

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Bahan dan Alat Penelitian**

##### **3.1.1 Bahan Penelitian**

Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian kali ini diantaranya :

1. Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari CV. M&H Farm, Villa Bogor Indah Blok DD1 No.3 Ciparigi, Bogor, 16157. Minyak kelapa sawit dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Minyak Kelapa Sawit

2. Minyak Nyamplung

Minyak nyamplung diperoleh dari Desa Karangmangu, RT.2/5, Kec. Kroya, Kab. Cilacap. Minyak nyamplung dapat dilihat pada gambar 3.2.



Gambar 3.2 Minyak Nyamplung

### 3. Metanol

Metanol diperoleh dari toko bahan kimia. Metanol sebagai pereaksi untuk mengikat lemak yang terdapat pada minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung sehingga terjadi endapan (*gliserol*). Metanol ditunjukkan pada gambar 3.3.



Gambar 3.3 Metanol

### 4. Katalis

Pada penelitian ini ada dua jenis katalis, diantaranya :

#### a. Katalis Asam Homogen

Katalis asam yang digunakan yaitu asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ). Asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) ditunjukkan pada gambar 3.4 dan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) ditunjukkan pada gambar 3.5.



Gambar 3.4 Asam Sulfat ( $H_2SO_4$ )



Gambar 3.5 Asam Fosfat ( $H_3PO_4$ )

b. Katalis Basa

Katalis basa yang digunakan yaitu KOH (Kalium Hidroksida). Katalis ini berfungsi untuk mempercepat laju reaksi proses transesterifikasi. KOH ditunjukkan pada gambar 3.6.



Gambar 3.6 Kalium Hidroksida (KOH)

### 3.1.2 Alat Penelitian

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya :

a. Wadah plastik

Digunakan untuk tempat menyimpan hasil biodiesel dan sampel minyak dengan kapasitas 1000 dan 100 (ml). Wadah plastik dapat dilihat pada gambar 3.7.



Gambar 3.7 Wadah Plastik Kapasitas 1000 dan 100 (ml)

a. Neraca Digital Analitik

Neraca digital analitik digunakan untuk mengukur berat atau massa bahan biodiesel. Neraca digital analitik dapat dilihat pada gambar 3.8.



Gambar 3.8 Neraca Digital Analitik

b. *Hot plate*

*Hot plate* digunakan untuk memanaskan sampel pada pengujian densitas maupun viskositas. Gambar 3.9 menunjukkan gambar dari *hot plate* dan tabel 3.1 menunjukkan spesifikasi *hot plate*.



Gambar 3.9 *Hot Plate*

Tabel 3.1 Spesifikasi *Hot Plate*

Merk	IKA C-MAG HS7 IKAMAG, 3581200
Temperatur	50-500°C
<i>Output</i>	1000 Watt

c. Gelas Beker

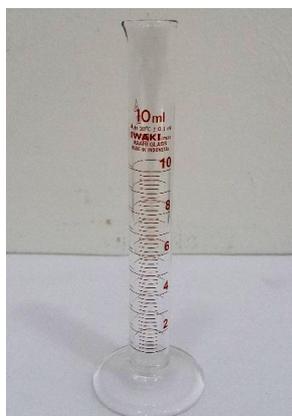
Gelas beker dengan kapasitas 1 liter (1000 ml) yang digunakan sebagai tempat pencampuran, pengadukan, dan pemanasan campuran minyak. Gelas beker ditunjukkan pada gambar 3.10.



Gambar 3.10 Gelas Beker

d. Gelas ukur

Gelas ukur dengan kapasitas 10 ml dan 50 ml yang digunakan untuk mengukur volume minyak dan metanol yang digunakan. Gelas ukur ditunjukkan pada gambar 3.11 dan 3.12.



Gambar 3.11 Gelas Ukur 10 ml



Gambar 3.12 Gelas Ukur 50ml

e. Alat Pemanas Air

Alat pemanas air ini digunakan untuk memanaskan air, dimana airnya digunakan untuk mencuci biodiesel campuran minyak sawit dan minyak nyamplung. Alat pemanas air dapat dilihat pada gambar 3.13.



