

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan adalah minyak ikan A dan minyak ikan B. Minyak ikan A adalah minyak ikan yang dihasilkan dari pengolahan limbah dari industri pengalengan ikan. Minyak ikan A umumnya dijadikan sebagai bahan tambahan pangan. Sedangkan minyak ikan B adalah minyak ikan yang dihasilkan dari pengolahan limbah pembuatan minyak ikan. Minyak ikan B umumnya dijadikan bahan tambahan pakan ternak. Minyak ikan A dan minyak ikan B didapatkan dari industri pengolahan minyak ikan yang ada di Muncar, Kabupaten Banyuwangi. Bahan kimia yang digunakan adalah metanol, H_2SO_4 , KOH, aquades, KOH 0,1 N, indikator PP, Na_2SO_4 anhidrat, etanol.

3.2 Peralatan Penelitian

Peralatan penelitian yang digunakan diantaranya adalah labu leher dua kapasitas 1 L, soxlet, kondensor spiral, termometer, *hot plate*, *magnetic stirrer*, corong pisah, beaker glass, gelas ukur, biuret, statif, erlenmeyer, pipet volume, pipet serologis, pipet tetes, pH meter.

3.3 Metode Penelitian

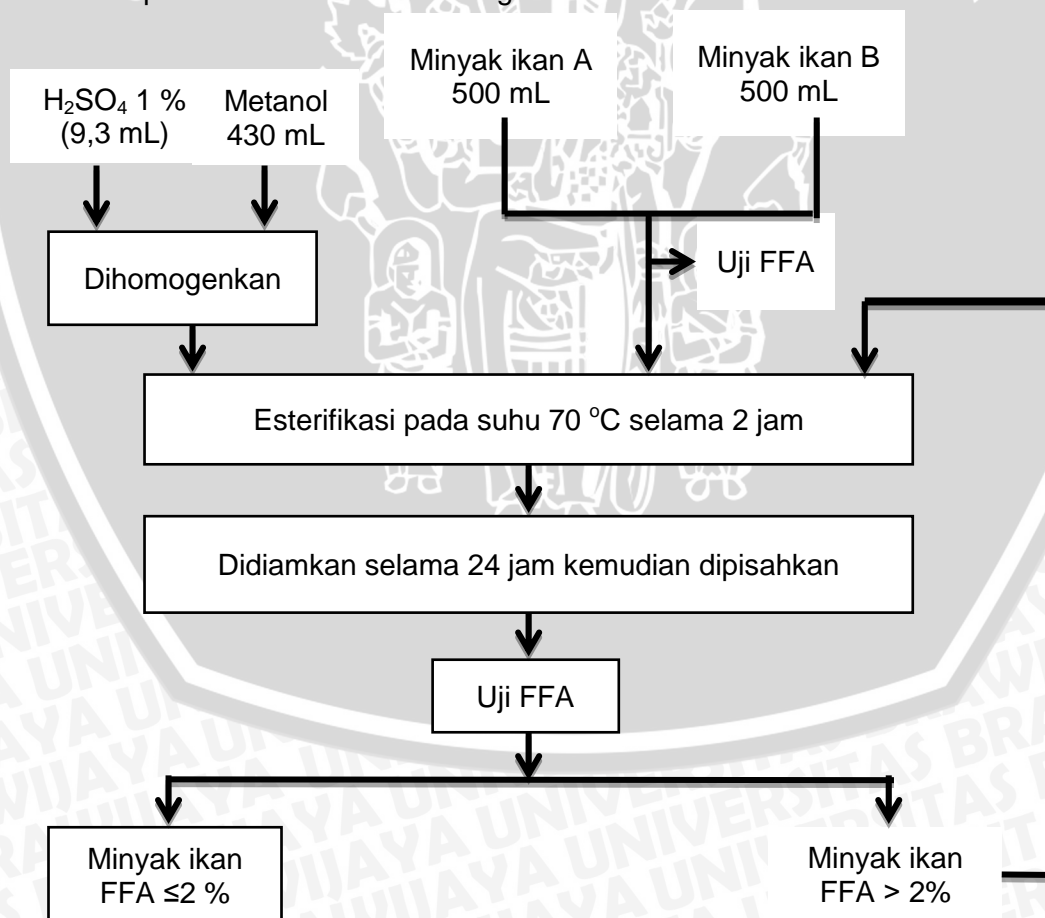
Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kualitas biodiesel yang dihasilkan dari minyak ikan A' dan minyak ikan B' melalui reaksi transesterifikasi menggunakan katalis KOH 1 %, 2 % dan 3 % dengan suhu reaksi 60 °C selama 1 jam. Adapun variabel-variabel dalam penelitian ini meliputi:

1. Variabel bebas, yaitu minyak ikan dan katalis KOH (1 %, 2 % dan 3 %).
2. Variabel terikat, yaitu kualitas biodiesel.

3.3.1 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dilakukan untuk menurunkan nilai FFA minyak ikan dengan reaksi esterifikasi menggunakan pelarut metanol dan katalis H_2SO_4 . Perbandingan molar minyak ikan dan metanol yang digunakan adalah 1:6 (500 mL minyak ikan : 430 mL metanol) dan H_2SO_4 1 % dari total volume minyak ikan dan metanol (H_2SO_4 9,3 mL). Sampel minyak ikan yang digunakan ada 2 jenis, yaitu minyak ikan A (FFA 11,22 %) dan minyak ikan B (FFA 16,83 %). Hasil dari esterifikasi ini nilai FFA diharapkan dibawah 2 %. Karena %FFA yang terlalu tinggi (diatas 2 %) akan menimbulkan sabun pada biodiesel. Reaksi esterifikasi dilakukan pada suhu 70 °C selama 2 jam kemudian didiamkan selama 24 jam dan dipisahkan.

Tahapan reaksi esterifikasi sebagai berikut:



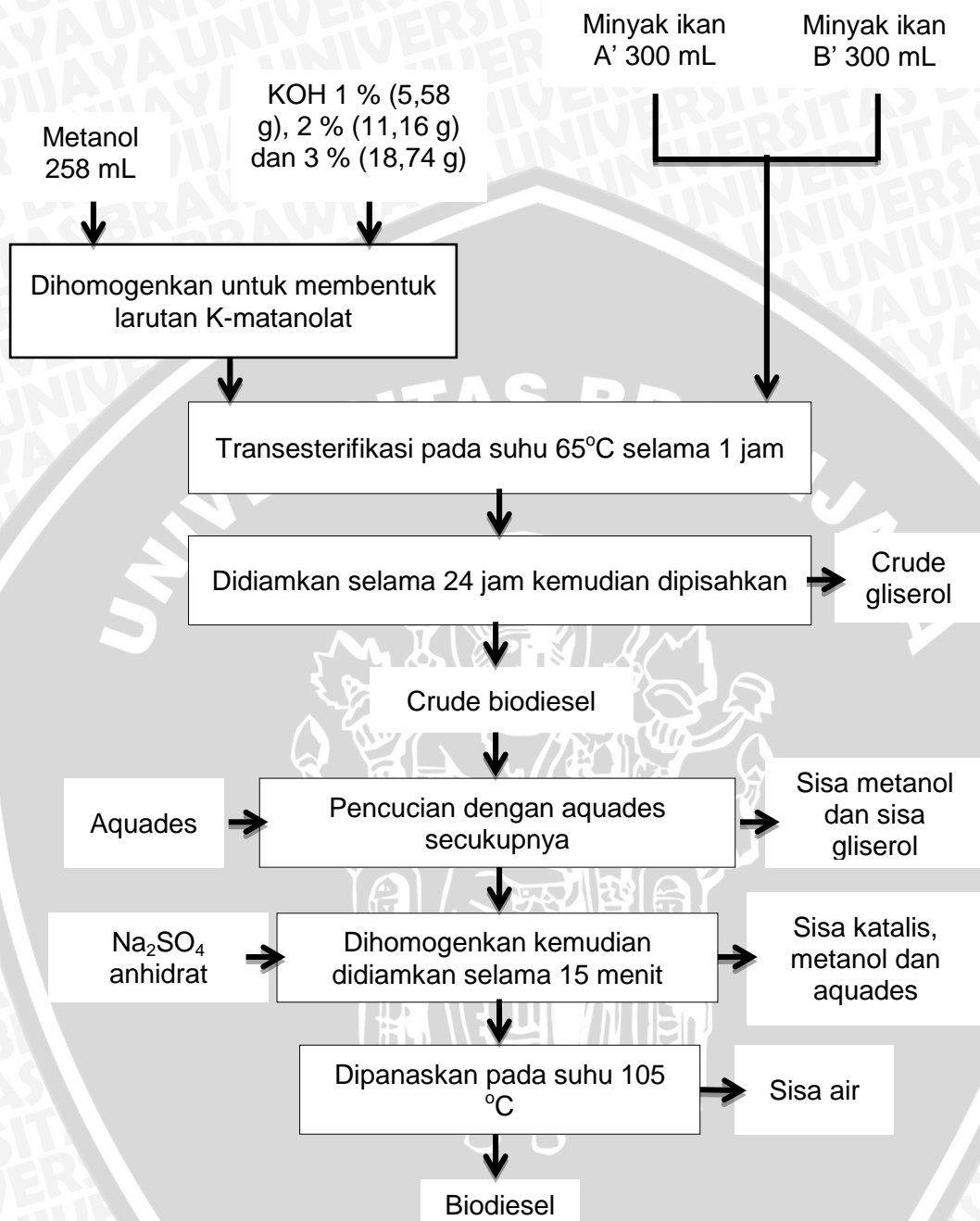
Gambar 2. Tahapan reaksi esterifikasi

3.3.2 Penelitian Utama

Penelitian utama dalam pembuatan biodiesel dari minyak ikan dilakukan dengan reaksi transesterifikasi. Transesterifikasi dilakukan pada labu berleher dua dengan kapasitas 1 liter dilengkapi dengan termometer, kondensor spiral dan *magnetic stirrer* yang ditempatkan pada *hot plate*. Minyak ikan direaksikan dengan pelarut methanol dengan perbandingan molar minyak ikan dan metanol 1:6 yang ditambahkan dengan katalis KOH 1 %, 2 % dan 3 % dari total volume minyak ikan dan metanol. Minyak ikan yang digunakan adalah minyak ikan A' dengan FFA 0,73 % dan minyak ikan B' dengan FFA 0,82 %. Hal ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan kualitas biodiesel yang dihasilkan dari jumlah katalis yang berbeda dan minyak ikan dengan %FFA yang berbeda.

Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 65 °C selama 1 jam. Hasil yang diperoleh dimasukkan dalam corong pemisah dan didiamkan selama 24 jam kemudian dipisahkan antara crude gliserol dan crude biodiesel. *Crude* biodiesel selanjutnya dimurnikan untuk mendapatkan biodiesel dengan kemurnian tinggi. Pemurnian dilakukan dengan mencuci *crude* biodiesel untuk melarutkan sisa gliserol, KOH dan metanol menggunakan aquades secukupnya dan dilakukan berulang sampai aquades terlihat jernih. Selanjutnya ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat sebanyak 1 % dari total volume *crude* biodiesel, yang berguna untuk menyerap sisa KOH, metanol dan aquades dalam *crude* biodiesel. Tahap terakhir *crude* biodiesel dipanaskan untuk menguapkan sisa metanol dan aquades untuk mendapatkan biodiesel murni.

