

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan

Penelitian ini menggunakan beberapa bahan, yaitu :

- a. Minyak Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum*)

Pembelian minyak nyamplung tersebut didapatkan dari Koperasi Jarak Lestari, Kecamatan Kroya, Kabupaten Cilacap, Jawa Tengah.



Gambar 3.1 Minyak Nyamplung

- b. Minyak Kelapa Murni (*Virgin Coconut Oil*)

Pembelian minyak kelapa murni tersebut diperoleh dari Toko LA Goerih yang beralamat di Perumahan Pendowo Asri C-31, Kabupaten Bantul, Yogyakarta.



Gambar 3.2 Minyak Kelapa

c. Asam Fosfat (H_3PO_4)

Dalam penelitian ini, asam fosfat digunakan dalam bentuk cair yang didapatkan di Toko Sari Bahan Batik & Kimia dengan alamat Brigjen Katamso Utara 91, Yogyakarta. Asam fosfat digunakan dalam penelitian sebagai pemisah lendir atau zat pengotor didalam proses *degumming*.



Gambar 3.3 Asam Fosfat

d. Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam Sulfat dalam penelitian ini digunakan dalam proses *esterifikasi* sebagai penurunan asam lemak bebas dalam minyak nabati.



Gambar 3.4 Asam Sulfat

e. Metanol (CH_3OH)

Pembelian methanol terletak di Toko Tekun Jaya beralamat Jl. Suryatmajan No. 5 Yogyakarta. Didalam penelitian ini, metanol sangat sering digunakan didalam proses *esterifikasi* dan *transesterifikasi* gunanya

sebagai mengikat lemak yang mengandung di dalam minyak nabati tersebut supaya terjadi endapan.



Gambar 3.5 Methanol

f. NaOH

Didalam penelitian ini NaOH digunakan sebagai katalis dalam bentuk padat (kepingan) yang berfungsi sebagai mempercepat reaksi.

g. Air

Dalam penelitian ini, air digunakan dalam proses pencucian sebagai pemisah dari sisa katalis dan metanol yang terdapat setelah proses *degumming*, proses *esterifikasi*, dan proses *transesterifikasi*.

3.2. Alat

Dari bahan-bahan penelitian dalam pembuatan biodiesel yang sudah dijelaskan diatas, terdapat juga alat-alat utama dan pendukung didalam penelitian pembuatan biodiesel yaitu :

a. Alat Pencampur dan Pembuatan Biodiesel

Alat ini digunakan sebagai mencampur dan membuat minyak nyamplung dan minyak kelapa murni menjadi biodiesel dengan bantuan gelas ukur 1000 mL.



Gambar 3.6 Alat Pencampur dan Pembuat Biodiesel

b. Kompor Listrik (*Hot Plate*)

Kompor listrik atau *Hot Plate* dalam penelitian ini berfungsi sebagai pemanas sampel pembuatan biodiesel dengan bantuan gelas ukur.



Gambar 3.7 Kompor Listrik (*Hot Plate*)

c. Neraca Digital

Neraca digital digunakan didalam penelitian ini sebagai mengukur berat atau massa dalam pembuatan biodiesel dan dapat juga digunakan untuk mengetahui besaran kerapatan massa di dalam sampel biodiesel yang dinyatakan sebagai massa per satuan volume.



Gambar 3.8 Neraca Digital

d. Alat Uji *Flash Point*

Alat Uji *Flash Point* digunakan untuk mengetahui titik nyala api dan pengkabutan didalam kandungan biodiesel minyak kelapa murni dan biodiesel minyak nyamplung.



Gambar 3.9 Alat Uji *Flash Point*

e. Alat Uji Viskositas (*Viskometer*)

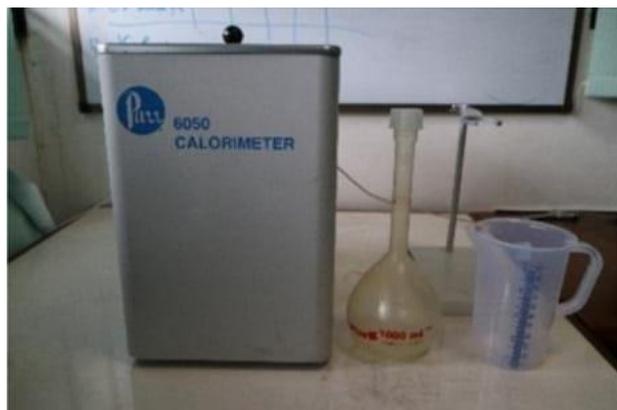
Alat Uji Viskositas yang biasanya disebut sebagai *Viskometer* dalam penelitian ini berfungsi untuk mengetahui kekentalan didalam kandungan bahan baku pembuatan biodiesel.



