

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Pada penelitian ini penulis meneliti tentang pengaruh komposisi terhadap sifat campuran minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung pada suhu 90°C. Proses pencampuran minyak dilakukan setelah pembuatan biodiesel dari masing - masing minyak. Campuran minyak di buat bervariasi dengan tujuan untuk mengetahui karakteristik dari campuran minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dengan parameter yang diuji meliputi: densitas, viskositas, *flash point* dan nilai kalor.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu dalam melakukan penelitian ini berlangsung selama 4 bulan, mulai dari bulan Januari sampai bulan April 2019. Adapun tempat penelitian yang digunakan dalam penelitian adalah Laboratorium Teknik Mesin, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

3.3 Bahan-Bahan Penelitian

Bahan- bahan yang dibutuhkan untuk penelitian ini, antara lain :

a. Minyak kelapa sawit

Minyak kelapa sawit diperoleh dari Villa Bogor Indah 2 Blok DD1 No.3 Ciparigi, Kota Bogor, Jawa Barat. Gambar 3.1 merupakan Minyak kelapa sawit.



Gambar 3.1 Minyak kelapa sawit

b. Minyak nyamplung

Minyak nyamplung diperoleh dari Koperasi Jarak Lestari, Kecamatan Kroya, Kabupaten Cilacap, Jawa Tengah. Gambar 3.2 merupakan minyak nyamplung.



Gambar 3.2 Minyak Nyamplung

c. Asam Fosfat (H_3PO_4)

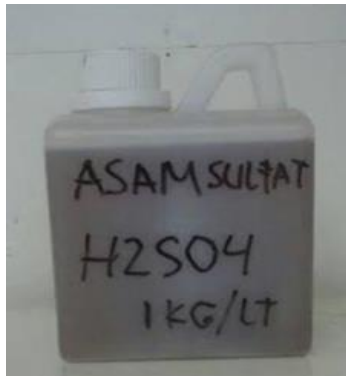
Pada penelitian ini asam fosfat (H_3PO_4) digunakan dalam proses *degumming* pembuatan biodiesel pada minyak nyamplung, berfungsi sebagai pemisah zat – zat pengotor yang ada di dalam minyak. Asam fosfat diperoleh dari Toko Bratachem yang terletak di Jl. Letjen Suprpto No.70, Ngampilan, Kota Yogyakarta, Daerah Istimewa Yogyakarta. Gambar 3.3 merupakan asam fosfat.



Gambar 3.3Asam Fosfat

d. Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat digunakan dalam proses *esterifikasi* berfungsi untuk menurunkan asam lemak bebas dalam minyak nabati. Gambar 3.4 merupakan asam sulfat.



Gambar 3.4 Asam Sulfat

e. Metanol

Pada penelitian ini metanol berfungsi sebagai pengikat lemak agar terjadi endapan, digunakan saat proses *esterifikasi* dan *transesterifikasi*. Gambar 3.5 merupakan metanol.



Gambar 3.5 Metanol

f. Kalium Hidroksida(KOH)

KOH merupakan basa kuat berbentuk padatan tidak berwarna yang digunakan dalam proses *transesterifikasi*, berfungsi untuk mempercepat reaksi. Gambar 3.6 merupakan kalium hidroksida.



Gambar 3.6 Kalium Hidroksida

g. Air

Air digunakan pada setiap proses *washing* atau pencucian untuk membersihkan kotoran maupun gliserol yang masih tersisa.

3.4 Alat-Alat Penelitian

a. Alat pembuatan biodiesel

Alat ini mampu menampung 6 - 7 liter minyak, digunakan untuk pembuatan biodiesel minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung. Gambar 3.7 merupakan alat pembuat biodiesel.



Gambar 3.7 Alat pembuatan biodiesel

b. Alat pencampur biodiesel

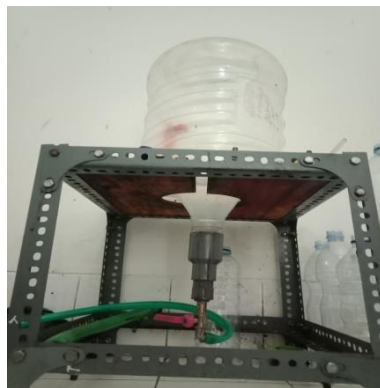
Alat pencampur biodiesel mempunyai kapasitas daya tampung 1 liter, digunakan untuk mencampur biodiesel minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dengan variasi komposisi campuran yang telah ditentukan. Gambar 3.8 merupakan alat pencampur biodiesel.



