

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah deskriptif eksploratif untuk mengetahui kandungan minyak biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* gaetn) dan kesesuaiannya minyak biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* gaetn) dengan standart mutu bahan baku biodiesel Indonesia.

#### **3.2 Tempat dan Waktu**

Penelitian ini akan dilaksanakan di laboratorium kimia (MIPA) Universitas Muhammadiyah Malang dan laboratorium Biologi (Fakultas Sains dan Teknologi) Universitas Maulana Malik Ibrahim Malang, mulai tanggal 18 agustus sampai 18 september 2010.

#### **3.3 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.3.1 Alat Penelitian**

Alat yang dibutuhkan pada penelitian ini adalah

- |                           |        |
|---------------------------|--------|
| 1. Alat hidrolisis Buchi  | 1 unit |
| 2. Alat ekstraksi Buchi   | 1 unit |
| 3. Alat ekstraksi Soxhlet | 1 unit |
| 4. Alat destilasi         | 1 unit |
| 5. Labu Erlenmeyer        | 1 unit |
| 6. Psychrometer sling     | 1 unit |

- |                     |        |
|---------------------|--------|
| 7. Termometer raksa | 1 unit |
| 8. Soil tester      | 1 unit |
| 9. Lux meter        | 1 unit |

### 3.3.2 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan adalah

1. Biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* Gaertn), diperoleh dari area lahan yang sama, di Kraksaan Kabupaten Probolinggo. Buah nyamplung diambil buahnya yang jatuh atau tua, dengan indikasi besar dan warna hijau tua atau agak kering dan tanpa cacat, dari pohonnya,. Sedangkan biji kapuk randu diambil dari buahnya yang kering dengan indikasi jatuh atau yang ada dipohon dengan buahnya pecah dan kapuknya siap untuk dipanen.
2. Larutan heksana
3. Alkohol 70%
4. KOH
5. Pelarut fenil talein
6. Aquades
7. HCL 4N
8. Reagent wijs

### 3.4 Variabel Penelitian

Variabel pengamatan meliputi kandungan minyak biji minyak biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* gaertn). Angka hasil analisis kimia berupa angka keasaman, angka iodium dan angka penyabunan untuk minyak biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* gaertn) dibandingkan dengan SNI biodiesel Indonesia.

### 3.5 Metode Kerja

#### 3.5.1 Tahap Skrining Awal

Tahap skrining awal dilakukan di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Muhammadiyah Malang dengan menggunakan unit hidrolisis dan ekstraksi Buchi. Biji nyamplung dan kapuk randu dipotong kecil-kecil hingga berukuran sekitar 1 mm, lalu ditimbang sebanyak 5 g dan sampel biji pun siap untuk dihidrolisis dan diekstraksi. Sampel biji dihidrolisis di dalam larutan HCl 4 N selama dua jam menggunakan unit hidrolisis Buchi. Proses hidrolisis kemudian dilanjutkan dengan proses ekstraksi sampel di dalam larutan heksan selama satu jam menggunakan unit ekstraksi Buchi.

##### 3.5.1.1 Hidrolisis Buchi

Sebelum melakukan hidrolisis, biji *Callophyllum inophyllum* L dan *Ceiba Pentandra* Gaertn dipisahkan dulu dari bagian buah lainnya, kemudian diiris kecil-kecil hingga menyerupai serbuk, kemudian di timbang dengan menggunakan timbangan digital sampai mencapai berat lima gram (dicatat sebagai C). Hidrolisis dimulai dengan memanaskan unit hidrolisis pada setting pemanasan enam (6) selama 15 menit. Kemudian sampel biji dimasukkan ke dalam *digester tube*, dan *celite* yang telah ditimbang sebanyak lima gram, serta ditambahkan 100 mL HCL 0,4 N sebagai senyawa penghidrolisis. Ketiga campuran ini diaduk sampai merata.

Selanjutnya pasir ditimbang sebanyak 10 gram dan dimasukkan pada *crucible* dan dibuat satu lapisan padat. Pasir berfungsi untuk menahan *celite* agar tidak masuk ke dalam pori-pori *crucible*. Kemudian ditimbang lagi *celite* seberat 5 gram dan dimasukkan pada *crucible* dan dibuat menjadi satu lapisan baru di atas

lapisan pasir. *Celite* berfungsi untuk menahan sampel dan mengikat minyak hasil hidrolisis.