Gambar 3.10 Alat Uji Viskositas (*Viskometer*)

f. Alat Uji Nilai Kalor

Alat Uji Nilai Kalor tersebut berfungsi untuk mengetahui besar/kecilnya nilai kalor didalam suatu sampel penelitian.



Gambar 3.11 Alat Uji Nilai Kalor

g. Toples (Wadah Plastik)

Toples atau wadah plastik tersebut digunakan sebagai tempat sampel minyak, didalam penelitian ini toples menggunakan ukuran 80 mL dan 1000 mL.



Gambar 3.12 Toples (Wadah Plastik)

h. Gelas Ukur

Gelas Ukur didalam penelitian ini menggunakan dua jenis gelas ukur yaitu gelas ukur dengan ukuran 10 mL dan 50 mL. Gelas ukur dengan ukuran 10 mL digunakan sebagai mengukur banyaknya bahan campuran katalis didalam proses pembuatan biodiesel dan sebagai banyaknya sampel yang diujikan didalam pengujian *flash point*. Gelas ukur dengan ukuran 50 mL digunakan sebagai mengukur banyak sampel biodiesel yang akan diketahui beratnya dan sebagai mengukur banyaknya cairan methanol yang digunakan.



Gambar 3.13 Gelas Ukur 10 mL dan 50 mL

i. Gelas Ukur Beker

Gelas Ukur Beker didalam penelitian ini menggunakan kapasitas yang 1000 mL, digunakan sebagai tempat pengadukan, pemanasan, pencampuran, dan pembuatan biodiesel.



Gambar 3.14 Gelas Ukur Beker

j. Termometer Air Raksa

Termometer Air Raksa ini digunakan sebagai mengukur temperatur didalam bahan baku sampel penelitian.

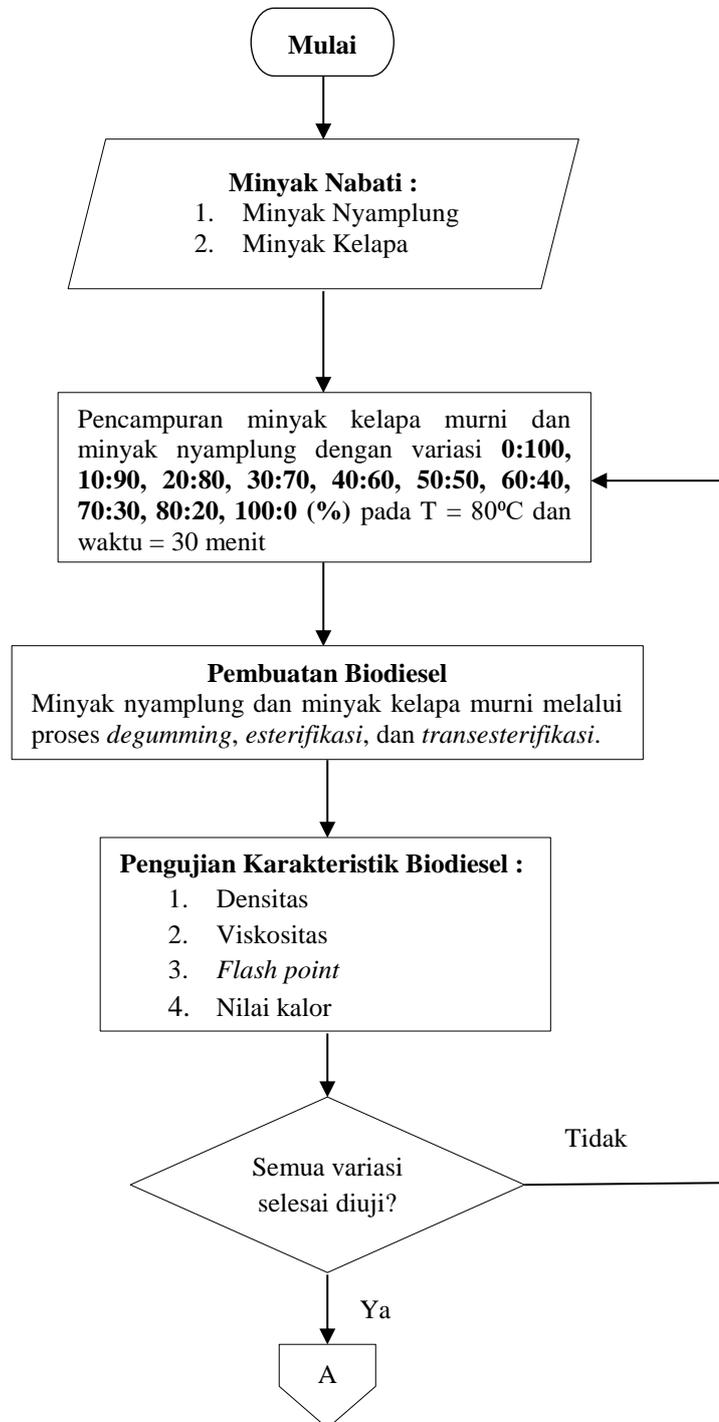
3.3. Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini menerangkan tentang tingkat mutu biodiesel dari minyak nyamplung (*Calophyllum Inophyllum*) dengan melalui pencampuran biodiesel dari minyak kelapa murni (*Virgin Coconut Oil*). Penelitian ini dilakukan agar mengetahui karakteristik biodiesel minyak nyamplung dan biodiesel minyak kelapa murni dengan parameter pengujian yaitu densitas, viskositas, *flash point*, dan nilai kalor.