Tahapan pembuatan biodiesel sebagai berikut:



Gambar 3. Tahapan pembuatan biodiesel

3.4 Analisa Data

Analisa data pada penelitian ini dilakukan menggunakan rancangan acak lengkap faktorial. Dengan kombinasi perlakuan dan ulangan seperti pada Tabel 3 dibawah ini:

Table 3. Rancangan Percobaan

Jenis Minyak Ikan	Katalis KOH		
	a	b	C
A'	A'a1	A'b1	A'c1
	A'a2	A'b2	A'c2
	A'a3	A'b3	A'c3
B'	B'a1	B'b1	B'c1
	B'a2	B'b2	B'c2
	B'a3	B'b3	B'c3

Keterangan:

A'a = Minyak ikan FFA 0,73 % KOH 1 %

A'b = Minyak ikan FFA 0,73 % KOH 2 %

A'c = Minyak ikan FFA 0,73 % KOH 3 %

B'a = Minyak ikan FFA 0,82 % KOH 1 %

B'b = Minyak ikan FFA 0,82 % KOH 2 %

B'c = Minyak ikan FFA 0,82 % KOH 3 %

Data yang diperoleh akan dilakukan analisa dengan menggunakan ANOVA (*Analysis of Variance*) menggunakan uji F dengan membandingkan antara F hitung dengan F tabel kemudian dilanjutkan dengan analisa BNT dan *Duncan*.

- Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$ 5 %, maka tidak berbeda nyata.
- Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ 5 %, maka berbeda nyata

3.5 Parameter Uji

Parameter uji yang digunakan diantaranya rendemen, angka asam, viskositas, densitas, titik nyala, kadar air, pH dan GC-MS serta analisa De Garmo untuk menentukan perlakuan terbaik.

3.5.1 Rendemen

Rendemen merupakan persentase perbandingan hasil yang diperoleh dengan sampel yang digunakan. Tujuan perhitungan rendemen adalah untuk mengetahui seberapa besar konversi minyak ikan A' dan B' menjadi biodiesel menggunakan katalis KOH 1 %, 2 % dan 3 % melalui reaksi transesterifikasi.

3.5.2 Uji Angka Asam

Uji kandungan angka asam dilakukan untuk mengetahui kualitas biodiesel. Angka asam yang semakin rendah menunjukkan kualitas biodiesel yang semakin baik.

Angka asam dihitung sebagai berikut :

$$\text{Angka asam} = \% \text{FFA} \times \frac{\text{BM KOH}}{\text{BM Minyak ikan} / 10}$$

3.5.3 Uji Viskositas

Viskositas kinematik merupakan pengukuran kekentalan kinematik pada produk minyak dengan cara mengukur waktu alir produk minyak yang mempunyai volume tertentu melalui pipa kapiler viscometer pada suhu tertentu. Viskositas yang tinggi atau fluida yang lebih kental akan mengakibatkan kecepatan aliran akan lebih lambat sehingga proses derajat atomisasi bahan bakar akan terlambat pada ruang bakar (Samosir, 2011).

