

BAB III

PELAKSANAAN PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian tugas akhir ini dilaksanakan pada bulan Maret 2019 sampai dengan April 2020 dan bertempat di Laboratorium Fisika Lanjut Institut Teknologi Sumatera.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian tugas akhir ini adalah penelitian eksperimental yang terdiri dari perancangan, pembuatan, pengujian, serta analisis data hasil pengujian dengan bidang kajian Fisika Material dan Kimia.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Adapun alat- alat yang digunakan dalam penelitian Tugas Akhir ini adalah sebagai berikut:

- | | |
|---|----------------------|
| 1. <i>Magnetic stirrer + hot plate</i> | 8. Mortar dan pestle |
| 2. Gelas ukur 25 mL, 50 mL, 100 mL,
dan 500 mL | 9. Kertas saring |
| 3. Neraca digital | 10. Pengayak |
| 4. <i>Furnace</i> | 11. Termometer |
| 5. Cawan petri | 12. pH meter |
| 6. Spatula | 13. pompa akuarium |
| 7. Oven | 14. selang |

3.3.2 Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian Tugas Akhir ini adalah sebagai berikut:

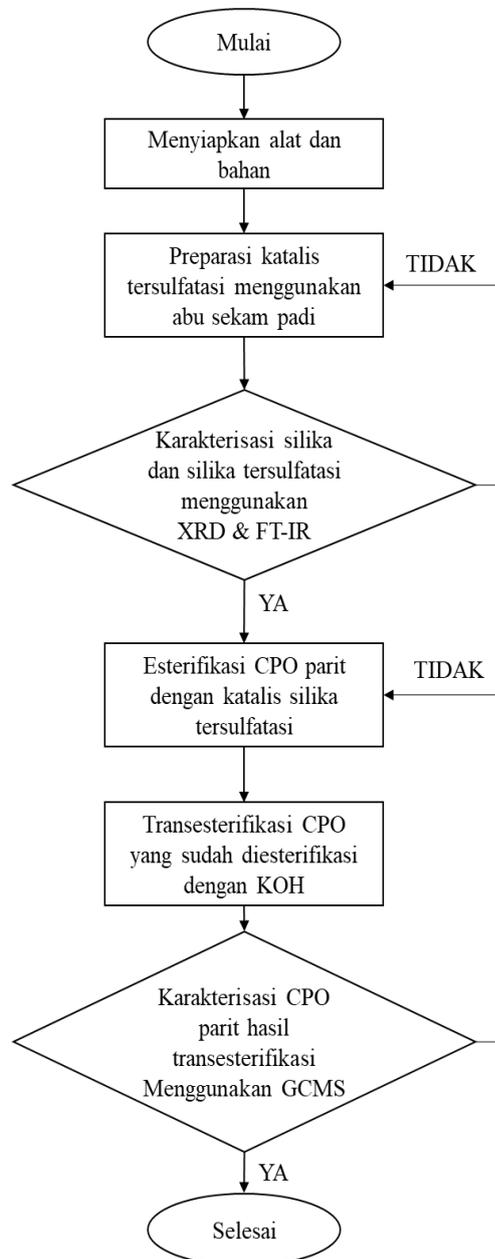
1. HCl
2. H₂SO₄
3. NaOH
4. KOH
5. CPO parit
6. Akuades
7. Metanol
8. Sekam padi
9. Es batu

3.4 Analisis Data

Dilakukan analisis data menggunakan karakterisasi XRD untuk mengetahui morfologi dari katalis, FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi yang dihasilkan dari sampel, dan BET untuk mengetahui luas permukaan dari katalis, berupa silika gel dan silika tersulfatasi. Analisis data dari hasil karakterisasi yang dihasilkan diolah menggunakan aplikasi *HighScore Plus* dan *Origin 8* untuk mendapatkan *plot* data.

3.5 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir tahapan pada penelitian tugas akhir ini ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.6 Langkah Penelitian

Langkah penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut.