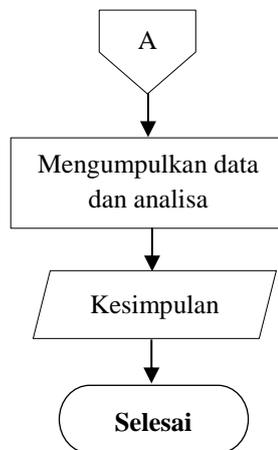
3.4. Tahap Penelitian

Pada tahap awal dalam penelitian ini yaitu menganalisis bahan baku dalam pembuatan biodiesel untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas (*FFA*) dan asam lemak jenuh dari hasil uji lab di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) UGM. Setelah melakukan tahap awal tersebut, lalu melakukan tahap selanjutnya yaitu pemurnian terhadap bahan baku minyak kelapa murni dan minyak nyamplung dengan proses *degumming*,

esterifikasi, dan *transesterifikasi* untuk menghasilkan biodiesel. Tahap – tahap dalam penelitian ini dapat dilihat pada diagram alir sebagai berikut :



Gambar 3.15. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.15. Diagram Alir Penelitian (lanjutan)

3.5. Proses Pembuatan Sampel Campuran Biodiesel

Guna untuk mendapatkan komposisi campuran yang baik, maka minyak dicampur terlebih dahulu sebelum melakukan proses pembuatan biodiesel. Berikut merupakan tabel komposisi campuran :

Tabel 3.1. Variasi Campuran Minyak pada Pembuatan Sampel Biodiesel

No	Sampel	Variasi Komposisi Campuran (%)		Suhu Pencampuran (°C)	Lama Pencampuran (Menit)
		Minyak Kelapa (%)	Minyak Nyamplung (%)		
1	BN 100	-	100	80	30
2	BN 10:BK 90	90	10		
3	BN 20:BK 80	80	20		
4	BN 30:BK 70	70	30		
5	BN 40:BK 60	60	40		
6	BN 50:BK 50	50	50		
7	BN 60:BK 40	40	60		
8	BN 70:BK 30	30	70		
9	BN 80:BK 20	20	80		
10	BN 90:BK 10	10	90		
11	BK 100	100	-		

Keterangan :

BN : Biodiesel Nyamplung

BK : Biodiesel Kelapa Murni

Berikut ini merupakan tahapan-tahapan dalam melakukan proses pencampuran dalam sampel minyak nyamplung dengan minyak kelapa murni :

