

## **BAB III METODE PENELITIAN**

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode kualitatif dan kuantitatif. Data yang diperoleh tersebut melalui eksperimen. Eksperimen merupakan metode penelitian yang dilakukan melalui perlakuan terhadap subjek penelitian, dengan mengamati dampak yang ditimbulkan [46].

### **3.1 Alat dan Bahan**

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : gelas beaker 100ml, gelas ukur 100ml, pipet tetes, pengaduk magnetik, lumpang dan alu, neraca analitik, oven, furnace, corong kaca, corong pisah 250ml, piknometer 5ml, labu Erlenmeyer 25ml, labu, kondenser, buret, dan termometer.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jelantah, HCl p.a dari Merck, aquades, metanol p.a dari Merck, n-heksan p.a dari Merck, etanol p.a dari Merck, indikator PP dari p.a Merck, dan NaOH p.a dari Merck.

### **3.2 Prosedur Percobaan**

#### **3.2.1 Preparasi Katalis**

Cangkang keong mas dibersihkan dengan cara mengeluarkan daging dari cangkang. Cangkang dihancurkan dan dicuci untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya cangkang dipanaskan ke dalam oven pada suhu 110<sup>0</sup>C selama 24 jam. Proses tersebut bertujuan untuk menghilangkan kandungan air pada cangkang keong, kemudian dikalsinasi pada suhu 900<sup>0</sup>C selama 2 jam. Apabila ukuran cangkang masih cukup besar,

cangkang ditumbuk dengan lumpang untuk memperoleh bubuk cangkang. Selanjutnya bubuk cangkang tersebut dianalisa dengan FTIR.

### 3.2.2 Penentuan Kadar FFA

Ditimbang 10 gram minyak jelantah, dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250mL, lalu ditambahkan 50 mL etanol 96 % , kemudian ditetesi indikator Fenolflatein (pp). Selanjutnya dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk larutan berwarna merah muda dan konstan, catat volume NaOH yang digunakan (SNI 01-2901-2006) [47].

$$\%FFA = \frac{V \text{ NaOH} \times N \text{ NaOH} \times Mr \text{ Minyak}}{\text{berat sampel} \times 1000} \times 100\% \quad \dots(3.1)$$

Keterangan ;

FFA = (*Free Faty Acid*/.)

V NaOH = Volume NaOH (ml)

N NaOH = Konsentrasi NaOH

Mr Minyak = Massa Molekul Relatif Minyak

Berat Sampel = Berat minyak (gr)

### 3.2.3 Reaksi Transesterifikasi

Reaksi Transesterifikasi dilakukan dalam labu dengan kondensor dan magnetik stirrer. Mula – mula katalis ditimbang sebanyak 3%, 5% dan 7%. Selanjutnya dimasukkan minyak jelantah dengan perbandingan metanol/minyak 30:1, kemudian direaksikan pada suhu 65<sup>0</sup>C, selama 2 jam, laju pengadukan dijaga konstan pada 1200 rpm. Selanjutnya dilakukan pengulangan dengan katalis 5% dan 7%.

Biodiesel yang diperoleh ditambahkan n-heksana untuk melarutkan produk yang diinginkan. Campuran terpisah selama 24 jam. Fasa yang terletak di bawah mengandung katalis, metanol dan gliserol, sedangkan fasa yang terletak diatas mengandung biodiesel yang larut dalam n-heksan. Selanjutnya campuran diuapkan sampai konstan. Biodiesel yang dihasilkan dianalisa dengan GCMS untuk mengetahui *yield* biodiesel.

### 3.2.4 Karakterisasi Biodiesel

#### 3.2.4.1 Penentuan Densitas Produk Biodiesel

Piknometer kosong dicuci dan dibersihkan dengan akuades, kemudian piknometer kosong ditimbang dan dicatat. Piknometer kosong diisi dengan akuades bersuhu 40<sup>0</sup>C sampai penuh dan melewati lubang pipet kapiler (hindari terbentuknya gelembung). Selanjutnya piknometer berisi akuades ditimbang. kemudian piknometer diisikan dengan hasil ester pada suhu 40<sup>0</sup>C sampai penuh dan melewati lubang pipet kapiler (hindari terbentuk gelembung). Kemudian ditimbang dengan menggunakan neraca analitik. Densitas dapat ditentukan dengan rumus (ASTM D 1298-99) :

$$\text{Densitas} = \frac{mb - ma}{V} \quad \dots (3.2)$$

Keterangan :

ma = Massa pikno kosong (gr)

mb = Massa pikno yang berisi biodiesel (gr)

V = Volume pikno (ml)

#### 3.2.4.2 Penentuan Viskositas Produk Biodiesel

Aquades pada suhu 40°C dimasukkan ke dalam tabung viskometer Ostwald pada sisi pengisian sampel sebanyak 5 mL dan lubang laju alir ditutup. Buka tutup lubang laju alir dan catat waktu aquades mencapai tanda batas. Selanjutnya dimasukkan biodiesel bersuhu 40°C dan kedalam tabung viskometer Ostwald pada sisi pengisian sampel sebanyak 5 mL dan lubang laju alir ditutup. Buka tutup lubang laju alir dan catat waktu biodiesel mencapai tanda batas. Viskositas dapat ditentukan dengan rumus (ASTM D-445) [48]:

$$\text{Viskositas} = \eta \times \frac{d_2 \times t_2}{d_1 \times t_1} \quad \dots (3.3)$$

Keterangan :

$\eta$  = Viskositas akuades pada suhu 40°C (0,6529 mm<sup>2</sup>/s)

d1 = Densitas akuades pada suhu 40°C (0,993 gr/ml)

t1 = Waktu yang diperlukan akuades mengalir (s)

$d_2$  = Densitas biodiesel pada suhu 40°C (gr/ml)

$t_2$  = Waktu yang diperlukan biodiesel mengalir (s)