Gambar 3.13 Alat Pemanas Air

f. Alat Pembuat Biodiesel

Alat ini digunakan untuk mencampur (minyak nabati + metanol + katalis) pada proses esterifikasi maupun transesterifikasi. Alat pembuat biodiesel ditunjukkan pada gambar 3.14.



Gambar 3.14 Alat Pembuat Biodiesel Campuran

g. *Thermometer*

*Thermometer* digunakan untuk mengukur suhu sampel. *Thermometer* dapat dilihat pada gambar 3.15.



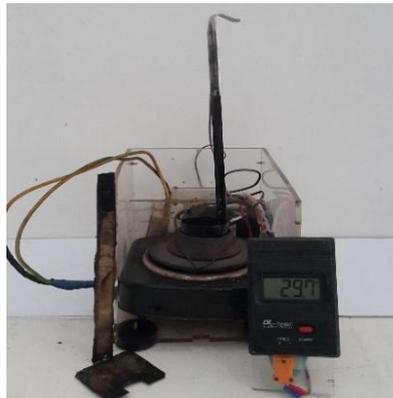
Gambar 3.15 *Thermometer*

h. Alat Uji Densitas

Alat uji densitas digunakan untuk mengetahui besaran kerapatan massa biodiesel yang dinyatakan dalam berat benda per satuan volume benda tersebut. Alat uji densitas menggunakan neraca digital analitik.

i. Alat Uji Titik Nyala (*Flash Point*)

Alat ini digunakan untuk mengetahui titik nyala biodiesel yang sudah dibuat. Alat uji titik nyala ditunjukkan pada gambar 3.16.



Gambar 3.16 Alat Uji *Flash Point*

j. Alat Uji Viskositas

Digital Rotary Viscometer berfungsi untuk digunakan untuk mengukur kekentalan biodiesel campuran. Digital Rotary Viscometer ditunjukkan pada gambar 3.17 dan spesifikasinya ditunjukkan pada tabel 3.2.



Gambar 3.17 *Viscometer*

Tabel 3.2 Spesifikasi *Viscometer*

Merk	<i>Viskometer NDJ 8-S</i>
Rentang Pengukuran	1-2.000.000 mPa
Kecepatan Rotor	0.3, 0.6, 1.5, 3, 6, 12, 30, 60, (rpm)
<i>Power Supply</i>	220 V 50 Hz

k. Alat Uji Nilai Kalor

Alat ini digunakan untuk mengetahui besar kecilnya nilai kalor pada biodiesel campuran. *Bomb Calorimeter* dapat dilihat pada gambar 3.18.