- a. Mempersiapkan alat yang akan digunakan dalam proses mencampur sampel minyak tersebut.
- b. Mengukur perbandingan volume yang sesuai dengan tabel 3.1 terhadap minyak kelapa murni dan minyak nyamplung yang akan dicampurkan menggunakan gelas beker.
- c. Gelas beker yang sudah terisi dengan campuran minyak nyamplung dengan minyak kelapa murni kemudian diletakkan pada alat pencampuran sehingga pemanas, pengaduk, dan sensor berada didalam gelas beker.
- d. Alat pencampuran tersebut lalu di sambungkan ke sumber listrik setelah itu hidupkan saklar utama dalam alat pencampuran tersebut lalu hidupkan saklar pemanas dan saklar pengaduk dengan cara diputar dan ditekan perlahan-lahan.
- e. Suhu pemanas dan kecepatan putaran dalam pencampuran diatur sesuai dengan kebutuhan dalam pencampuran.
- f. Proses pencampuran dilakukan selama 30 menit dengan suhu 80°C.
- g. Setelah selesai dalam proses tersebut dan sebelum dimatikan alat pencampuran, suhu didalam pemanas tersebut diturunkan dibawah suhu ruangan dan rasio pada kecepatan putaran pengadukan dikurangi. Setelah itu matikan saklar pemanas, pengaduk, dan saklar utama. Pindahkan gelas beker setelah digunakan dalam proses pencampuran dan tunggu sampai dingin minyak setelah proses pencampuran.
- h. Setelah proses pencampuran selesai dan minyak yang dicampur sudah dingin, kemudian masukan minyak hasil campuran tersebut kedalam wadah plastik dengan ukuran 1000 mL.
- i. Ulangi langkah-langkah tersebut dalam pembuatan sampel campuran minyak nyamplung dengan minyak kelapa murni berikutnya.

3.6. Proses Pembuatan Biodiesel

Berikut ini merupakan tabel 3.2 variasi dalam pembuatan proses biodiesel dengan temperature 60°C dan lama waktu pengadukan 60 menit.

Tabel 3.2. Variasi dalam pembuatan biodiesel

No	Sampel	Variasi Komposisi Campuran (%)		Suhu Pencampuran (°C)	Lama Pengadukan (Menit)
		Minyak Kelapa (%)	Minyak Nyamplung (%)		
1	BN 100	-	100	60	60
2	BN 10:BK 90	90	10		
3	BN 20:BK 80	80	20		
4	BN 30:BK 70	70	30		
5	BN 40:BK 60	60	40		
6	BN 50:BK 50	50	50		
7	BN 60:BK 40	40	60		
8	BN 70:BK 30	30	70		
9	BN 80:BK 20	20	80		
10	BN 90:BK 10	10	90		
11	BK 100	100	-		

Keterangan :

BN : Biodiesel Nyamplung

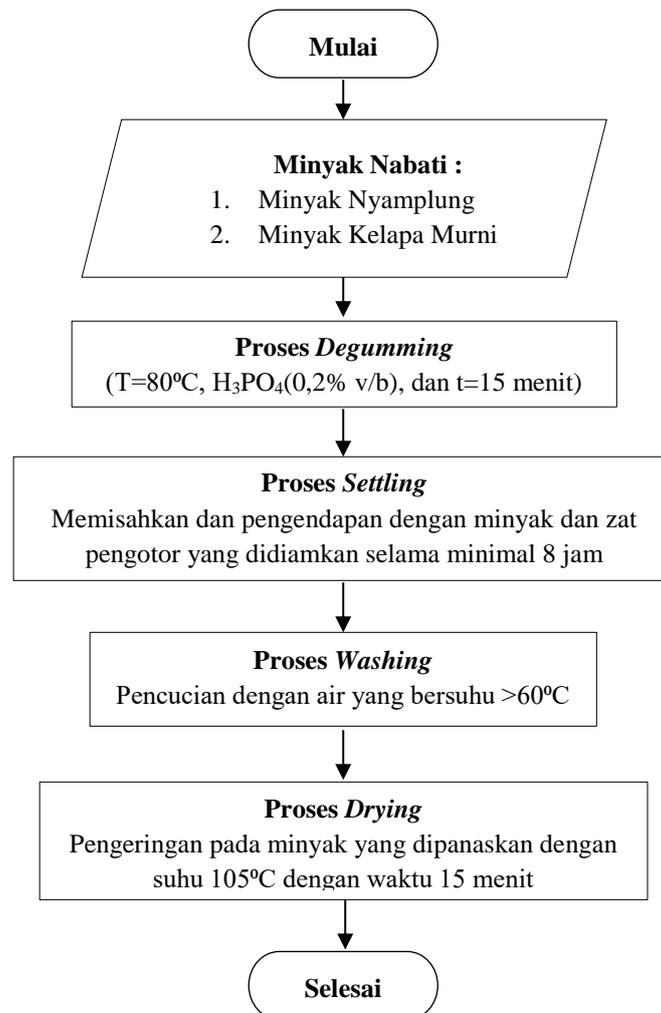
BK : Biodiesel Minyak Kelapa Murni

Berikut ini merupakan tahap-tahapan dalam proses pembuatan biodiesel yang dilakukan :

a. *Degumming*

Dalam pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak nyamplung perlu dilakukan proses pemurnian atau *degumming* terlebih dahulu, karena didalam bahan baku minyak nyamplung tersebut masih terdapat kandungan zat pengotor. Untuk melakukan proses pembersihan tersebut, membutuhkan bantuan asam fosfat. Karena didalam kandungan asam fosfat tersebut mengendapkan dan masih mengikat zat – zat seperti resin, gum, protein, dan fosfatida yang terdapat didalam kandungan minyak tersebut, sehingga dalam proses ini dapat memisahkan zat pengotor dengan minyak tersebut.

