

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

1. Waktu

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Januari – Februari 2014.

2. Tempat

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Teknik Pengolahan Sawit, Politeknik Kampar yang beralamat di Jalan Tengku Muhammad KM 2 Batubelah, Bangkinang.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan antara lain: alat ekstraksi soxhlet, *hot plate*, labu alas datar, labu kaca leher dua, stirer, kondensor, corong pemisah, viskometer Ostwald, termometer, piknometer, buret dan peralatan gelas kimia lainnya.

2. Bahan

Bahan yang digunakan antara lain: biji rambutan, n-heksana, air, metanol, asam sulfat, etanol, kalium hidroksida dan indikator fenoftalein.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Sampel

Biji rambutan dikumpulkan dari beberapa tempat penjualan buah rambutan yang ada di Pekanbaru. Biji dibersihkan, kemudian dijemur dibawah sinar matahari selama 2-3 hari untuk menghilangkan kadar

airnya. Setelah itu, biji rambutan dihancurkan dengan menggunakan blender. Jenis rambutan dalam penelitian ini adalah rambutan binjai.

2. Ekstraksi Minyak Biji Rambutan

Sebanyak 125 gram serbuk biji rambutan dibungkus dengan menggunakan kertas saring, kemudian sampel dimasukkan kedalam *extractor soxhlet*. Pelarut n-heksana dimasukkan kedalam labu alas datar, kemudian alat dirangkai. Ekstraksi dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu 75 °C selama 5 jam. Ekstraksi ini dinamakan ekstraksi soxhletasi. Setelah 5 jam, sampel dikeluarkan dari ekstraktor, labu alas bulat yang berisi campuran minyak dan pelarut dievaporasi pada suhu 75 °C sampai pelarut menguap semua. Setelah itu minyak diuapkan kembali dengan cara pemanasan menggunakan *hot plate* pada suhu 75 °C didalam lemari asam. Hal ini berguna untuk menguapkan pelarut yang masih ada didalam minyak. Minyak yang dihasilkan dari ekstraksi ini merupakan minyak kasar biji rambutan.

3. Proses *Degumming*

Minyak yang telah dihasilkan harus di *degumming* terlebih dahulu guna untuk menghilangkan senyawa pengotor yang terkandung didalam minyak, dengan cara minyak dipanaskan sampai suhu 90 °C selama 30 menit kemudian ditambahkan air panas bersuhu 60 °C dan diaduk. Air dipisahkan dari minyak menggunakan corong pemisah. Setelah itu ke dalam minyak ditambahkan air lagi dan dikocok. Tahap ini diulang sampai air cucian bersifat netral.

4. Penentuan Asam Lemak Bebas (ALB) Minyak

5 gram minyak ditimbang dan dimasukkan kedalam Erlemeyer 50 ml. Selanjutnya ditambahkan 9 ml etanol 96 % lalu dipanaskan dengan suhu 50-75 °C, kemudian ditambahkan 2-3 tetes indikator pp dan dipanaskan sampai larut. Larutan itu kemudian dititrasikan dengan larutan KOH 0,1 N (standar sekunder) sampai timbul warna merah muda (pink) yang tidak hilang selama 15 detik. Catat volume KOH yang digunakan. Standar sekunder (KOH) dititrasikan dengan standar primer Kalium Hidrogen Phtalat (KHP).

$$\text{Normalitas KOH} = \frac{\text{berat KHP (gram)} \times 1000}{V \text{ KOH} \times 204,2}$$

$$KA = \frac{N \times A \times M}{10 \times m} \%$$

Keterangan KA = Kadar asam lemak bebas (%)

N = Normalitas KOH hasil standarisasi

A = Volume KOH yang digunakan pada saat titrasi

M = Bobot molekul asam lemak

m = Jumlah sampel yang digunakan

204,2 = BM KHP

5. Pembuatan Biodiesel Minyak Biji Rambutan

Pembuatan biodiesel minyak biji rambutan dilakukan dengan cara yaitu:

a. Esterifikasi

Minyak yang telah didapat dicuci dengan menambahkan air panas untuk menghilangkan pengotor lalu dipisahkan. 150 gram minyak dimasukkan kedalam labu leher dua yang dilengkapi dengan termometer, stirer dan kondensor. Dipanaskan sampai suhu 70°C selanjutnya ditambahkan metanol yang telah dicampur dengan katalis H_2SO_4 (20% berat metanol terhadap minyak, 1 jam waktu reaksi, katalis 0,5% berat, suhu 60°C). Setelah itu dianalisis kadar asam lemak bebasnya dan dilanjutkan pada tahapan transesterifikasi.

b. Proses Transesterifikasi Satu Tahap

Transesterifikasi dilakukan pada labu bulat berleher dua dengan kapasitas 500 ml dilengkapi termometer, kondensor dan stirer yang ditempatkan pada dasar labu. Sebanyak 50 g minyak dipanaskan dalam labu reaksi sampai suhu 60°C .