Gambar 3.8 Alat Pencampur Biodiesel

c. Wadah pencuci dan pemisah biodiesel

Ada dua macam wadah pencuci atau pemisah biodiesel yang digunakan, yang pertama mempunyai kapasitas daya tampung satu liter / 1000 mL dan yang kedua memiliki kapasitas daya tampung 19 Liter. Wadah pencuci atau pemisah ini digunakan untuk memisahkan zat-zat pengotor, gliserol dan air pada saat proses pencucian. Gambar 3.9 wadah pencuci dan pemisah biodiesel.



Gambar 3.9 Wadah pencuci dan pemisah biodiesel

d. Kompor listrik (*Hot plate*)

Kompor listrik digunakan untuk memanaskan sampel sebelum dilakukan pengujian. Gambar 3.10 merupakan kompor listrik.



Gambar 3.10 Kompor listrik

e. Neraca digital

Pada penelitian ini neraca digital digunakan untuk mengukur berat atau massa dalam pembuatan biodiesel, selain itu juga digunakan untuk mengetahui besaran kerapatan massa di dalam sampel biodiesel yang dinyatakan sebagai massa per satuan volume. Gambar 3.11 merupakan neraca digital.



Gambar 3.11 Neraca Digital

f. Alat uji viskositas(Viskometer)

Alat uji viskositas yang digunakan adalah viskometer NDJ 8S yang menerapkan rotor penggerak, berfungsi untuk mengetahui viskositas (kekentalan) didalam kandungan sampel biodiesel. Gambar 3.12 alat uji viskositas (Viskometer).



Gambar 3.12 Alat uji viskositas(viskometer)

g. Alat uji *flash point*

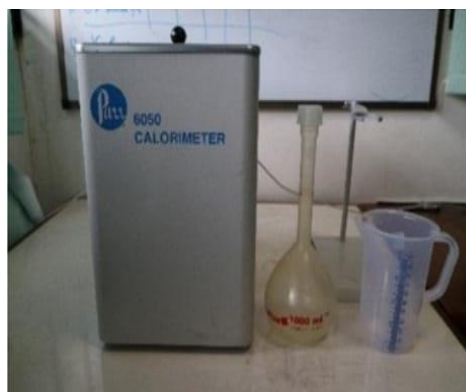
Alat uji flash point digunakan untuk mengetahui pengkabutan dan titik nyala pada sampel biodiesel. Gambar 3.13 merupakan Alat uji *flash point*.



Gambar 3.13 Alat uji *flash point*

h. Alat uji nilai kalor

Alat uji nilai kalor digunakan untuk mengetahui nilai kalor pada sampel biodiesel. Gambar 3.14 merupakan alat uji nilai kalor.



Gambar 3.14 Alat uji nilai kalor

i. Wadah plastik (Toples)

Wadah plastik digunakan untuk tempat biodiesel setelah dilakukan proses pencampuran. Kapasitas maksimal dari wadah plastik adalah 1000 mL atau satu liter. Gambar 3.15 merupakan wadah plastik (toples).



Gambar 3.15 Wadah plastik (Toples)

j. Botol plastik

Botol plastik yang digunakan biasanya 50 – 100 mL berfungsi sebagai tempat sampel biodiesel yang akan dilakukan pengujian. Gambar 3.16 merupakan botol plastik.



Gambar 3.16 Botol plastik

k. Gelas ukur

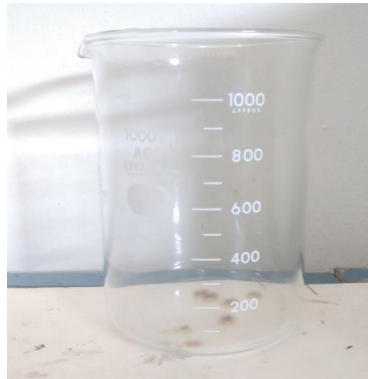
Ada dua jenis gelas ukur yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ukuran 10 mL dan ukuran 50 mL. Gelas ukur 10 mL digunakan untuk mengukur banyaknya katalis dalam proses pembuatan biodiesel maupun mengukur banyaknya sampel yang akan diujikan pada uji flash point. Gelas ukur 50 mL digunakan untuk mengukur banyaknya sampel biodiesel yang akan ditimbang dan untuk mengukur banyaknya cairan metanol yang digunakan. Gambar 3.17 merupakan gelas ukur.