Dalam melakukan proses *degumming*, awal mula memanaskan minyak sampai suhu 80°C. Selanjutnya menambahkan asam fosfat (H₃PO₄) dengan volume 0,2% (v/b) dari berat minyak, sambil diaduk selama 15 menit. Lalu setelah itu didiamkan dengan menggunakan corong pemisah selama 12 jam dan melakukan pemisahan minyak dengan gum. Kemudian setelah minyak terpisah dengan gum, minyak dicuci dengan air bersuhu 60-70°C dengan dilakukan berulang-ulang kali sampai air cucian terlihat jernih. Hasil minyak dari cucian yang sudah terlihat jernih dipanaskan dengan suhu 105°C selama 10 menit berguna sebagai menguapkan air yang tersisa pada waktu pencucian (Hasibuan dkk, 2013).

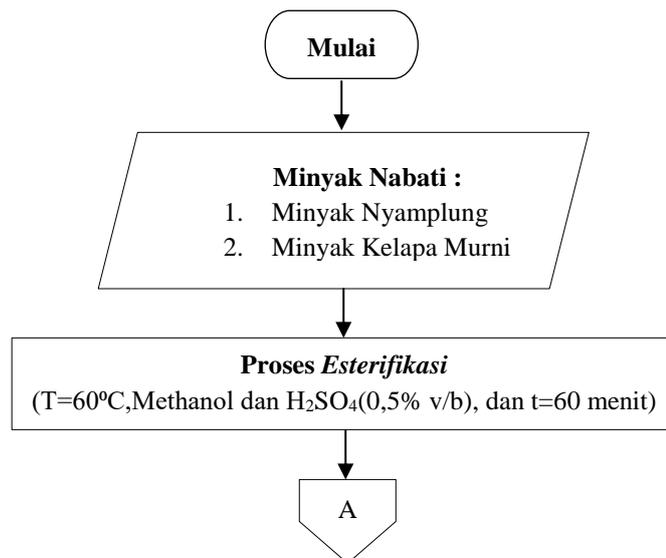


Gambar 3.16. Diagram alir dalam proses *degumming* dengan minyak nyamplung dan minyak kelapa murni

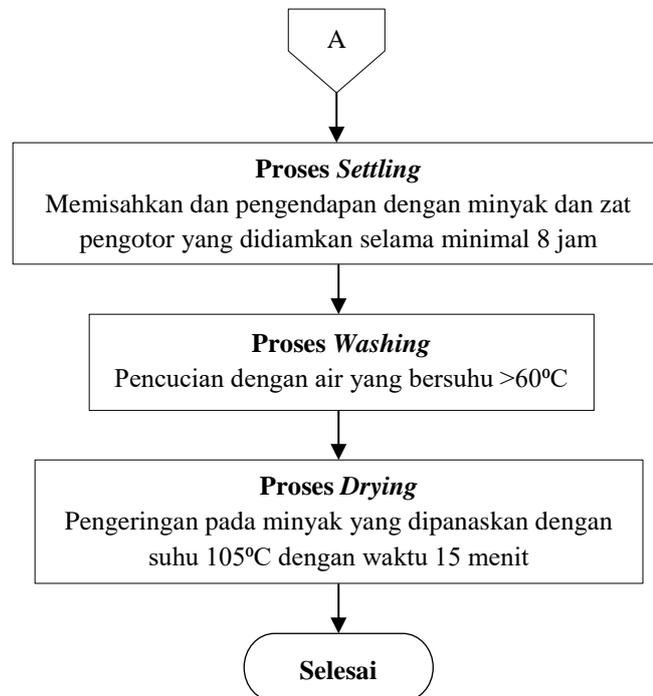
b. *Esterifikasi*

Dengan minyak yang memiliki kadar *free fatty acid* (FFA) yang tinggi (>2%) perlu melakukan proses *esterifikasi* terlebih dahulu guna mengkonversikan asam lemak bebas menjadi metil ester. Minyak kelapa murni (VCO) memiliki kandungan asam lemak bebas sebesar 0,37%, sehingga minyak kelapa murni dapat langsung dibuat menjadi biodiesel dengan proses *transesterifikasi*. Sedangkan minyak nyamplung yang memiliki kandungan asam lemak bebas sebesar 3,00%, dalam melakukan pembuatan biodiesel perlu melakukan dari proses *esterifikasi* kemudian baru menggunakan proses *transesterifikasi*.

