggunakan corong pemisah.



Gambar 3. Biodiesel yang telah dipisahkan dari air

- 9) Biodiesel yang telah dicuci diukur rendemen, massa jenis ( $\rho$ ), viskositas ( $\mu$ ), bilangan asam, dan diuji nyalanya dengan menggunakan lampu selama 30 menit.
- 10) Percobaan dilakukan dengan perbandingan rasio molar dan waktu reaksi yang bervariasi ( $M_1L_1, M_1L_2, M_1L_3, M_2L_1, M_2L_2, M_2L_3, M_3L_1, M_3L_2, M_3L_3$ .) dan dilakukan masing-masing dengan 3 kali ulangan.
- 11) Hasil biodiesel yang diperoleh dibandingkan dengan hasil biodiesel dari masing-masing perlakuan.

## 3.4.5 Diagram alir



Gambar 4. Diagram alir proses produksi biodiesel dari minyak jelantah dengan gelombang ultrasonik pada reaksi transesterifikasi

### 3.5 Pengujian Biodiesel

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 dianalisis. Penghitungan rendemen biodiesel dilakukan menggunakan rumus:

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

#### 3.5.2 Analisis massa jenis

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

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

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

### 3.5.3 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 biodiesel, ditambahkan 10 ml IPA (*Isopropyl Alcohol*), dan 2 tetes indikator PP dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer 30 ml sedangkan larutan standar NaOH 0,025 N dimasukkan ke dalam buret.
- 3) Larutan pada gelas erlenmeyer dititrasikan 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:

$$\% \text{ Bilangan Asam} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N} \times \text{BM NaOH}}{\text{M} \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (7)$$

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

### 3.5.4 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°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 sampel dapat dihitung dengan rumus:

$$\mu = \frac{k (\rho_{\text{bola}} - \rho_{\text{biodiesel)}) t_0}{\rho_{\text{biodiesel}}} \dots\dots\dots (8)$$

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)

### 3.6 Analisis Data

Data hasil penelitian dipresentasikan 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 bilangan asam, dan analisis viscositas.