3.6.1 Preparasi Katalis

1. Proses preparasi katalis dimulai dengan mencuci sekam padi yang didapat dan dikeringkan menggunakan sinar matahari, lalu dibakar sampai terbentuk abu.
2. Abu sebanyak 175 gr yang didapat direndam ke dalam larutan HCl 10% menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 100 °C selama 2,5 jam, lalu disaring menggunakan kertas saring.



Gambar 3.2 Perendaman abu sekam padi

3. Abu dibakar temperatur 850 °C selama 4 jam menggunakan furnace hingga terbentuk bubuk berwarna putih. Bubuk silika yang didapat bermassa 63 gram.



Gambar 3.3 Abu sekam padi yang dibakar dengan *furnace*

4. Mencuci abu yang didapat dengan akuades sambil disaring menggunakan kertas saring hingga pH bernilai 6-8. Mengeringkan abu dengan oven pada suhu 100°C selama 2 jam.
5. Larutkan abu yang sudah dicuci ke dalam 200 mL larutan NaOH 1 M sambil dipanaskan hingga mendidih selama 1 jam sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*.



Gambar 3.4 Pelarutan abu dengan NaOH

6. Larutan tersebut didiamkan selama ± 12 jam, lalu dengan menggunakan kertas saring, larutan disaring dan diambil filtratnya.
7. Tambahkan larutan HCl 0,6 M ke filtrat yang didapat menggunakan pipet tetes sampai terbentuk alkogel dengan nilai pH sebesar 6-8. Alkogel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam hingga menjadi hidrogel.
8. Menambahkan akuades sebanyak 20 mL ke dalam hidrogel yang terbentuk sambil diaduk selama 10 menit.

9. Gel yang telah diaduk lalu disaring, ambil gelnya. Mengeringkan gel yang didapat menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Produk yang didapat dihaluskan menggunakan mortar hingga terbentuk serbuk halus.

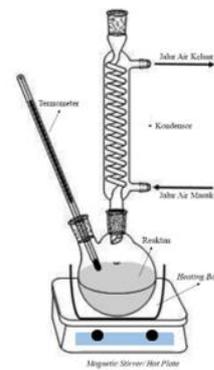


Gambar 3.5 Silika gel yang terbentuk

10. Silika gel yang didapat direfluks ke dalam methanol dan akuades lalu teteskan secara perlahan 20 mL H_2SO_4 dengan varian 0,5 M; 1 M; 1,5 M; dan 2 M sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 8 jam dengan menjaga suhu larutan adalah 65°C .



(a)



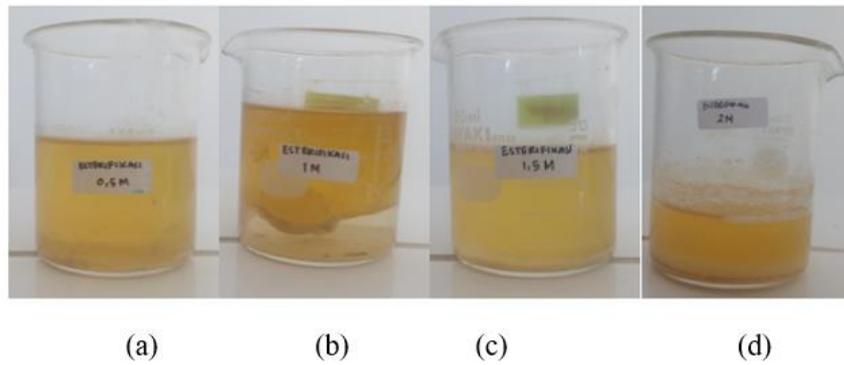
(b)

Gambar 3.6 a) Skema refluks yang digunakan pada penelitian, dan b) skema refluks [47]

11. Diamkan larutan selama 12 jam, lalu saring dan ambil padatan yang terbentuk. Padatan yang didapat dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam atau sampai kering.
12. Hasil dari proses sulfatasi pada silika didapat hasil yang bervariasi pada kemolaran sulfat yang digunakan dengan massa rata-rata adalah 2,9 gram.