Katalis KOH sebanyak 1 % bobot minyak dilarutkan dalam metanol (jumlah metanol sebanyak 20% dari berat minyak) disertai pengadukan selama 15 menit hingga terbentuk larutan metanolik KOH. Larutan metanolik-KOH ini dicampurkan ke dalam minyak biji rambutan dan waktu reaksi mulai dihitung. Selama reaksi dilakukan pengadukan dengan kecepatan 400 rpm dan direfluks, suhu reaktan

dikontrol menggunakan termometer. Reaksi dihentikan setelah tercapai waktu reaksi yaitu 1 jam. Campuran reaktan diendapkan selama 20 jam hingga terpisah membentuk lapisan-lapisan. Metil ester yang berada pada lapisan atas dipisahkan dari gliserol yang berwarna gelap.³¹

c. Proses Transesterifikasi Dua Tahap

Pada transesterifikasi dua tahap, larutan metanolik-KOH digunakan sebagian (50%). Reaksi transesterifikasi dilangsungkan selama 30 menit. Kemudian campuran reaktan diendapkan selama dua jam hingga terpisah menjadi lapisan-lapisan. Lapisan metil ester yang berada di bagian atas dipisahkan dan direaksikan kembali dengan sisa larutan metanolik-KOH. Reaksi dilanjutkan seperti reaksi transesterifikasi sebelumnya selama 30 menit. Tahapan selanjutnya dari reaksi transesterifikasi dua tahap ini sama seperti reaksi transesterifikasi satu tahap.³²

d. Pencucian Biodiesel

Kedalam beaker gelas 250 ml dimasukkan air dan biodiesel dengan perbandingan volume 1:1, diaduk dengan pengaduk selama 5 menit, biodiesel dengan air akan membentuk campuran berwarna putih. Campuran ini dimasukkan kedalam corong pisah, dibiarkan beberapa menit sehingga terjadi dua lapisan, yaitu fasa air (bawah) dan fasa biodiesel (atas). Air dikeluarkan dari corong pisah, selanjutnya

³¹Ariza Budi, *Op. Cit*, hlm. 21.

³²*Ibid*, hlm. 45.

biodiesel yang diperoleh dipanaskan lagi pada suhu 105°C untuk menghilangkan sisa-sisa air dari biodiesel.³³

e. Perhitungan *Yield* Biodiesel

Setelah dilakukan pembuatan biodiesel dilakukan perhitungan persen biodiesel yang dihasilkan, dengan cara:

$$\text{Hasil \%} = \frac{\text{biodiesel yang dihasilkan (g)}}{\text{bobot minyak (g)}} \times 100\%$$

6. Analisa Biodiesel

Setelah dilakukan proses transesterifikasi satu tahap dan dua tahap, biodiesel yang dihasilkan dianalisis sebagai metil ester. Analisis yang dilakukan diantaranya:

a. Pengukuran Densitas (ASTM D 1298)

Piknometer 10 ml ditimbang bobot kosongnya. Piknometer diisi dengan metil ester. Piknometer ditera sampai batas yang ditentukan lalu ditimbang. Pengukuran diulang tiga kali, hasil analisis dinyatakan dalam rata-rata hitungannya. Densitas dihitung sebagai:

$$\rho = \frac{m_1 - m_0}{V}$$

Keterangan :

= Densitas pada (g/ml)

m_1 = Bobot piknometer yang berisi metil ester (g)

³³Andi di dalam Ibnu arif, *Pembuatan Biodiesel Dengan Proses Transesterifikasi Berkatalis Natrium Karbonat Dari Bahan Baku Minyak Kelapa*, Skripsi: Universitas Riau, Pekanbaru, 2009, hlm. 18.

m_0 = Bobot piknometer kosong (g)

V = Volume piknometer (ml)

b. Penentuan Kandungan Air (ASTM D 2709)

Cawan Porselen dibersihkan dikeringkan dalam oven dalam suhu 105°C selama 60 menit. Selanjutnya didinginkan dan ditimbang. Tiga gram sampel ditimbang di dalam cawan porselen kemudian dimasukkan kedalam oven dengan suhu 105°C dalam waktu 3 jam. Setelah 3 jam didinginkan dan ditimbang kembali. Perlakuan ini dilakukan sampai berat yang diperoleh konstan .

$$\text{Kandungan air \%} = \frac{b - c \times 100\%}{\text{gram sampel}}$$

Keterangan :

b = Berat cawan + sampel (gr)

c = Berat cawan + sampel (gr) setelah pemanasan

c. Penentuan Viskositas pada 40°C (ASTM D 445)

Siapkan rangkaian alat viskositas dengan lengkap. Bersihkan alat viskositas dengan menggunakan metanol. Masukkan biodiesel kedalam viskometer. Tempatkan viskometer dalam *waterbath* pada suhu 40°C . Pompa biodiesel hingga kebatas X, catat waktu alir penurunan biodiesel ke Y.

Penentuan viskositas diulangi langkahnya 3 x, dengan rumus:

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{t_1\rho_1}{t_2\rho_2}$$

Keterangan :

1 = Viskositas air

2 = Viskositas biodiesel

t1 = Waktu alir air

t2 = Waktu alir biodiesel

1 = Massa jenis air

2 = Massa jenis biodiesel

d. Penentuan Bilangan Asam

Sebanyak 4 gram sampel dimasukkan kedalam labu yang dilengkapi dengan kondensor, kemudian ditambahkan 10 ml etanol. Campuran dipanaskan selama 30 menit pada suhu 85° C. kemudian ditambahkan 3 tetes indikator pp. Larutan dititrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah jambu yang stabil selama 10 detik. Analisis diulang sebanyak 3 kali. Bilangan asam dihitung sebagai:

$$AV = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

Keterangan :

AV = Bilangan asam (mg KOH/g sampel)

N = Normalitas KOH hasil standarisasi

V = Volume KOH yang digunakan pada saat titrasi

M = Jumlah sampel yang digunakan

56,1 = Bobot molekul KOH

D. Teknik Analisis Data

Karakterisasi yang dilakukan terhadap biodiesel yang dihasilkan dari transesterifikasi satu tahap dan dua tahap meliputi pengukuran densitas, kadar air, viskositas serta bilangan asam dan hasilnya dibandingkan dengan SNI biodiesel.