

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan selama 3 bulan yaitu dari bulan Mei hingga Agustus 2014, bertempat di Laboratorium Polimer Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung. Sedangkan analisis produk transesterifikasi dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung. Analisis SEM-EDX, XRD, dan BET dilakukan di Institut Teknologi Bandung, Bandung dan GC-MS di Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX) MA10-14-37 ZEISS EVO, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) NOVA-1000 versi 2.2, *Gas Chromatography -Mass Spectroscopy* (GC-MS), viskometer, perangkat elektrokimia, penangas, *magnetic stirrer*, oven, alat vakum, *thermometer*, dan peralatan gelas.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sekam padi, larutan HNO_3 10 %, akuades, indikator universal, kertas saring, metanol, larutan NaOH 1,5 %, batangan aluminium dan minyak kelapa.

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 dkk (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. Selanjutnya, sampel disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Untuk mengendapkan silika, filtrat kemudian ditambahkan larutan asam HNO_3 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 $110\text{ }^\circ\text{C}$ 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 dipanaskan sambil diaduk menggunakan *hotplate stirrer* hingga larut.

4. Pembuatan Zeolit dengan Metode Elektrolisis dan *Sol-Gel*

Sebanyak 600 mL sol silika yang telah dibuat, diasamkan dengan larutan HNO_3 10% secara bertahap hingga pH yang telah ditentukan. Selanjutnya dimasukkan ke dalam tabung elektrolisis untuk dielektrolisis dengan menggunakan aluminium sebagai elektroda. Proses elektrolisis dilakukan dengan potensial 8 volt dalam variasi waktu 15, 30, 45, dan 60 menit serta variasi pH 4, 5, 6, 8, dan 10. Sol zeolit yang terbentuk selanjutnya dikeringkan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam untuk menghilangkan air. Zeolit yang diperoleh selanjutnya digerus hingga menjadi bubuk.

5. Kalsinasi Katalis

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* Lento 3508 yang dapat disesuaikan dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi katalis zeolit yang berbentuk serbuk dilakukan dengan suhu 300 °C dan ditahan selama 2 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 300 °C dengan kenaikan suhu 5 °C/menit. Setelah mencapai suhu yang diinginkan (300 °C) suhu ditahan selama 2 jam (120 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).

6. Uji Reaksi Transesterifikasi

Untuk mengevaluasi aktivitas katalitik zeolit, dilakukan serangkaian percobaan transesterifikasi menggunakan metode yang telah digunakan sebelumnya (Darnoko *et al.*, 2000; Ogawa *et al.*, 2004; Abreua *et al.*, 2004; Kusmiyati, 1999).

a. Pengaruh Nisbah Katalis Terhadap Minyak Kelapa

Percobaan ini dilakukan dengan menggunakan jumlah katalis sebesar 5% yang ditambahkan ke dalam minyak kelapa dan metanol dengan perbandingan mol 1:4 dan dilakukan pengadukan sambil direfluks dengan suhu 70 °C selama 120 menit.

Parameter keberhasilan reaksi adalah rendemen produk yang dihasilkan.

b. Pengaruh Waktu

Percobaan ini dilakukan dengan waktu yang berbeda, yakni selama 30, 60, 90 dan 120 menit, untuk mendapatkan waktu terbaik.

c. Analisis Biodiesel

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

1. Analisis *Flash Point* Biodiesel

Langkah-langkah untuk analisis *flash point* biodiesel adalah sebagai berikut :

1. Sampel dimasukkan ke dalam mangkok uji hingga garis batas pengujian
2. Suhu sampel dan mangkok uji diatur sekitar 18 °C di bawah kisaran perkiraan suhu *flash point* sampel
3. Mangkok uji ditutup
4. Cahaya nyala dihidupkan dan diatur intensitasnya (kenaikan suhu diatur sebesar 5 - 6 °C/menit dan sampel diaduk dengan menggunakan alat pengaduk pada kecepatan 90 – 120 rpm)
5. Pengadukan dihentikan dan gas pembakar ditambahkan dengan mengoperasikan penutup mangkok uji.

2. Analisis Viskositas Biodiesel

Viskositas diukur dengan menggunakan viskometer Oswald di bawah pengaruh gravitasi pada suhu yang telah ditentukan. 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 °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)).



Gambar 8. Viskometer Ostwald (alat untuk mengukur viskositas)

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

$$\mu = C \times t$$

Keterangan :

μ : viskositas kinematik (mm^2/s)

C : konstanta kalibrasi viskometer (mm^2/s^2)

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

3. Analisis Densitas Biodiesel

Prinsip kerja dari penentuan densitas adalah perbandingan massa contoh tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama.

Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut :

1. Piknometer kosong dikeringkan di dalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu
2. Lalu piknometer diisi dengan aquadest suhu $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$

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 :

$$\text{Densitas} = \frac{W_1}{W_2} \times \rho_{\text{air}}$$

Keterangan :

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat aquadest (g)

ρ_{air} : densitas air (g/mL)

4. **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). 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.

7. Karakterisasi Katalis

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

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel zeolit, 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.

b. Karakterisasi dengan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spektrometer*)

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan ukuran partikel. Analisis menggunakan SEM-EDX ini dilakukan pada semua sampel zeolit yang dihasilkan. 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 *couting* 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-EDX dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM-EDX.
7. Pemotretan gambar SEM-EDX.

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

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 maka dilakukan analisis menggunakan BET. Langkah-langkah kerjanya adalah 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 (NOVA-1000) dihidupkan, kemudian ditunggu sampai muncul menu utama pada layar LCD.
6. Pengukuran yang diinginkan dilakukan dengan mengikuti menu program pada layar LCD.