3.6.2 Metode Esterifikasi

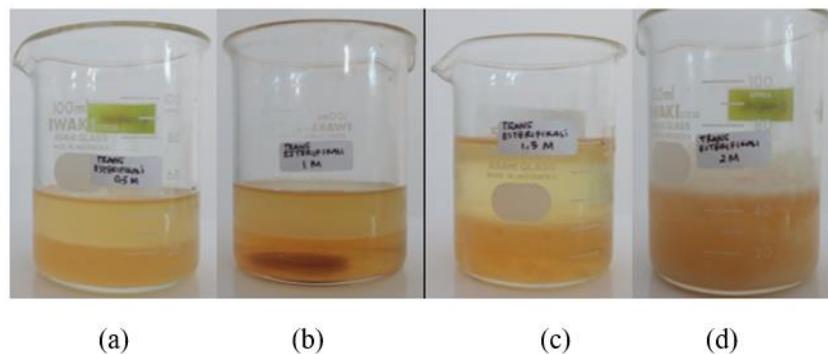
1. Memanaskan sebanyak 500 mL CPO parit pada temperatur 65°C, kemudian saring minyak menggunakan kertas saring untuk memisahkan padatan atau pengotor lain dari minyak.
2. Massa CPO parit yang digunakan adalah 67 gram. Esterifikasi dilakukan menggunakan metanol dengan perbandingan mol CPO dengan metanol adalah 1:12. Asumsikan berat molekul CPO parit adalah 430 dan berat metanol yang digunakan adalah 37,5 gram. Variasi kemolaran katalis $\text{SiO}_2/\text{SO}_3\text{-H}^+$ yang digunakan pada esterifikasi adalah 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 M dengan berat 1% dari berat total CPO dan metanol.
3. Metanol dan katalis $\text{SiO}_2/\text{SO}_3\text{-H}^+$ direfluks terlebih dahulu menggunakan labu leher tiga atau kondensor dengan *setup* pada Gambar selama 30 menit. CPO yang sudah dipanaskan lalu ditambahkan ke dalam larutan, gunakan kecepatan putar magnet 600 rpm pada suhu 65 °C selama 2 jam.
4. Minyak yang dihasilkan dari proses refluks lalu didiamkan untuk memisahkan katalis yang digunakan dari larutan.



Gambar 3.7 CPO hasil proses esterifikasi

3.6.3 Metode Transesterifikasi

1. Mereaksikan minyak hasil esterifikasi sebanyak 35 gram dengan metanol dimana perbandingan minyak dengan metanol adalah 1:6. Katalis KOH yang digunakan pada metode transesterifikasi sebanyak 1% dari berat total minyak dan metanol.
2. Refluks katalis dan metanol menggunakan kondensor dengan setup pada Gambar selama 30 menit pada suhu 60 °C. Minyak hasil esterifikasi yang sudah dipanaskan lalu dimasukkan ke dalam larutan dengan kecepatan putar magnet 600 rpm pada temperatur 65 °C selama 2 jam.
3. Minyak hasil transesterifikasi lalu didiamkan untuk memisahkan minyak dengan pengotornya.



Gambar 3.8 CPO hasil proses transesterifikasi

3.7 Interpretasi Data

Dilakukan interpretasi data setelah melakukan tahapan penelitian yang meliputi pembuatan silika gel menggunakan metode sol gel, modifikasi silika menggunakan asam sulfat, metode esterifikasi menggunakan silika tersulfatasi, serta metode transesterifikasi menggunakan KOH. Tahapan penelitian tersebut dilakukan untuk menentukan asumsi hasil data yang akan menentukan keberhasilan serta analisis data dari penelitian ini.

Asumsi data pada silika yang didapat adalah didapatnya fase kristalin pada silika gel dan silika tersulfatasi membentuk fase amorf. Selanjutnya, terbentuknya gugus fungsi Si, baik pada silika ataupun silika sulfatase. Luas permukaan pada silika yang didapat meningkat seiring dengan penambahan variasi molar sulfat yang ditambahkan pada proses impregnasi katalis. Hipotesis awal pada biodiesel yang terbentuk adalah minyaknya jernih dan mudah untuk dibakar.