Gambar 3.17 Gelas ukur

l. Gelas beker

Gelas beker dengan ukuran satu liter atau 1000 mL digunakan sebagai tempat pencampur, pengadukan dan pemanasan biodiesel. Gambar 3.18 merupakan gelas beker.



Gambar 3.18 Gelas beker

m. Termometer air raksa

Termometer air raksa digunakan untuk mengukur temperatur secara berskala saat proses pemanasan dan untuk mengukur temperatur sampel biodiesel yang akan dilakukan pengujian densitas dan viskositas. Gambar 3.19 merupakan termometer air raksa.



Gambar 3.19Termometer air raksa

n. Penyaring

Penyaring (saringan) digunakan untuk menyaring bahan baku minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dari kotoran sebelum proses pembuatan biodiesel. Gambar 3.20 merupakan penyaring.

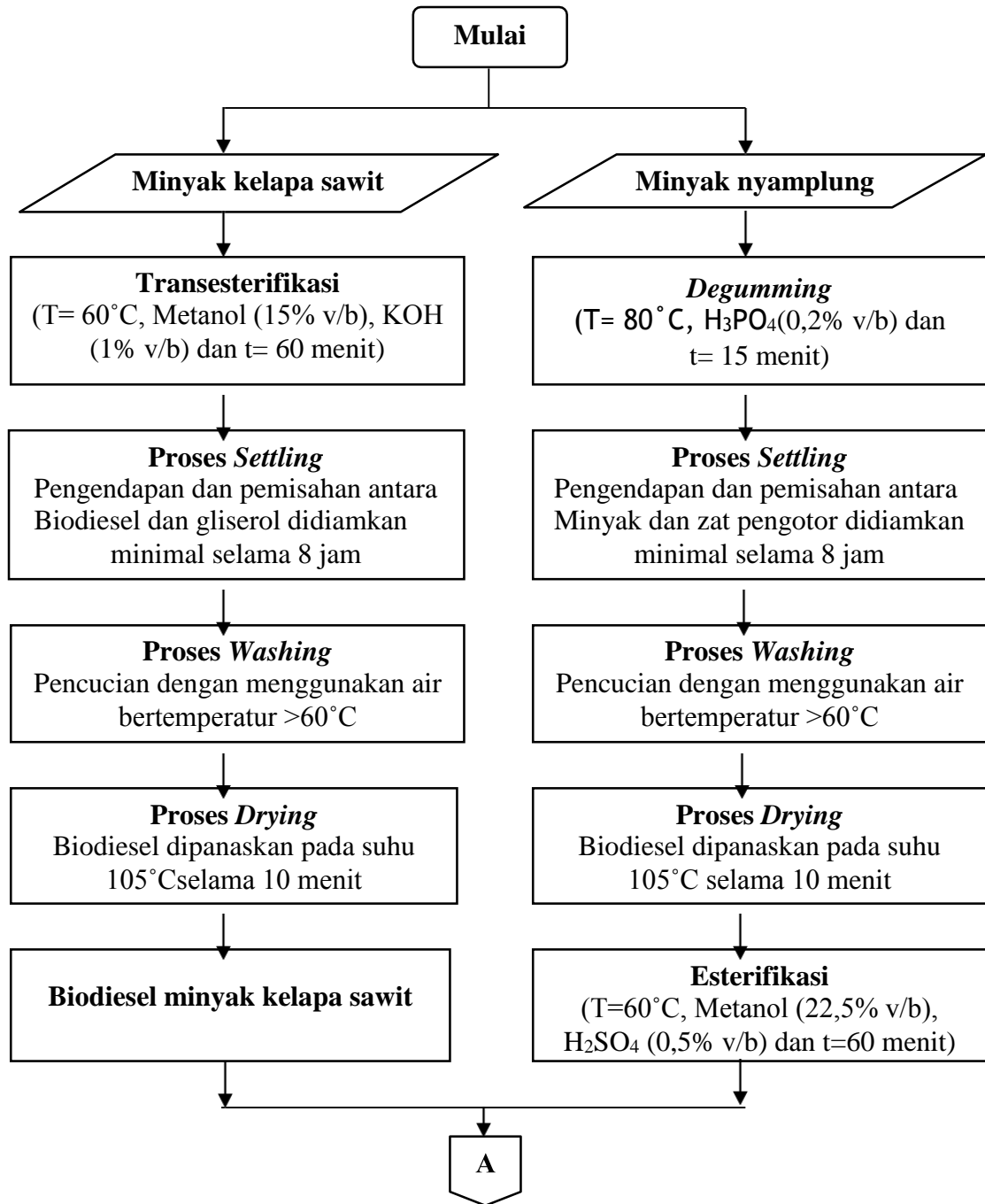


Gambar 3.20 Penyaring

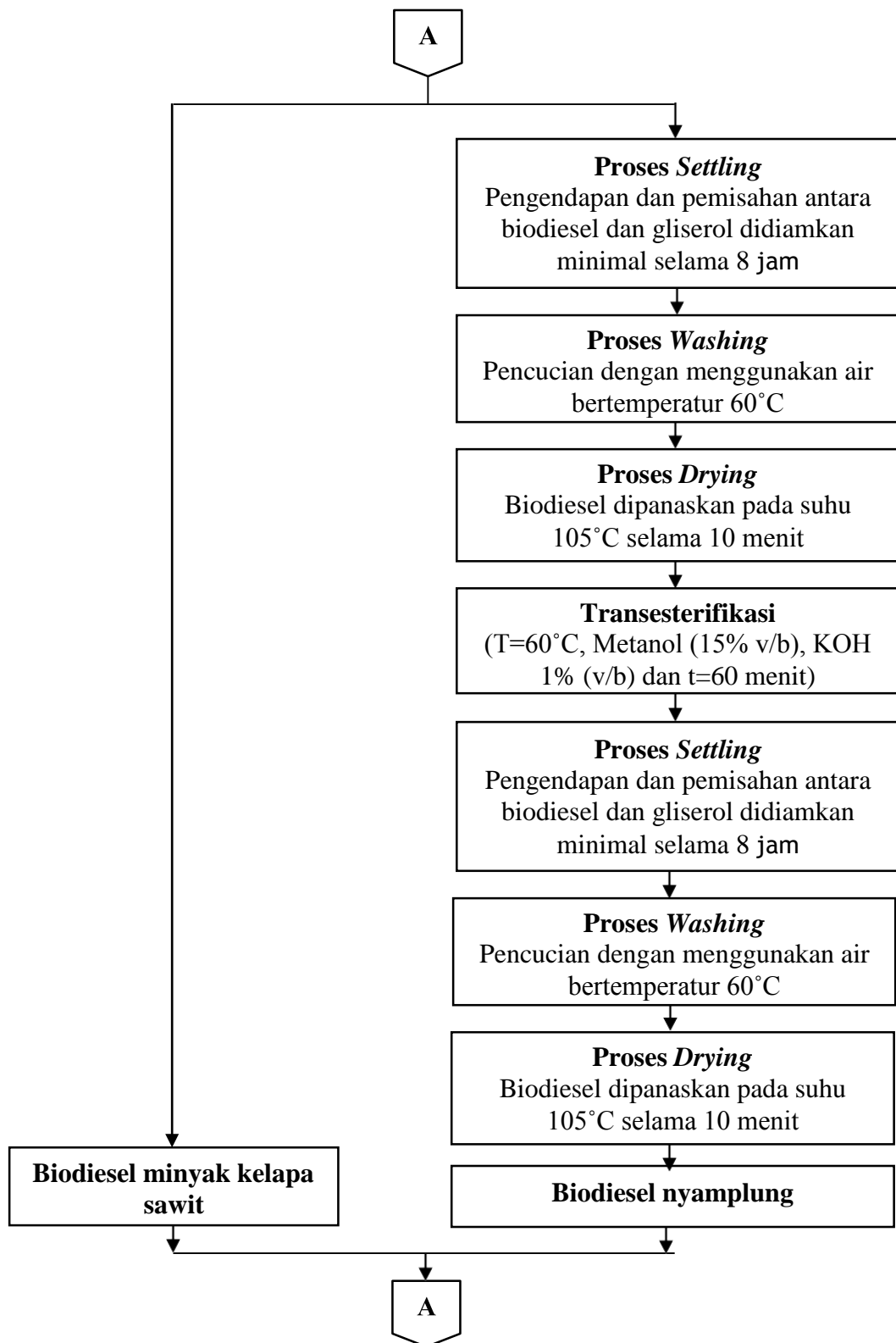
3.5 Tahapan Penelitian

Pada penelitian ini tahap awal yang dilakukan yaitu menganalisis bahan baku untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas (FFA) dan asam lemak jenuh. Analisis bahan baku minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) UGM. Selanjutnya dilakukan pemurnian minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dengan proses *degumming*, *esterifikasi* dan *transesterifikasi* untuk menghasilkan biodiesel. Tahap – tahap dalam penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.21 diagram alir penelitian sebagai berikut.

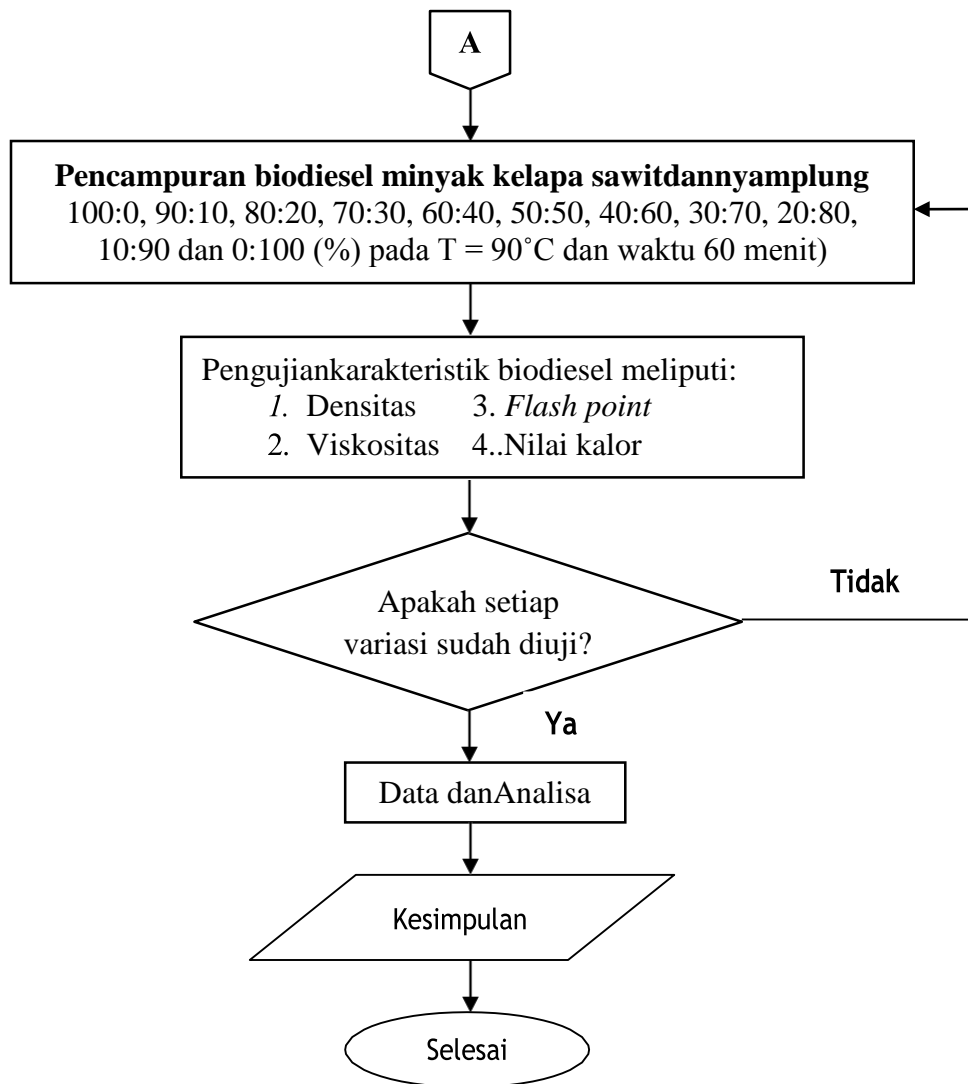
3.21 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.21 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.21 Diagram Alir Penelitian (Lanjutan)



Gambar 3.21 Diagram Alir Penelitian (Lanjutan)

a. *Degumming*

Minyak nyamplung merupakan minyak mentah yang berwarna hitam pekat terdapat beberapa kandungan seperti zat-zat pengotor, gum, resin, protein dan fosfatida. Proses *degumming* dilakukan menggunakan asam fosfat guna untuk memisahkan kandungan yang ada di dalam minyak.