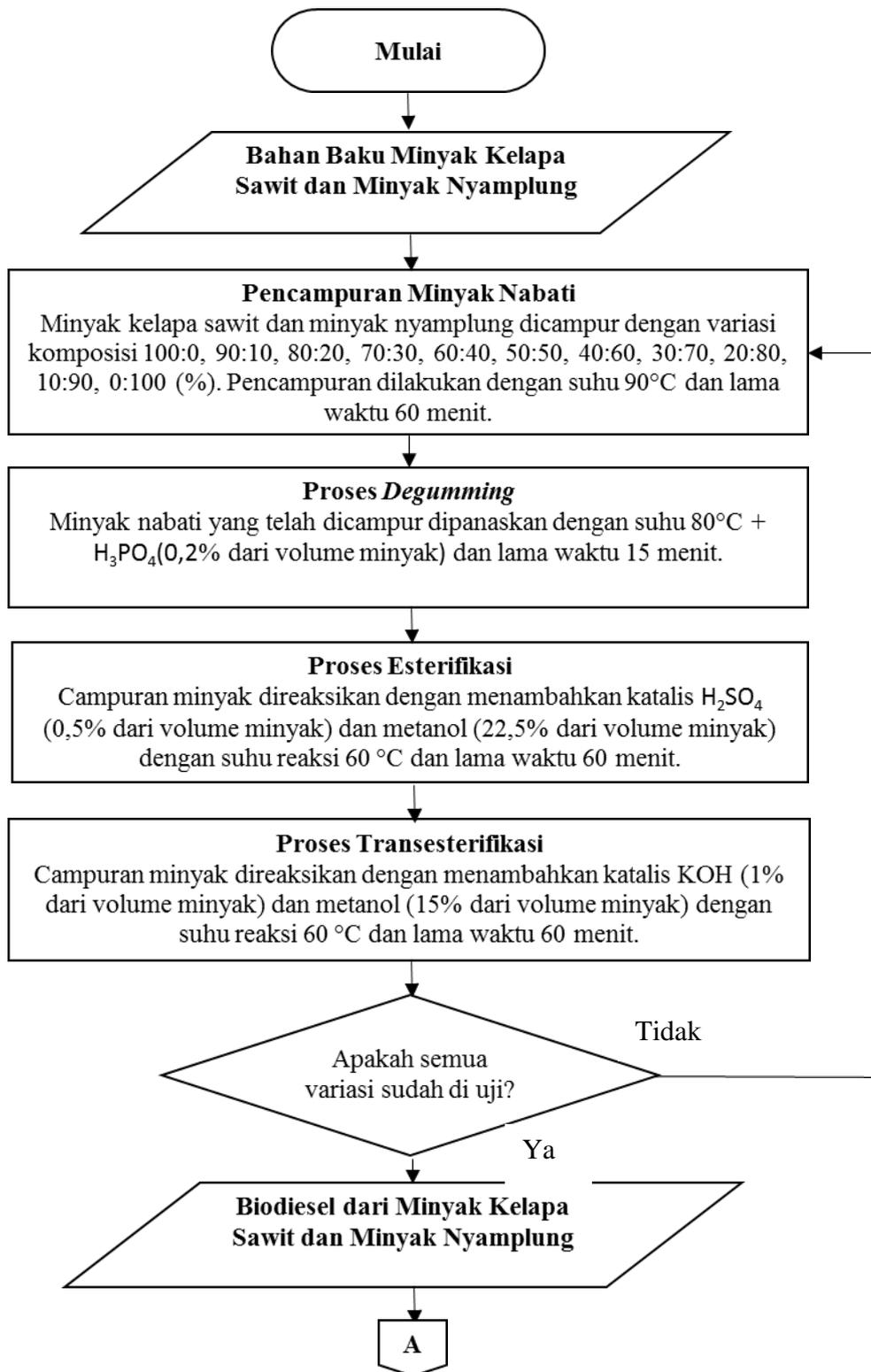
Gambar 3.18 *Bom Calorimeter*

### *3.2 Tempat Penelitian*

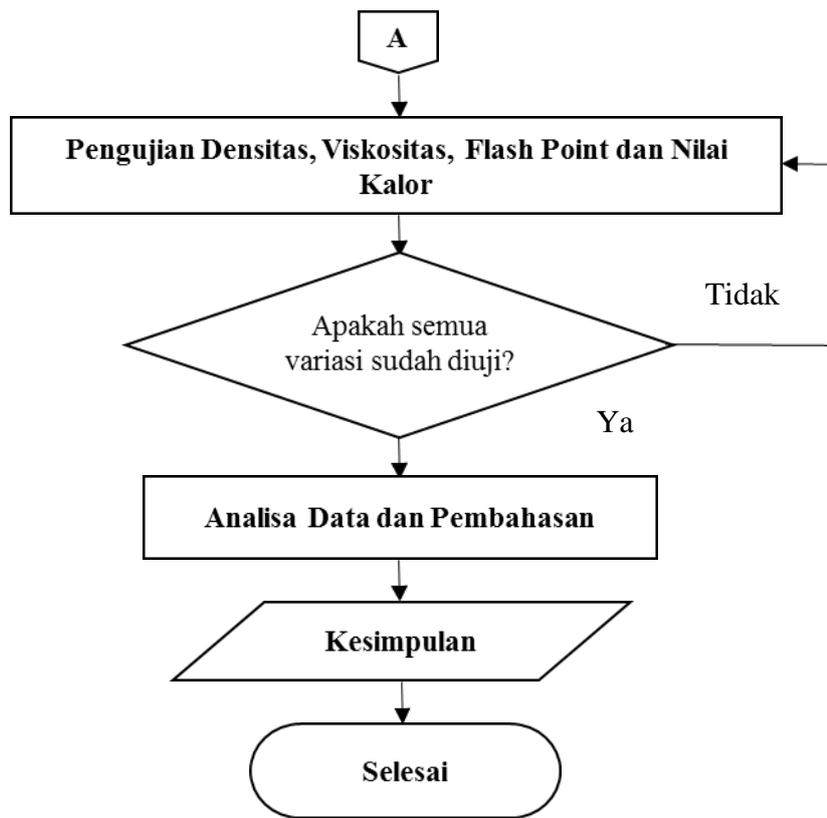
Tempat yang digunakan pada penelitian ini adalah Laboratorium Energi Terbarukan Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