Dalam memproses tahap *esterifikasi* dengan bahan baku minyak nyamplung awal mula dipanaskan menggunakan wadah pemanas. Reaksi *esterifikasi* dengan menggunakan sebanyak 0,5 mL asam sulfat (H_2SO_4) anhidrat, dan ditambahkan dengan cara dilarutkan metanol sebanyak 22,5% (v/b) kedalam minyak. Melakukan proses *esterifikasi* dengan suhu $60^\circ C$ dengan waktu 60 menit. Setelah melalui tahap tersebut, lalu memindahkan kedalam corong pemisah dan didiamkan. Mencampurkan dengan metanol dengan asam sulfat akan berada diatas dan kotoran dengan air berada dibawah untuk minyak atau alkil ester berada di tengah.



Gambar 3.17. Merupakan diagram alir dalam proses *esterifikasi* dengan minyak nyamplung dan minyak kelapa murni



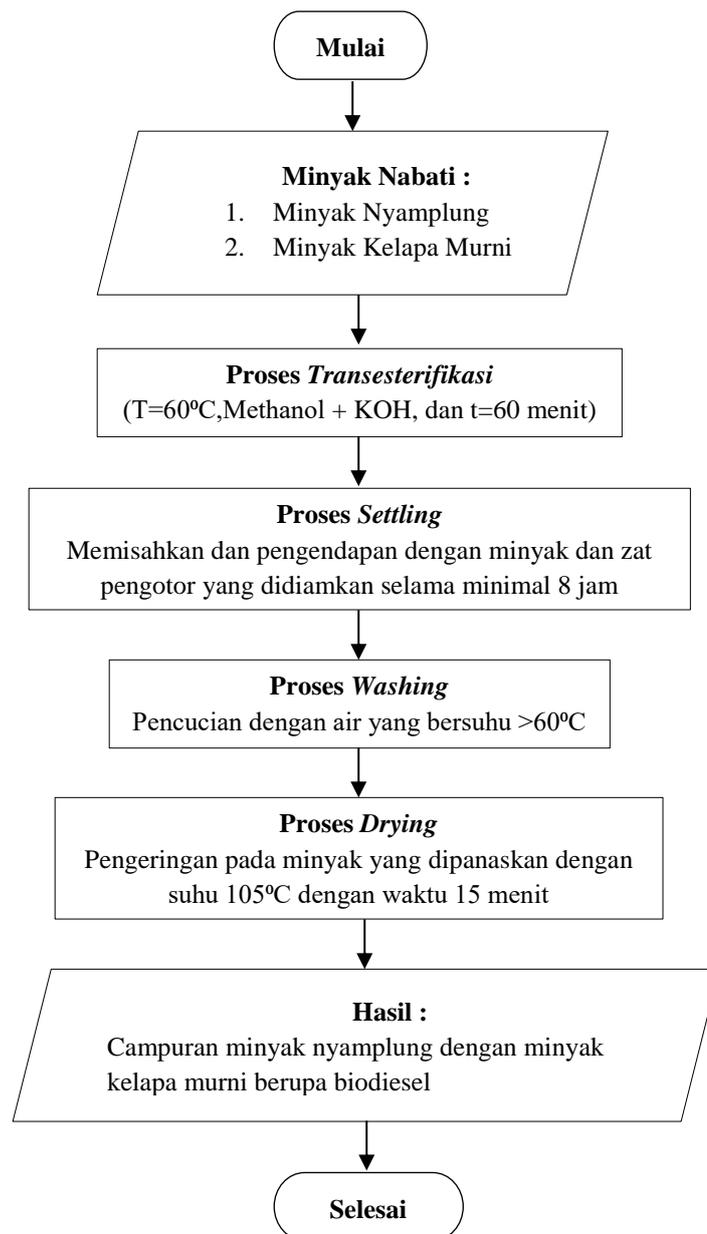
Gambar 3.17. Merupakan diagram alir dalam proses *esterifikasi* dengan minyak nyamplung dan minyak kelapa murni (lanjutan)

