

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat yang Digunakan dalam Penelitian

3.1.1 Bahan yang Digunakan

Raw material yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi yang berasal dari Sragen, sedangkan bahan yang digunakan adalah asam korida p.a., natrium hidroksida p.a., kloroform p.a., etanol 96 %, asam oksalat p.a., kalium hidroksida p.a., akuades, dan minyak kelapa sawit mentah.

3.1.2 Alat yang Digunakan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah pengayakan ukuran 200 mesh, kertas pH, pemanas listrik, furnace Vulcan 3-130, *magnetic stirrer*, cawan porselein, timbangan analitis KERN 444-45, oven ARISTON type F-16-EM-IN-02, dan peralatan gelas yang lazim digunakan di laboratorium.

Untuk keperluan karakterisasi silika gel hasil sintesis, digunakan alat-alat spektrofotometer yang meliputi UV-vis Model 390, XRD-6000 Shimadzu Diffractometer, FTIR, dan AAS, sehingga diketahui karakter silika gel yang dihasilkan.

3.2 Cara Penelitian

3.2.1 Pengabuan Sekam Padi dan Karakterisasi

Sekam padi dibersihkan dari pengotor-pengotor kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Sekam padi kering dipanaskan di atas kompor sampai terbentuk arang. Arang sekam padi diabukan dalam furnace pada suhu 700°C selama 4 jam. Abu sekam padi yang terbentuk dianalisis dengan XRD dan FTIR.

3.2.2 Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat

Sebanyak 10 gram abu sekam padi ditambah 60 mL NaOH 6 N kemudian dipanaskan sampai mendidih selama 2 jam. Campuran larutan disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat. Residu yang diperoleh ditambah akuades 100 mL dan dipanaskan sampai mendidih selama 2 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat cucian. Filtrat natrium silikat dan filtrat cucian dicampur kemudian dianalisis dengan AAS untuk mengetahui kandungan natrium dan silika terlarut.

3.2.3 Sintesis Silika Gel Melalui Metode Sederhana dan Karakterisasinya

Sebanyak 50 mL natrium silikat ditambah asam klorida 6 M setetes demi setetes. Gelasi mulai terjadi pada pH di bawah 10 dan gel yang kaku terbentuk pada pH 7. Silika hidrogel yang terbentuk dioven selama 18 jam untuk menghasilkan silika serogel (silika gel puder). Silika serogel dicuci dengan akuades sampai air bekas cucian bersifat netral, kemudian dioven pada temperatur 80 °C selama 9 jam sehingga terbentuk kembali silika gel kering (serogel). Silika

serogel diayak hingga lolos ayakan 200 mesh, selanjutnya dianalisis dengan FTIR, AAS, dan XRD.

3.2.4 Sintesis Silika Gel Melalui Metode Improvisasi dan Karakterisasinya

Natrium silikat ditambahkan ke dalam 25 mL asam klorida (dengan pengadukan) sampai tercapai pH 3, 5, dan 7, kemudian didiamkan sampai terbentuk gel. Hidrogel yang terbentuk dioven pada temperatur 80 °C selama 18 jam sehingga dihasilkan silika serogel. Silika serogel dicuci sampai tercapai pH 7 (netral), kemudian dioven pada temperatur 80 °C selama 9 jam sehingga terbentuk kembali silika serogel. Silika serogel digerus dan diayak pada ayakan 200 mesh dan selanjutnya dianalisis dengan FTIR, AAS, dan XRD.

3.2.5 Uji Adsorpsi terhadap Minyak Kelapa Sawit

3.2.5.1 Pemucatan Minyak Kelapa Sawit

Sebanyak 10 mL larutan minyak kelapa sawit dicampur dengan 0,1 gram serbuk silika gel dan diaduk selama 30 menit pada suhu 70 °C. Daya pemucatan silika gel ditentukan dengan mengukur absorbansi minyak kelapa sawit sebelum dan sesudah diadsorpsi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan pelarut kloroform

$$\text{Rumus Daya Pemucatan} = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100\%$$

Keterangan : A_1 = Absorbansi minyak kelapa sawit

A_2 = Absorbansi minyak kelapa sawit setelah diadsorpsi menggunakan silika gel

3.2.5.2 Adsorpsi Asam Lemak Bebas

Sebanyak 9 gram minyak kelapa sawit mentah dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL dan ditambah 3,2 mL alkohol 96 %. Kemudian dipanaskan sampai suhu 130 °C, selanjutnya digojok kuat-kuat untuk melarutkan asam lemak bebasnya. Setelah dingin, dititrasi dengan KOH 0,01 N menggunakan indikator pp sampai terbentuk warna merah muda. Angka asam dinyatakan sebagai mgm gram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 gram minyak.

$$\text{Angka asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{\text{gram minyak}}$$