Setelah 15 menit, kemudian *crucible* dipasang pada unit hidrolisis yang di atur pada posisi *boiling* untuk proses hidrolisis. *Digester tube* lalu ditempatkan pada unit, dan *setting* pemanasan diatur pada pemanasan 3. *Aspiration tube* di pasang untuk menghubungkan *digester tube* dan *crucible*. Tahap selanjutnya adalah menghubungkan keran air dengan *water jet pump* akan menyedot pelarut terpisah dari sampel sehingga keluar dan terbuang ke saluran air. Proses hidrolisis dilakukan untuk memecah jaringan tumbuhan yang melindungi minyak dan dilakukan kira-kira 1 jam. Pada proses ini juga terjadi hidrolisis trigkiderida menjadi gliserol dan asam lemak.

Setelah proses hidrolisis selesai, unit dimatikan kemudian dimasukkan 50-70 mL aqua DM, dengan temperatur 40-50°C ke dalam *digester tube*, kemudian di bilas dengan 250 mL aqua DM pada temperatur 50-60°C. *crucible* yang berisi sampel lalu dikeringkan dalam oven dengan temperatur 103°C selama 6 jam. Setelah proses hidrolisis selesai dilakukan.

### **3.5.1.2 Ekstraksi Menggunakan Ekstraksi Buchi**

Unit ekstraktor dinyalakan dan dipanaskan kira-kira 10 menit sebelum dilakukan proses ekstraksi. *Crucible* yang berisi sampel hasil proses hidrolisis di tempatkan ke dalam unit ekstraksi. Sementara itu, gelas kimia yang berisi batu didih ditimbang dan dicatat hasilnya (dicatat sebagai A). Pelarut heksan dimasukkan sebanyak 170 mL ke dalam beaker khusus unit ekstraksi dan kemudian ditempatkan pada unit ekstraksi. Proses ekstraksi ini dilakukan selama

kira-kira dua jam. Setelah proses ekstraksi selesai, keran *drainase* dibuka dan pemanasan diteruskan selama 10 menit atau lebih sampai seluruh pelarut teruapkan dari *beaker* dan tertampung di dalam *reservoir*. Beaker yang mengandung minyak diambil dan di oven dengan temperatur 105°C selama 30 menit. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan sisa pelarut heksan. Beaker kemudian ditimbang dan dicatat hasilnya (B).

Presentase kandungan minyak dihitung dengan menggunakan rumus biokimia di bawah ini (Maunatin, 2009):

$$\% \text{ kandungan minyak} = \frac{(B - A)}{C} \times 100\%$$

Keterangan:

A = Berat Awal (g)

B = Berat Akhir (g)

C = Banyaknya Sampel (g)

Metode ekstraksi dengan menggunakan unit ekstraksi buchi digunakan untuk *screening* awal kandungan minyak. Sedangkan untuk mengukur nilai iodium, nilai asam, dan penyabunan dilakukan ekstraksi menggunakan soxhlet, karena diperlukan minyak dalam jumlah yang banyak.

### 3.5.2 Tahap Lanjut

Biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum*) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra*) yang diambil dari lokasi Kraksaan Kabupaten Probolinggo. Biji kemudian dicuci bersih, dijemur, dikuliti dan dipotong-potong hingga berukuran sekitar 0,1 – 1 mm. Persentase kandungan minyak sampel biji Biji *C. inophyllum* dan *C. pentandra* yang berasal dari lokasi ditentukan melalui cara yang sama

dengan tahap skrining awal perbedaannya skrining awal hanya dibutuhkan untuk mengetahui perbedaan banyaknya kandungan minyak antara *Callophyllum inophyllum* dan *Ceiba pentandra*. Setelah dilakukan penentuan persentase minyak dilakukan pengambilan sampel minyak biji dengan cara mengekstraksi sampel biji selama sekitar tujuh jam di dalam larutan heksan menggunakan unit soxhlet. Proses ekstraksi biji menggunakan soxhlet kemudian dilanjutkan dengan proses destilasi.

