

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **4.1. Alat dan Bahan**

##### **4.1.1. Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker 50 mL dan 25 mL, Erlenmeyer 250 mL, labu ukur 50 mL dan 250 mL, buret 50 mL, pipet ukur 10 mL dan 50 mL, propipet, labu alas bulat leher dua, labu alas datar leher tiga, sendok sungsu, pengaduk besi, kaca arloji, *magnetic stirrer*, batu didih, corong pisah 100 mL, corong, corong porselen, mortar, statif, klem, kondensor, selang, pompa, siring, botol kaca, kertas saring, neraca analitik, *heating mantle*, oven, *furnace*, XRD (D2 Phaser (broker)), FTIR (Nicolet Avatar), dan GCMS (Shimadzu QP 2010 Plus) Column Oven Temp: 80° C, Injection Temp: 300 °C, Injection Mode: split, Flow Control Mode: pressure, Pressure: 12.0 kPa, Total Flow: 77.8 mL/min, Column Flow: 1.24 mL/min, Linear Velocity: 41.1 cm/sec, Purge Flow: 3.0 mL/min, Split Ratio: 59.1.

##### **4.1.2. Bahan**

Bahan yang digunakan adalah kitosan, hidrotalsit, minyak goreng, methanol, asam klorida (HCl) merek Merck, asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) merek Merck, natrium hidroksida (NaOH) merek Merck, asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) merek Merck, indikator pp (*phenolphthalein*), akuades.

#### **4.2. Prosedur Kerja**

##### **4.2.1. Preparasi Bahan**

Hidrotalsit sebanyak 70 gram ditimbang menggunakan neraca analitik. Kemudian dimasukkan ke dalam cawan porselen. Setelah ditimbang, hidrotalsit dikalsinasi pada suhu 400 ° C selama 2 jam dengan menggunakan *furnace*.

#### **4.2.2. Pembuatan Kitosan-Hidrotalsit**

Mula-mula kitosan ditimbang sebanyak 5 gram kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker. Hidrotalsit yang telah dikalsinasi ditimbang sebanyak 5 gram dan dimasukkan ke dalam gelas beker yang telah terisi kitosan. Asam asetat 10% ditambahkan sebanyak 50 mL, kemudian kitosan dan hidrotalsit diaduk sampai tercampur membentuk gumpalan. Setelah terbentuk gumpalan, sampel dicetak menggunakan siring. Hasil cetakan dimasukkan ke dalam gelas beker yang sebelumnya sudah diisi dengan natrium hidroksida sebanyak 100 mL, kemudian didiamkan semalaman. Lalu akuades ditambahkan untuk membilas. Setelah dibilas, sampel dioven sampai mongering sehingga terbentuklah katalis kitosan-hidrotalsit.

#### **4.2.3. Uji Aktivitas Katalis**

Mula-mula serbuk hidrotalsit ditimbang sebanyak 2 gram dan minyak goreng dipipet sebanyak 10 mL. Kemudian kedua bahan tersebut dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga. Serbuk hidrotalsit dan minyak goreng direfluks selama 3 jam. Metanol sebanyak 50 mL ditambahkan pada saat suhu 60 ° C.

Setelah sampel direfluks selama 3 jam, sampel dipindahkan ke dalam corong pisah 100 mL. kemudian asam klorida 1 M ditambahkan sebanyak 10 mL ke dalam corong pisah. Akuades ditambahkan ke dalam corong pisah sebanyak 50 mL. Setelah itu, sampel digojog sampai terbentuk larutan berwarna putih susu dan udara yang dihasilkan dikeluarkan sesekali. Setelah digojog, sampel didiamkan beberapa saat sampai terbentuk dua fasa. Setelah terbentuk dua fasa, pada lapisan bawah terbentuk gliserol berwarna putih sedangkan dilapisan atas terbentuk biodiesel berwarna kuning. Gliserol dan biodiesel dikeluarkan dalam wadah terpisah dan diberi label pada keduanya. Biodiesel yang diperoleh kemudian diukur volume dan beratnya.

#### 4.2.4. Pembuatan Biodiesel dengan Gel katalis

Mula-mula katalis kitosan-hidrotalsit ditimbang sebanyak 2 gram dan minyak goreng dipipet sebanyak 10 mL. Kemudian kedua bahan tersebut dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga. Sampel direfluks selama 3 jam dengan menggunakan katalis kitosan-hidrotalsit variasi berat 1, 2, 3 dan 4 gram. Metanol sebanyak 50 mL ditambahkan pada saat suhu 60 ° C.

Setelah sampel direfluks selama 3 jam, sampel dipindahkan ke dalam corong pisah 100 mL. kemudian asam klorida 1 M ditambahkan sebanyak 10 mL ke dalam corong pisah. Akuades ditambahkan ke dalam corong pisah sebanyak 50 mL. Setelah itu, sampel digojog sampai terbentuk larutan berwarna putih susu dan udara yang dihasilkan dikeluarkan sesekali. Setelah digojog, sampel didiamkan beberapa saat sampai terbentuk dua fasa. Setelah terbentuk dua fasa, pada lapisan bawah terbentuk gliserol berwarna putih sedangkan dilapisan atas terbentuk biodiesel berwarna kuning. Gliserol dan biodiesel dikeluarkan dalam wadah terpisah dan diberi label pada keduanya. Biodiesel yang diperoleh kemudian diukur volume dan beratnya.

#### 4.2.5. Uji Kebasaan

Uji analisis kebasaaan dimulai dengan menimbang 0,1 gram katalis kitosan-hidrotalsit yang kemudian dilarutkan dengan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) 1 M ke dalam gelas beker. Setelah larut kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam lalu disaring dengan menggunakan kertas saring. Dari proses penyaringan, diperoleh filtrat dan endapan. Filtrat yang dihasilkan kemudian dipipet sebanyak 5 mL dan dititrasi dengan menggunakan KOH 0,1 M dan ditambahkan indikator pp (phenolphthalein).

#### 4.2.6. Karakterisasi Katalis

Uji karakter katalis dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR dan XRD. Katalis yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan FTIR yang bertujuan untuk mengkarakterisasi dan menganalisis gugus fungsi pada katalis. Analisis dengan XRD bertujuan untuk menentukan sistem Kristal pada katalis.