Proses *degumming* dilakukan dengan memanaskan minyak pada suhu 80°C dengan menambahkan asaf fosfat sebanyak 0,2 % (v/b) dari berat minyak, dan diaduk selama 15 menit. Selanjutnya minyak diendapkan pada wadah pemisah berkapasitas 19 Liter dan didiamkan minimal selama 8 jam. Setelah itu dilakukan pemisahan minyak dengan gum. Setelah dilakukan pemisahan dengan gum, dilakukan proses *washing* (pencucian) secara berulang – ulang dengan suhu air lebih dari 60°C. Pencucian dilakukan untuk membersihkan zat – zat kotor dan gum yang tersisa. Minyak yang telah dilakukan pencucian kemudian dilakukan proses pengeringan (*drying*) dengan suhu 105°C selama 15 menit.

b. *Esterifikasi*

Pada bahan baku minyak nyamplung terdapat kandungan asam lemak bebas (FFA) tinggi yaitu 3,00%. Minyak yang memiliki asam lemak bebas (>2%) harus dilakukan proses *esterifikasi* terlebih dahulu. Proses *esterifikasi* dilakukan untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester (Budiman dkk., 2014). Pada bahan baku minyak kelapa sawit tidak perlu adanya proses *esterifikasi* karena asam lemak bebas pada minyak kelapa sawit sebesar 0,06%.

Proses *esterifikasi* dengan melarutkan asam sulfat (H₂SO₄) sebanyak 0,5% (v/b) pada metanol sebanyak 22,5% (v/b) kemudian dimasukkan pada minyak. Selanjutnya minyak dipanaskan pada suhu 60°C selama 60 menit (Budiman dkk., 2014). Setelah itu minyak diendapkan pada wadah pemisah berkapasitas 19 Liter dan didiamkan minimal selama 8 jam. Campuran metanol dengan asam sulfat akan berada diatas, kotoran dengan air berada dibawah dan untuk minyak berada di tengah. Kemudian minyak dipisahkan dengan kotoran dan metanol yang masih tersisa.

Setelah dilakukan pemisahan, dilakukan proses *washing* (pencucian) secara berulang-ulang dengan suhu air lebih dari 60°C. Minyak yang telah dilakukan pencucian kemudian dilakukan proses pengeringan (*drying*) dengan suhu 105°C selama 15 menit.

c. *Transesterifikasi*

Proses *transesterifikasi* merupakan tahap terakhir dari proses pembuatan biodiesel pada minyak nyamplung, sedangkan pada minyak kelapa sawit langsung dilakukan proses *transesterifikasi* tanpa adanya proses *degumming* dan *esterifikasi*.

Proses *transesterifikasi* dengan melarutkan KOH sebesar 1% (v/b) dengan metanol sebanyak 15% (v/b) kemudian diaduk hingga larut. Setelah campuran KOH dengan metanol sudah larut dimasukkan kedalam minyak dan dipanaskan dengan suhu 60°C selama 60 menit. Selanjutnya minyak diendapkan pada wadah pemisah berkapasitas 19 Liter dan didiamkan minimal selama 8 jam. Kemudian dilakukan pemisahan gliserol dengan minyak. Setelah dilakukan pemisahan dengan gliserol, dilakukan proses *washing* (pencucian) secara berulang – ulang sampai air benar – benar bersih dengan suhu air lebih dari 60°C. Minyak yang telah dilakukan pencucian kemudian dilakukan proses pengeringan (*drying*) dengan suhu 105°C selama 15 menit.

3.6 Proses Pembuatan Campuran Biodiesel

Setelah minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung menjadi biodiesel langkah selanjutnya yaitu melakukan pencampuran untuk meneliti pengaruh komposisi dari tiap campuran terhadap karakteristik biodiesel. Tabel 3.1 menunjukkan variasi komposisi campuran dari biodiesel kelapa sawit dan biodiesel nyamplung.

Tabel 3.1 Variasi komposisi campuran dari biodiesel kelapa sawit dan biodiesel nyamplung

No	Sampel	Variasi komposisi campuran 1000 mL		Suhu pencampuran (°C)	Lama pencampuran Biodiesel (menit)
		Biodiesel Sawit (%)	Biodiesel Nyamplung (%)		
1	BS100:BN0	100	-	90	60
2	BS90:BN10	90	10		
3	BS80:BN20	80	20		
4	BS70:BN30	70	30		
5	BS60:BN40	60	40		
6	BS50:BN50	50	50		
7	BS40:BN60	40	60		
8	BS30:BN70	30	70		
9	BS20:BN80	20	80		
10	BS10:BN90	10	90		
11	BS0:BN100	-	100		
Total (mL)		3500	3500		

Keterangan :

BS: Biodiesel Kelapa Sawit

BN: Biodiesel Nyamplung

Tahap-tahap pembuatan campuran biodiesel kelapa sawit dan biodiesel nyamplung antara lain :

- a. Menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan pada proses pencampuran biodiesel.
- b. Mengukur volume perbandingan biodiesel kelapa sawit dan biodiesel nyamplung yang akan dicampur ke dalam gelas beker.
- c. Meletakkan gelas beker yang sudah terisi campuran biodiesel kelapa sawit dan biodiesel nyamplung pada alat pencampur, kemudian atur suhu pemanas dan kecepatan pengaduk.
- d. Proses pencampuran dilakukan dengan suhu 90°C selama 60 menit.
- e. Jika sudah selesai, sebelum dimatikan suhu pemanas diturunkan dibawah suhu ruangan dan rasio kecepatan putaran pengaduk dikurangi. Setelah itu saklar dimatikan.
- f. Tunggu sampai biodiesel yang ada di dalam gelas beker mencapai suhu ruangan.
- g. Masukkan biodiesel kedalam wadah plastik ukuran 1000 mL dan botol plastik ukuran 100 mL.
- h. Ulangi langkah – langkah diatas untuk proses pembuatan campuran biodiesel berikutnya.

3.7 Pengujian Karakteristik Biodiesel

Biodiesel yang telah dicampurkan menjadi 11 variasi komposisi dengan suhu pencampuran 90°C selama 60 menit selanjutnya akan dilakukan pengambilan data dengan melakukan pengukuran, densitas, viskositas, *flash point*, dan nilai kalor.

1) Pengujian Densitas

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

- a. Mempersiapkan alat yang akan digunakan seperti *hot plate*, neraca digital, gelas ukur 50 mL, termometer dan gelas beker.

- b. Memanaskan sampel biodiesel pada gelas beker menggunakan *hot plate* sampai suhu 40°C.
- c. Menimbang gelas ukur pada kondisi kosong dengan neraca digital, setelah mendapatkan data kemudian dikalibrasikan.
- d. Gelas ukur diisi sampel biodiesel sebanyak 50 mL.
- e. Masukkan gelas ukur yang telah terisi sampel biodiesel ke dalam neraca digital, setelah mendapatkan data kemudian catat hasilnya.
- f. Mengeluarkan gelas ukur dari neraca digital kemudian dibersihkan menggunakan tisu atau lap bersih.
- h. Ulangi langkah diatas untuk pengujian sampel berikutnya.

2) Pengujian Viskositas

Prinsip kerja pada viskometer NDJ 8S adalah dengan meletakkan wadah yang sudah disediakan dengan berisi sampel biodiesel, kemudian rotor yang ada pada viskometer berputar untuk mengetahui viskositas yang ada pada wadah tersebut. Kecepatan putaran rotor viskometer dapat diatur dengan berbagai kecepatan sesuai yang dikehendaki. Pengujian viskositas pada setiap sampel dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut:

- a. Mempersiapkan alat yang akan digunakan seperti alat viskometer NDJ 8s, *hot plate*, neraca digital, gelas ukur 50 mL, termometer dan gelas beker.
- b. Mempersiapkan alat viskometer NDJ 8s dengan merangkai penyangganya terlebih dahulu, kemudian viskometer NDJ 8s dipasang pada penyangga. Setelah dipastikan posisi penyangga rotor aman (terhindar dari guncangan) kemudian memasang rotor yang akan digunakan. Selanjutnya memastikan bahwa alat viskometer NDJ 8s diletakkan tidak dengan posisi miring dengan cara melihat waterpass yang ada didalam viskometer NDJ 8s.
- c. Memanaskan sampel biodiesel sebanyak 600 mL pada *hot plate* sampai suhu 40° C.

- d. Menggunakan termometer sebagai pengukur suhu minyak secara berskala.
- e. Setelah mencapai suhu 40° C, masukkan minyak pada wadah plastik sebanyak 50 mL.
- f. Memasukan rotor kedalam wadah plastik yang berisi sampel biodiesel dengan cara menurunkan posisi viskometer menggunakan *lifting knob* pada bagian penyangga..
- g. Mengatur kecepatan putaran rotor dengan menggunakan panel control.
- i. Kecepatan rotor diatur 6, 12, 30 dan 60 rpm secara bergantian dengan menggunakan rotor 1.
- j. Menunggu sampai proses pengukuran selesai, kemudian mencatat hasil pembacaan viskometer yang ditampilkan pada display berupa output viskometer, percent pembacaan viskometer.
- k. Setelah selesai kemudian matikan alat yang sudah digunakan dan bersihkan viskometer dari kotoran dan minyak yang tersisa.
- l. Mengulangi langkah tersebut dari c sampai j untuk pengujian sampel biodiesel berikutnya.

3) Pengujian *Flash Point*

Pengujian *flash point* pada setiap sampel dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut :

- a. Mempersiapkan alat yang akan digunakan seperti alat uji *flash point* dan gelas ukur 10 mL.
- b. Menyambungkan alat uji *flash point* dengan sumber listrik.
- c. Mengisi gelas ukur dengan sampel biodiesel sebanyak 10 mL.
- d. Menuang sampel pada cawan untuk proses pemanasan.
- e. Atur suhu lebih dari 100°C dengan menaikkan suhunya secara perlahan.
- f. Menyalakan api sebagai pemicu titik nyala dan diletakkan dengan cawan yang berisi sampel.
- g. Amati sampai muncul kabut, titik nyala dan nyala api pertama pada suhu berapa.

- h. Catat hasil yang didapatkan dalam pengujian tersebut.
- i. Membersihkan alat uji *flash point* dari kotoran dan sisa minyak.
- j. Ulangi point a sampai i untuk sampel biodiesel berikutnya pada pengujian flash point.

4) Pengujian Nilai Kalor

Untuk pengujian nilai kalor dilakukan di Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta dengan menyerahkan 11 variasi komposisi sampel biodiesel. Pengujian nilai kalor tersebut menggunakan alat *bomb calorimeter* 6050. Berikut ini merupakan langkah-langkah dalam melakukan pengujian nilai kalor:

- a. Mempersiapkan alat yang akan digunakan seperti alat *bomb calorimeter* 6050, neraca digital, pipet, cawan, labu ukur dan sampel biodiesel yang akan diuji.
- b. Menimbang cawan kosong dengan neraca digital kemudian dikalibrasi menjadi nol. Setelah itu memasukkan sampel kedalam cawan menggunakan pipet sampai menunjukkan angka 0,7xxx gram. Hasil dari timbangan tersebut digunakan sebagai data input pada *software computer* yang terhubung dengan *bomb calorimeter* 6050.
- c. Meletakkan cawan ke dalam tabung silinder *bomb calorimeter* 6050, setelah itu memasukan air sebanyak 1 Liter yang telah dikur menggunakan labu ukur yang berfungsi sebagai pendingin. Memasukkan kembali tabung silinder ke dalam *bomb calorimeter* 6050.
- d. Memasukan data input pada software computer dan tunggu sekitar 7-8 menit sampai proses selesai.
- e. Mencatat hasil nilai kalor yang ditampilkan pada layar komputer. Setelah itu mengambil cawan pada tabung silinder kemudian membuang air pendingin yang telah digunakan dan mengganti dengan air yang baru.
- f. Mengulangi tahapan pengujian dari b sampai e untuk pengujian sampel berikutnya.

- g. Setelah selesai rapikan dan bersihkan peralatan maupun ruangan yang digunakan.