#### **3.5.2.1 Ekstraksi Menggunakan Ekstraksi Soxhlet**

Unit ekstraksi soxhlet ini disusun sesuai urutan mulai dari awal yaitu labu, soxhlet dan kondensor. Ketiga alat ini digabungkan berdasarkan sambungan asah yang ada pada masing-masing alat dan disusun berdiri dengan bantuan klem dan statif. Bagian soxhlet sebelum digabungkan dengan bagian kondensor pada bagian atasnya dimasukkan sampel sebanyak 200 g yang telah di bungkus kertas saring whatman. Saat alat telah siap, bagian bawah labu kemudian dimasukkan ke dalam penangas hingga terendam 3/4 bagiannya. Penangas air dipasang pada *setting* pemanasan 80°C dan kran air yang terpasang pada bagian kondensor yang menghubungkan dengan selang dinyalakan, sehingga terbentuk aliran air dari bawah menuju ke atas menuju kondensor. Ekstraksi dijalankan selama 7 jam dan setelah itu hasil ekstraksi didestilasi untuk memisahkan pelarut dari sampel minyak dan kemudian dikering anginkan selama 2 hari.

### 3.5.2.2 Destilasi

Proses destilasi dilakukan supaya sampel minyak yang diperoleh bebas dari pengotor atau pelarut. Sampel minyak hasil ekstraksi yang masih tercampur dengan heksan di destilasi pada suhu 67-70°C. Pada suhu tersebut heksan akan menguap sesuai titik didihnya, sedangkan minyak akan terdapat di dasar karena titik didihnya lebih tinggi. Sampel minyak dalam labu dipasang pada unit destilasi dan dihilangkan pelarutnya hingga pelarut n-heksan tertampung seluruhnya di labu penampung. Destilasi dihentikan ketika tidak ada lagi pelarut yang menetes di labu penampung. Setelah selesai, labu diambil dan dikeringkan dari unit destilasi dan kemudian sampel yang berada dalam labu dikering anginkan.

### 3.5.3 Analisis Kimia Sampel Minyak

Analisis kimia sampel minyak yang dilakukan mencakup uji angka asam, penyabunan dan iodium. Uji angka asam, uji angka iodium dan penyabunan dilakukan di Laboratorium Biokimia Jurusan Biologi Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang. Uji angka asam dilakukan sesuai dengan metode FBI-A01-03. Uji angka penyabunan dilakukan sesuai dengan metode FBI-A03- 03, sedangkan uji angka iodium dilakukan sesuai dengan metode SNI-01-2902-1992. Ketiga uji tersebut dilakukan secara *triplo*.

#### 3.5.3.1 Angka Iodium

Sampel biodiesel ester alkil ditimbang sebanyak  $0,13-1,15 \pm 0,001$  g kemudian dimasukkan ke dalam labu. Setelah itu, ditambahkan 15 mL larutan karbon tetraklorida (atau 20 mL campuran larutan 50%-v sikloheksan dengan 50%-v asam asetat) lalu labu dikocok sambil diputar untuk memastikan sampel

terlarut sempurna ke dalam pelarut, kemudian ditambahkan 25 mL reagen wijs dengan pipet dan labu di tutup. Lalu labu dikocok sambil diputar agar isinya tercampur sempurna, kemudian larutan ini segera disimpan ditempat gelap pada suhu  $25 \pm 5^\circ\text{C}$  selama satu jam. Setelah periode penyimpanan selesai, labu diambil kembali lalu ditambahkan 20 mL larutan KI dan 150 mL aquades.

Isi labu lalu diaduk dan dititrasasi dengan menggunakan larutan natrium tiosulfat 0,1 N yang telah di standarkan (diketahui normalitas eksaknya) hingga berwarna coklat iodium hampir hilang. Setelah warna ini tercapai, ditambahkan 2 mL indikator pati dan titrasi dilanjutkan hingga warna biru kompleks iodium-pati hilang. Volume titran yang dihabiskan untuk titrasi dicatat. Bersamaan dengan analisis sampel, dilakukan juga analisis blanko (titrasi tidak menggunakan sampel biodiesel).