### *3.3 Tahapan Penelitian*

Tahapan dimulai dengan mencampur minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung dengan variasi yang ditentukan. Setelah proses pencampuran dilakukan proses *degumming*, esterifikasi dan transesterifikasi. Diagram alir penelitian dapat dilihat pada gambar 3.19



Gambar 3.19 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.19 Diagram Alir Penelitian (Lanjutan)

### 3.4 Proses Pembuatan Biodiesel

#### 3.4.1 Proses Pencampuran Minyak Kelapa Sawit dan Minyak Nyamplung

Minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung sebelumnya masing-masing telah disaring dan diaduk agar masing-masing minyak tercampur dan kotoran-kotoran yang ada di dalam minyak bersih. Minyak kelapa sawit dan nyamplung dicampur dengan variasi yang telah ditentukan. Komposisi variasi campuran dapat dilihat pada tabel 3.3

Tabel 3.3 Komposisi Variasi Pencampuran

No	Nama Sampel	Variasi Komposisi Campuran (%)		Suhu Pencampuran (°C)	Lama Pencampuran (Menit)
		Minyak Sawit	Minyak Nyamplung		
1	MS100MN0	100	-	90	60
2	MS90MN10	90	10		
3	MS80MN20	80	20		
4	MS70MN30	70	30		
5	MS60MN40	60	40		
6	MS50MN50	50	50		
7	MS40MN60	40	60		
8	MS30MN70	30	70		
9	MS20MN80	20	80		
10	MS10MN90	10	90		
11	MS0MN100	-	100		

Keterangan :