3.5.4 Uji Densitas

Densitas atau bobot jenis adalah perbandingan berat contoh pada suhu 25 °C dengan berat air pada volume dan suhu yang sama. Densitas biodiesel pada suhu 15 °C tidak boleh melebihi 0.900 kg/m³. Jika densitasnya lebih dari 0.900 kg/m³ pada suhu 60 °F, kemungkinan reaksi transesterifikasi tidak berjalan sempurna dan masih terdapat banyak trigliserida (Sari, 2007).

3.5.5 Uji Titik Nyala

Flash Point (Titik Nyala) dari cairan mudah terbakar adalah suhu terendah dimana bahan bakar tersebut mudah terbakar ketika bereaksi dengan udara. Bila nyala terus terjadi secara terus menerus, maka suhu tersebut dinamakan titik bakar (*fire point*). Titik nyala yang terlampau rendah dapat menyebabkan

timbulnya *denotasi* yaitu ledakan kecil yang terjadi sebelum bahan bakar masuk ruang bakar. Hal ini juga dapat meningkatkan resiko bahaya saat penyimpanan. Semakin tinggi titik nyala dari suatu bahan bakar semakin aman penanganan dan penyimpanan (Ritonga, 2011).

3.5.6 Uji Kadar Air

Kadar air merupakan ukuran banyaknya kandungan air dalam minyak, semakin tinggi kadar air dalam minyak, maka semakin rendah kualitas minyak tersebut (Sabar, 2015). Kadar air dan zat yang mudah menguap dihitung sebagai berikut :

3.5.7 Uji pH

Pengujian pH biodiesel dilakukan menggunakan pH meter digital. Pengujian pH perlu dilakukan karena pH merupakan salah satu indikator kualitas biodiesel. Nilai pH biodiesel berhubungan dengan angka asam.

3.5.8 Analisa De Garmo

Setelah pengujian kualitas biodiesel dilakukan penentuan perlakuan terbaik dengan metode pengambilan keputusan yaitu metode Indeks Efektivitas De Garmo. Pengambilan keputusan dilakukan dengan mempertimbangkan tingkat kepentingan dari beberapa parameter uji dan dilakukan skoring.

Hasil skoring yang diperoleh tersebut ditabulasi dan dijumlahkan. Kemudian dirata-rata untuk mengetahui urutan masing-masing suatu variabel. Lalu dihitung bobot masing-masing variabel. Variabel dengan rata-rata tertinggi diberi bobot 1, sedangkan bobot variabel yang lain didapatkan dari hasil bagi antara rata-rata masing-masing variabel dengan rata-rata variabel urutan ke-1. Bobot normal dihitung dengan membagi bobot masing-masing variabel dengan

jumlah bobot normal masing-masing. Nilai Efektivitas (N_e) dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$N_e = \frac{\text{nilai perlakuan-nilai terjelek}}{\text{nilai tenilai terbaik-nilai terjelek}}$$

Kemudian dihitung nilai hasil (N_h) dari semua variabel dengan mengalikan N_e dengan bobot normal masing-masing variabel. Selanjutnya, N_h dijumlahkan semua dan perlakuan dengan jumlah N_h tertinggi adalah perlakuan yang terbaik.

3.5.9 Uji GC-MS

GC-MS adalah singkatan dari "*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*". Instrumen alat ini adalah gabungan dari alat GC dan MS. Sampel yang hendak diperiksa diidentifikasi dahulu dengan alat GC (*Gas Chromatography*), kemudian diidentifikasi dengan alat MS (*Mass Spectrometry*). GC dan MS merupakan kombinasi kekuatan yang simultan untuk memisahkan dan mengidentifikasi komponen-komponen campuran (Mariska, 2011).

Prinsip kerja dari GC-MS adalah dengan kromatogram berdasarkan pada perbedaan kepolaran dan massa molekul sampel yang dapat diuapkan. Sampel yang berupa cairan atau gas dapat langsung diinjeksikan ke dalam injektor, jika sampel dalam bentuk padatan maka harus dilarutkan pada pelarut yang dapat diuapkan. Aliran gas yang mengalir akan membawa sampel yang teruapkan untuk masuk ke dalam kolom. Komponen-komponen yang ada pada sampel akan dipisahkan berdasarkan partisi diantara fase gerak (gas pembawa) dan fase diam (kolom). Hasilnya adalah berupa molekul gas yang kemudian akan diionisasikan pada spektrometer massa sehingga molekul gas itu akan mengalami fragmentasi yang berupa ion-ion positif. Ion akan memiliki rasio yang spesifik antara massa dan muatannya (m/z) (Karliawan, 2009).