Angka iodium sampel biodiesel dihitung dengan menggunakan rumus biokimia di bawah ini (Maunatin, 2009):

$$\text{Angka iodium, } (A_i)(\% - b) = \frac{12,69(B - C)N}{w}$$

Keterangan:

B = volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi blanko (mL)

C = volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi sampel (mL)

N = normalitas eksak larutan natrium tiosulfat

W = berat eksak sampel biodiesel yang ditimbang untuk analisis (gram)

### 3.5.4.2 Angka Asam

Diambil sebanyak  $19-21 \pm 0,05$  g biodiesel ester alkil, dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan 100 mL campuran pelarut yang telah dinetralkan ke dalam labu Erlenmeyer tersebut. Setelah itu,

semua larutan yang ada di dalam labu Erlenmeyer diaduk dengan kuat dan dititrasi dengan KOH dalam alkohol sampai warna kembali merah jambu dengan intensitas yang sama seperti pada campuran pelarut yang telah dinetralkan. Warna merah jambu yang didapatkan harus bertahan sampai 15 menit. Volume titran yang dibutuhkan dicatat sebagai V (mL) dengan rumus biokimia di bawah ini (Maunatin, 2009):

$$\text{Angka Asam } (A_a) = \frac{56,1 V.N}{m} \text{ mg KOH/g biodiesel}$$

Keterangan:

V = volume larutan KOH dalam alkohol yang dibutuhkan pada titrasi (mL)

N = Normalitas eksak larutan KOH dalam alkohol

m = berat contoh biodiesel (g)

angka asam yang didapatkan harus dibulatkan sampai dua desimal (dua angka dibelakang koma).

#### 3.5.4.3 Angka Penyabunan

Biodiesel ester alkil ditimbang 4-5 mL  $\pm 0,005$  g, kemudian dimasukkan kedalam sebuah labu Erlenmeyer 250 mL, lalu ditambahkan 50 mL larutan KOH alkoholik dengan pipet yang dibiarkan terkosongkan secara alami. Labu erlenmeyer, kemudian disambungkan dengan kondensor berpendingin udara dan dididihkan perlahan sampai sampel tersambungkan dengan sempurna. Proses ini biasanya membutuhkan waktu satu jam. Pada akhir penyabunan akan diperoleh larutan yang jernih dan homogen. Apabila larutan yang diperoleh tidak jernih dan homogen, maka waktu penyabunan diperpanjang.

Setelah proses tersebut selesai maka labu dan kondensor dibiarkan sampai

cukup dingin (tetapi tidak terlalu dingin sampai membentuk jeli). Dinding dalam kondensor dibilas dengan aquades. Kondensor kemudian dilepaskan dari labu, dan ditambahkan 1 mL larutan indikator fenolftalein ke dalamnya. Isi labu dititrasi dengan HCL 0,5 N hingga tercapai warna merah jambu hilang. Volume asam klorida 0,5 N yang dihabiskan dalam titrasi dicatat. Dilakukan pula titrasi blanko secara serempak dengan analisis sampel biodiesel. Langkah-langkah analisisnya sama dengan analisis sampel. Hanya saja tidak menyertakan sampel biodiesel. Perhitungan angka penyabunan dilakukan dengan rumus biokimia di bawah ini (Maunatin, 2009):

$$\text{Angka penyabunan } (A_s) = \frac{56,1(B - C)N}{m} \text{ mg KOH/g biodiesel}$$

Keterangan:

B = volume HCl 0,5 N yang dihabiskan pada titrasi blanko (mL)

C = volume HCl 0,5 yang dihabiskan pada titrasi sampel (mL)

N = normalitas eksak larutan HCL 0,5 N

m = berat sampel biodiesel ester alkil (g)

Nilai angka penyabunan yang didapatkan harus dibulatkan sampai dua desimal (dua angka dibelakang koma).

### 3.6 Tabel Standart Bahan Baku Biodiesel

Tabel 3.1 Parameter Biodiesel Indonesia

Parameter	Nilai Rata-Rata	Metode Uji
Angka Iodium (g I/100 g)	115	SNI-01-2902-1992
Angka Asam (mg KOH/g)	0,8	FBI-A01-03
Angka Penyabunan (mg KOH/g)	202	FBI-A03- 03

(Sumber: Soerawidjaja dkk, 2005)

### 3.7 Analisa Data

Data yang diperoleh dari berat sampel yang sama antara kedua tanaman, meliputi kandungan minyak pada nyamplung (*Callophyllum inophyllum* L) dan kapuk randu (*Ceiba pentandra* Gaertn). Data hasil uji biokimia yang diperoleh adalah angka asam, angka penyabunan, dan angka iodium. Semua data yang ada akan dianalisis menggunakan teknik deskriptif eksploratif.



### 3.8 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dapat disajikan dalam bentuk skema sebagai berikut:

