

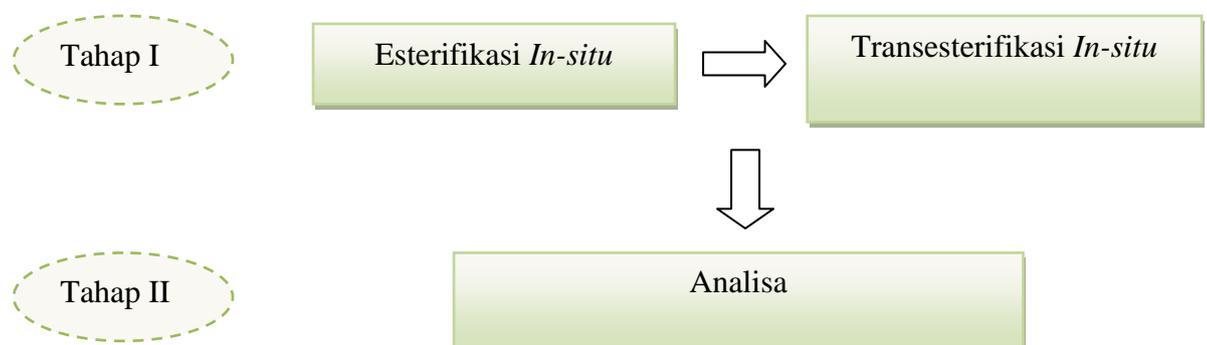
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian menggunakan metode eksperimental yang dilakukan di laboratorium dengan proses batch dengan dua kali ulangan. Untuk mengkaji apakah biodiesel yang diperoleh sesuai dengan standart mutu biodiesel SNI dan apakah jumlah solvent, suhu dan berat katalis pada proses esterifikasi memberikan pengaruh pada konversi . Yang mana secara garis besar terdiri dari 2 tahap:

- Tahap I yaitu proses produksi biodiesel dari *chlorella Sp* dengan metode *In-situ* esterifikasi. Pada tahap ini dilakukan seleksi variabel yang berpengaruh seperti temperatur, katalis (% berat), volume solvent.
- Tahap II yaitu, Karakteristik biodiesel yang diperoleh dan dibandingkan dengan minyak fosil. Adapun tahapan percobaannya seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Skema tahapan percobaan.



3.1.1 Rancangan Variabel.

Rancangan variabel yang akan digunakan pada penelitian ini disajikan pada Tabel 3.1 dan Tabel 3.2. Pada tahap esterifikasi variabel dibuat tetap, pada tahap transesterifikasi variabel dimodifikasi.

Tabel 3.1 Rancangan variabel tahap esterifikasi *in-situ*

Run	Variabel			Kuantitas	Respon
	Perbandingan reaktan (mol)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Waktu (menit)		
1	1 : 20	50	30	2x	Kadar FFA
2	1 : 25	50	30	2x	
3	1 : 30	50	30	2x	
4	1 : 35	50	30	2x	
5	1 : 40	50	30	2x	

Tabel 3.2. Rancangan Variabel tahap transesterifikasi *in-situ*

Run	Variabel		Kuantitas	Respon
	Berat katalis(% w)	Suhu($^{\circ}\text{C}$)		
1	0,5 %	40	2 x	Bilangan penyabunan Massa Jenis Viskositas Angka cetane FAME Angka Asam
2	1,0 %	40	2 x	
3	1,5 %	40	2 x	
4	2,0 %	40	2 x	
5	0,5%	50	2 x	
6	1,0 %	50	2 x	
7	1,5 %	50	2 x	
8	2,0 %	50	2 x	
9	0,5%	60	2 x	
10	1,0 %	60	2 x	
11	1,5 %	60	2 x	
12	2,0 %	60	2 x	