c. *Transesterifikasi*

Bahan baku dalam pembuatan biodiesel yaitu minyak nyamplung yang sudah melewati proses *esterifikasi* dan minyak kelapa murni yang dalam prosesnya langsung menggunakan tahap *transesterifikasi*. Proses *transesterifikasi* awal mula melarutkan metanol 15% (v/b) dan KOH 1% (v/b), lalu ditambahkan kedalam minyak yang ditempatkan di wadah pemanas dengan suhu 60°C dengan lama waktu 60 menit. Setelah melalui proses tersebut menghasilkan biodiesel dan gliserol yang terpisah. Pada bagian atas berupa biodiesel dan pada bagian bawah berupa gliserol yang merupakan zat pengotor. Dalam proses *transesterifikasi* tersebut menghasilkan biodiesel yang masih kasar, oleh karena itu perlu dilakukan pemurnian dengan menggunakan proses pencucian.

Tahap proses pencucian dalam biodiesel menggunakan metode *water washing* yaitu dengan cara air hangat dicampurkan kedalam biodiesel

menggunakan tempat corong pemisah dan dilakukan pengadukan dan pemisahan dalam proses tersebut sampai biodiesel terlihat jernih dan kotoran didalam kandungan biodiesel hilang. Setelah itu dilakukan proses pengeringan guna membuang sisa metanol dan air dalam proses sebelumnya yaitu dengan cara memanaskan biodiesel dengan suhu 105°C selama 15 menit.



Gambar 3.18. Diagram alir dalam proses *transesterifikasi* minyak nyamplung dengan minyak kelapa murni

3.7. Pengujian Karakteristik Biodiesel

Metode dalam pengujian karakteristik biodiesel tersebut, memiliki hasil 11 sampel yang berbagai variasi campurannya. Sampel tersebut kemudian dilakukan pengambilan data dengan melakukan pengujian densitas, viskositas, nilai kalor, dan *flash point*.

a. Densitas

Pengujian untuk mendapatkan nilai densitas pada setiap sampel dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut :

- a) Awal mula mempersiapkan gelas ukur 50 mL dan neraca digital.
- b) Setelah itu sampel biodiesel yang akan diambil datanya dipanaskan mencapai suhu 40°C.
- c) Kemudian menimbang gelas ukur 50 mL dengan keadaan kosong dengan neraca digital, setelah mendapatkan data ukuran kemudian dikalibrasi data ukuran tersebut.
- d) Gelas ukur 50 mL diisi dengan sampel sebanyak 50 mL.
- e) Gelas ukur yang sudah terisi dengan sampel, kemudian dilakukan penimbangan dengan menggunakan neraca digital. Setelah itu mendapatkan hasil timbangan sampel tersebut dan dicatat.
- f) Kemudian memindahkan gelas ukur tersebut dari neraca digital dan dicuci hingga bersih agar tidak ada biodiesel yang tertinggal.
- g) Mengulangi langkah-langkah diatas untuk pengujian terhadap sampel yang lain.

Perhitungan :

Dalam hitungan matematik, massa jenis memiliki persamaan sebagai berikut :

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3.1)$$

Keterangan :

ρ = massa jenis air (kg/m³)

m = massa benda (kg)

v = volume benda (m³)

b. Viskositas

Dalam pengujian viskositas ini menggunakan alat viskometer dengan tipe *cone/plate* yang memiliki prinsip pekerjaannya yaitu dengan meletakkan wadah yang sudah disediakan dengan berisi sampel biodiesel. Kemudian rotor yang terdapat pada viskometer berputar untuk mengetahui viskositas yang terdapat di wadah tersebut. Untuk kecepatan putaran pada rotor dapat diatur dengan berbagai kecepatan sesuai dengan ketentuan yang sudah dikehendaki. Dalam pengujian dan pengambilan data viskositas tersebut, memiliki langkah-langkah sebelum dan pada saat melakukan pengujian, yaitu :

- a) Mempersiapkan wadah plastik dengan kapasitas 1 L dengan diisi dengan sampel biodiesel kurang lebih 800 mL yang digunakan sebagai pengujian viskositas.
- b) Mempersiapkan alat viskometer NDJ 8s kemudian merangkai alat viskometer NDJ 8s dengan awal mula merangkai penyangganya terlebih dahulu, setelah itu memasang viskometer NDJ 8s pada penyangga. Kemudian memasang rotor yang akan digunakan, setelah itu letakkan viskometer NDJ 8s ditempat yang terhindar dari guncangan, gas atau fluida yang bersifat korosi, gangguan elektromagnetik dan memastikan bahwa alat viskometer NDJ 8s diletakkan tidak dengan posisi miring dengan cara melihat *waterpass* yang ada didalam viskometer NDJ 8s.
- c) Mempersiapkan *hot plate* untuk memanaskan sampel biodiesel sebelum dilakukan pengujian viskometer.
- d) Untuk mendapatkan hasil ukuran yang valid, *thermocouple* diposisikan sedekat mungkin dengan rotor yang sebagai sensor suhu.
- e) Setelah semua alat sudah terpasang sesuai dengan tempatnya dan siap untuk digunakan, untuk langkah selanjutnya posisikan wadah plastik yang berisi sampel biodiesel dibawah rotor dengan cara menurunkan posisi viskometer menggunakan *lifting knob* pada bagian penyangga.

- f) Menyalakan alat viskometer dengan menyambungkan kabel saklar ke sumber listrik dan menekan tombol *power* yang berada di belakang alat viskometer, kemudian menyesuaikan kecepatan putaran rotor menggunakan panel control dengan mengatur kecepatan 12 rpm dan menggunakan rotor 1.
- g) Setelah memanaskan sampel biodiesel dan suhu yang sudah sesuai, kemudian matikan *hot plate* dan pindah sampel biodiesel yang sudah dipanaskan ke alat viskometer lalu menjalankan alat viskometer tersebut dengan menekan tombol (OK).
- h) Kemudian menunggu sampai proses pengukuran selesai setelah itu dikalibrasikan.
- i) Setelah itu kemudian mengambil data dan mencatat data yang ditampilkan pada *display* berupa *output* viskometer dan *percent* viskometer.
- j) Setelah selesai kemudian matikan alat yang sudah digunakan dan membersihkannya.
- k) Mengulangi langkah tersebut dari e sampai j untuk pengujian sampel biodiesel berikutnya.

Perhitungan :

Dalam hitungan matematik, massa jenis memiliki persamaan sebagai berikut :

$$V = \frac{\mu}{\rho} \quad (3.2)$$

Keterangan :

V = Viskositas kinematic (cSt)

μ = Viskositas dinamis (mPa.s)

ρ = Densitas (kg/m³)

c. Nilai kalor

Untuk pengujian nilai kalor ini dilakukan dengan menyerahkan sampel biodiesel hasil penelitian ke Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Dalam pengujian nilai kalor tersebut

menggunakan alat *bomb calorimeter 6050*. Berikut ini merupakan tahap-tahapan dalam melakukan pengujian nilai kalor :

- a) Mempersiapkan alat pengujian nilai kalor yaitu *bomb calorimeter 6050* dan sampel biodiesel yang akan dilakukan pengujian nilai kalor.
- b) Menimbang wadah dengan neraca digital bawaan alat pengujian nilai kalor diatas, kemudian dikalibrasi menjadi nol. Memasukan sampel biodiesel kedalam wadah tersebut sampai menunjukkan angka di neraca digital 0,7xxx gram. Hasil penimbangan dan nama sampel tersebut digunakan sebagai data *input* pada *software* computer yang terhubung dengan *bomb calorimeter 6050*.
- c) Meletakkan wadah ke dalam tabung silinder *bomb calorimeter 6050*, setelah itu memasukan air sebanyak 1 L digunakan sebagai pendingin. Masukkan kembali tabung silinder ke dalam *bomb calorimeter 6050*.
- d) Memasukkan data *input* pada *software* komputer dan menjalankan pengujian nilai kalor, kemudian menunggu prosesnya selesai.
- e) Mencatat data yang tertampil pada layar computer kedalam kertas yang sudah disediakan, kemudian mengambil wadah pada tabung silinder dan membuang air yang sudah digunakan sebagai pendingin lalu digantinya dengan yang baru.
- f) Mengulangi tahap-tahapan berikut dari point a sampai e untuk sampel biodiesel berikutnya.

d. *Flash point*

Pengujian *flash point* tersebut memiliki beberapa tahap-tahapan yang harus dilakukan, yaitu :

- a) Mempersiapkan alat pengujian *flash point* dan menyambungkan dengan sumber listrik.
- b) Menempatkan sampel biodiesel sebanyak 10 mL.
- c) Menempatkan kedalam tempat yang sudah disediakan sebagai pengujian *flash point*.
- d) Memanaskan sampel biodiesel mencapai suhu 100°C.

- e) Menyalakan api sebagai pemicu dan kemudian mengamati nyala api pertama pada suhu berapa.
- f) Mencatat hasil yang didapatkan dalam pengujian tersebut.
- g) Kemudian membersihkan alat pengujian tersebut.
- h) Ulangi pada point a sampai g untuk sampel biodiesel selanjutnya dalam pengujian *flash point*.