

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **III.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan di Laboratorium FMIPA Kimia, Universitas Katolik Widya Mandira Kupang dan di UPT Lingkungan Hidup, selama tiga bulan yaitu bulan Oktober sampai Desember.

#### **III.2 Alat dan Bahan**

##### **III.2.1 Bahan**

Bahan-bahan yang dipakai pada saat penelitian adalah biji kesambi, air, aquades, indikator PP, asam oksalat, n-heksan teknis, larutan asam fosfat, methanol teknis, NaOH, alkohol 95% dan HCl.

##### **III.2.2 Alat**

Alat-alat yang digunakan pada saat penelitian adalah satu set peralatan gelas kimia, *hotplate*, blender, evaporator vakum, soxhlet, neraca analitik, corong pemisah, oven, desikator, cawan, termometer, buret, labu leher tiga, stirrer, magnetik stirrer dan pipet volume.

#### **III.3 Prosedur Kerja**

##### **III.3.1 Persiapan sampel**

Sampel biji kesambi diambil dan dikupas lalu dipisahkan dari kulitnya, dijemur sampai kering dibawah sinar matahari, kemudian pisahkan daging biji

dari kulit luar. Daging biji kesambi ditimbang sebanyak 218 gram dan diblender menggunakan alat blender.

### **III.3.2 Ekstraksi minyak biji kesambi**

Sampel biji kesambi sebanyak 200 gram yang sudah diblender dipisahkan masing-masing 100 gram dan dibungkus dalam kertas saring. Disiapkan alat Soxhlet, kemudian dimasukkan sampel 100 gram yang sudah dibungkus ke dalam slongsong soxhlet dan dihubungkan dengan labu soxhletasi (yang sudah dicatat massanya) dimana labu tersebut sudah diisi dengan larutan n-heksan 500 ml, dipanaskan di atas hot plate (60-70°C. Proses ekstraksi dijalankan dengan memanaskan pelarut n-heksan sampai mendidih dimana uap air n-heksan akan naik dan merendam sampel pada slongsong soxhlet dan sirkulasi destilasi dihidupkan. Proses ini dihentikan jika pelarut n-heksan yang merendam sampel tidak menunjukkan perubahan warna. Minyak dari sampel akan larut bersamaan dengan n-heksan. Proses pemisahan pelarut dengan minyak melalui evaporasi. Ulangi untuk sampel yang 100 gram dengan langkah kerja yang sama. Digabungkan minyak hasil ekstraksi pertama dan kedua untuk mengitung rendamennya. Rendemen minyak pada sampel yang diekstrak diperoleh melalui perhitungan berat minyak dibagi dengan berat serbuk sampel dikali 100%.

Perhitungan untuk kadar rendemen minyak ditulis dengan rumus:

$$\text{Rendemen minyak} = \frac{B-A}{\text{bobot contoh (gram)}} \times 100\%$$

B = bobot labu dan ekstrak minyak (g)

A = bobot labu kosong (g)

### **III.3.3 Degumming**

Proses pemisahan gum (degumming) dilakukan dengan cara menimbang 100,96 gram minyak kemudian dipanaskan di atas hotplate hingga mencapai 80°C sambil diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer. Ditambahkan larutan asam fosfat konsentrasi 20% sebanyak 0,2-0,3% (v/w) dan diaduk selama 15 menit. Minyak dimasukkan dalam corong pemisah 500 ml dan ditambahkan air hangat (50-60 °C) dengan cara penyemprotan. Corong pemisah digoyang sebentar agar air menyebar mengikat gum dalam minyak berupa getah atau lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat dan resin lalu didiamkan agar air dengan gum yang terikat turun dan terpisah dari minyak. Penyemprotan air dilakukan hingga air buangan netral (diukur dengan kertas pH pada kisaran pH 6,5-7). Air yang tersisa dalam minyak dihilangkan dengan cara memanaskan dengan hot plate pada suhu 105°C 10 menit kemudian dilanjutkan dengan pengeringan vakum pada suhu 80°C selama 10 menit sampai tidak terdapat gelembung uap air.

### **III.3.4 Esterifikasi**

Proses pembuatan biodiesel diawali dengan proses esterifikasi minyak hasil degumming. Minyak kesambi dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian

dipanaskan menggunakan *hot plates* sampai suhu minyak mencapai  $\pm 60^{\circ}\text{C}$ . Setelah itu, ke dalam labu ditambahkan methanol teknis dengan rasio molar metanol 15:1 terhadap asam lemak bebas minyak. HCl yang digunakan adalah HCl teknis sebanyak 1% (v/v). Waktu yang dibutuhkan untuk reaksi esterifikasi divariasikan yaitu 30 menit dan 60 menit. Minyak hasil esterifikasi dipisahkan dari sisa katalis dan metanol kemudian dicuci dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,01%. Setelah itu, minyak tersebut dicuci lagi dengan air hangat ( $60^{\circ}\text{C}$ ) sampai pH air cucian netral.

### **III.3.5 Transesterifikasi**

Dilarutkan 0,05gram NaOH dalam 1,41 ml metanol. Dipanaskan 5 gram minyak ke dalam labu leher tiga sesuai dengan variabel temperatur ( $60^{\circ}\text{C}$ ). Kemudian dimasukkan larutan NaOH alkoholik ke dalam minyak dengan perbandingan 9:1. Transesterifikasi dilakukan dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Setiap sampel yang sudah ditransesterifikasi ditambahkan 2 tetes HCl 0,5 N untuk menetralkan NaOH dan dicuci dengan air sampai air pencucian tetap jernih. Dititrasi untuk menghitung % FFA.

### III.3.6 Asam lemak bebas

Analisis asam lemak bebas menggunakan metode titrasi. Sampel minyak ditimbang sebanyak 5 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 50 ml alkohol, dipanaskan hingga mendidih. Setelah sampel dingin ditambahkan dengan 2 mL indikator PP dan titrasi dengan larutan 0,1 N NaOH yang sudah distandarisasi sampai warna merah jambu tercapai dan tidak hilang selama 30 detik. Dari volume NaOH yang digunakan pada titrasi dapat dihitung dengan persamaan:

$$\%FFA = \frac{mL NaOH \times N NaOH \times BM Asam lemak}{berat sampel (gram) \times 1000} \times 100$$

### III.3.7 Bilangan penyabunan

Sebanyak 1 gram sampel minyak dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer, kemudian tambahkan 12,5 mL KOH-alkoholis 0,5 N. Labu Erlenmeyer dihubungkan dengan pendingin balik dan dididihkan selama 30 menit sampai semua minyak tersabunkan (tidak terlihat butiran-butiran minyak). Setelah itu larutan didiamkan kurang lebih satu menit, kemudian tambahkan Indikator fenolftalin 1%, dan dititrasi dengan larutan HCl 0,5 N, hingga warna merah jambu hilang. Hasil titrasi sampel dibandingkan dengan blanko untuk mendapatkan bilangan penyabunan. Perhitungan angka penyabunan dilakukan dengan rumus:

$$\frac{(Vb - Vs) \times N \times 56,1}{gram minyak}$$