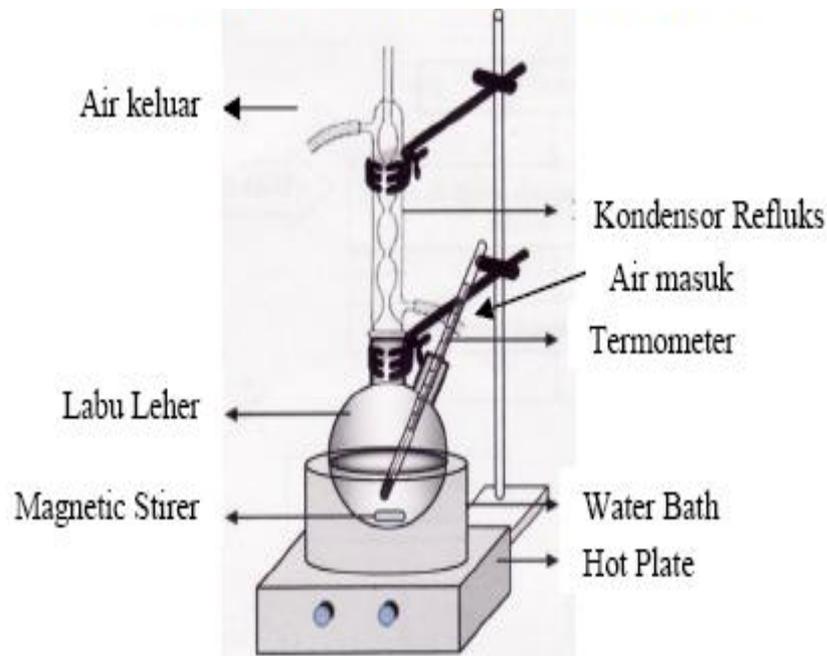


3.2 Alat dan Bahan yang digunakan

3.2.1 Alat yang digunakan

Penelitian dilakukan mereaksikan mikroalga *chlorella*, methanol dan katalis dalam sebuah reaktor batch berpengaduk yang dilengkapi dengan sebuah pemanas dan pendingin balik serta diberi termostat untuk mengontrol suhu seperti terlihat dalam gambar 3.2 Desain rangkaian alat esterifikasi dan transesterifikasi *in-situ* mikroalga *chlorella sp* menjadi biodiesel .

Peralatan yang digunakan antara lain; penyangga, pendingin balik, kompor listrik, labu leher tiga, klem, statif, magnetic stirer, corong pisah, motor pengaduk, beker gelas 250 ml, Erlenmeyer 250 ml, timbangan elektrik, pipet 25 ml, termostat, labu takar, corong, buret, oven.



Gambar 3.2 Rangkaian alat esterifikasi

3.2.2 Bahan yang digunakan

Tabel 3.5. Daftar Bahan yang Digunakan

Bahan/Chemical	Kemurnian	Supplier	Fungsi
Mikroalga <i>chlorella</i> kering			Bahan kerja
Metanol			Bahan kerja
KOH		Merck	Bahan Kerja
Aquadest			Bahan analisa
Indikator PP			Bahan analisa
Alkohol	$\geq 95 \%$		Bahan analisa
KOH		Merck	Bahan analisa
Anilin			Bahan analisa

3.3 Metode analisis.

3.3.1 Analisis hasil percobaan.

Untuk memastikan reaksi esterifikasi telah menghasilkan produk yang diharapkan (metil ester), dilakukan analisis kandungan hasil esterifikasi dengan Analisa kadar FFA.

Karakteristik biodiesel dilakukan Analisa : bilangan penyabunan, viskositas, angka setana, massa jenis dan analisa FAME dengan menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometri* (GC-MS).

3.3.2 Analisis data percobaan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji karakteristik biodiesel yang dihasilkan. Pengolahan data hasil percobaan dilakukan dengan menggunakan metode diskriptif dengan analisa variabel responnya berupa konversi, massa jenis, viskositas, angka asam, angka setana, angka penyabunan. Hasil biodiesel yang diproses dalam penelitian ini akan dibandingkan dengan minyak diesel dengan proses konvensional sesuai dengan standart mutu SNI.



3.4 Prosedur Kerja

Prosedur kerja diperoleh dari penelitian sebelumnya dengan judul Variabel yang Mempengaruhi Produksi Biodiesel dari Dedak Padi dengan Metode In-Situ Dua Tahap (Dini, 2010).

3.4.1 Produksi Biodiesel (Esterifikasi-Transesterifikasi *in-situ*)

40 gram *Chlorella sp* dimasukkan dalam labu leher dua dan dicampur dengan larutan methanol.

Larutan direaksikan pada suhu 50 °C dengan pengadukan konstan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit, pengecekan suhu dengan termostat seperti pada gambar 3.2 Rangkaian Alat esterifikasi.

Kemudian proses dilanjutkan dengan transesterifikasi *in-situ* dengan ditambahkan katalis KOH kedalam hasil esterifikasi dengan jumlah tertentu sesuai dengan variabel percobaan.

Direaksikan pada suhu tertentu sesuai dengan variabel percobaan, selama 30 menit .

Campuran hasil reaksi didinginkan selama 10 menit untuk menghentikan reaksi.

Kemudian hasil reaksi dipisahkan untuk memisahkan antara endapan (*chlorella Sp*) dan FAME.

FAME kemudian diekstraksi menggunakan 50 mL n-hexane. Akan terbentuk gliserol (lapisan bawah) dan FAME (lapisan atas).

Fase FAME ini dicuci dengan air (T=50 °C) sebanyak 3x50 mL. Untuk mengambil gliserol yang masih terikut dalam FAME.

Mengambil FAME (lapisan atas) sebagai hasil, lalu mendestilasi FAME tersebut untuk memisahkan FAME dari solvent (heksan) .

Memasukkan dalam oven pada suhu 80°C untuk menghilangkan sisa solvent dan air .

Kemudian biodiesel yang diperoleh dianalisis.