MS : Minyak Sawit

MN : Minyak Nyamplung

MS90MN10 : Minyak Sawit 90% Minyak Nyamplung 10%

MS80MN20 : Minyak Sawit 80% Minyak Nyamplung 20%

MS70MN30 : Minyak Sawit 70% Minyak Nyamplung 30%

MS60MN40 : Minyak Sawit 60% Minyak Nyamplung 40%

MS50MN50 : Minyak Sawit 50% Minyak Nyamplung 50%

MS40MN60 : Minyak Sawit 40% Minyak Nyamplung 60%

MS30MN70 : Minyak Sawit 30% Minyak Nyamplung 70%

MS20MN80 : Minyak Sawit 20% Minyak Nyamplung 80%

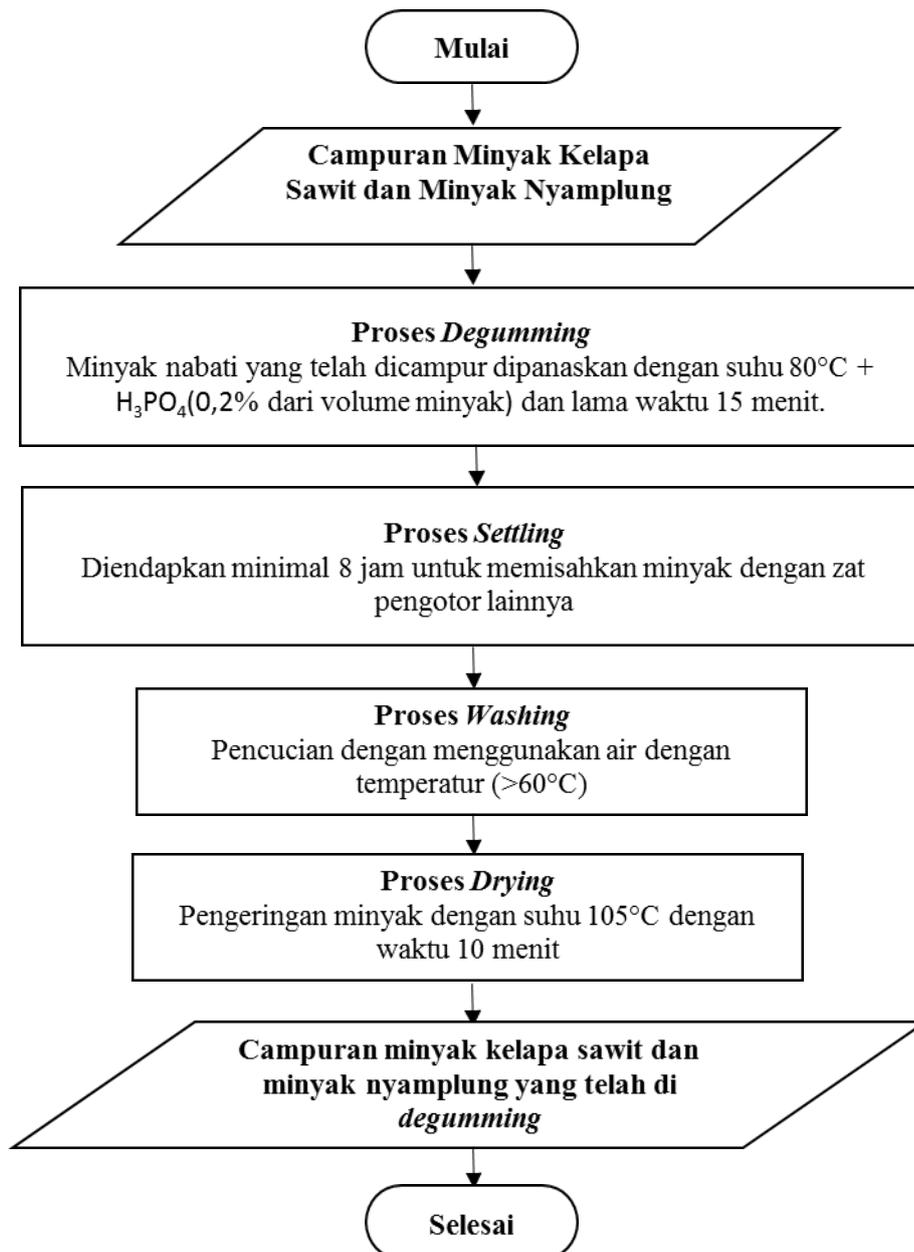
MS10MN90 : Minyak Sawit 10% Minyak Nyamplung 90%

Adapun tahapan proses pencampurannya adalah sebagai berikut :

- a. mempersiapkan alat dan bahan yang digunakan.
- b. mengukur perbandingan volume minyak dengan variasi komposisi sesuai dengan tabel 3.3.
- c. wadah yang telah terisi campuran minyak kelapa sawit dan minyak nyamplung diletakkan pada alat pencampur.
- d. Menyambungkan alat pencampur ke sumber listrik dan menghidupkan saklar pemanas dan pengaduk.
- e. Suhu pemanas dan kecepatan pemutar diatur sesuai dengan kebutuhan.
- f. Suhu pemanasan diatur dengan temperatur 80°C dan mengaduknya selama 60 menit.
- g. Setelah 60 menit proses pengadukan dan pemanasan campuran minyak, suhu pemanasan diturunkan ke suhu 0°C dan kecepatan putarnya diturunkan hingga 0 rpm. Dan matikan saklar pemanas maupun pengaduk.
- h. Pindahkan wadah yang berisi campuran minyak dari alat pengaduk dan diamkan sampai dingin.
- i. Ulangi tahapan tersebut untuk sampel minyak selanjutnya.

### **3.4.2 Proses *Degumming***

Proses degumming dilakukan untuk membersihkan minyak nyamplung dari zat pengotor. Untuk proses degumming dilakukan dengan menambahkan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) kedalam campuran minyak. Awal mula prosesnya yaitu dengan mengaduk dan memanaskan minyak hingga suhu 80°C. Selanjutnya menambahkan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) sebanyak (0,2% dari berat minyak) dengan lama waktu pengadukan 15 menit. Setelah proses selesai, mendinginkan minyak pada corong pemisah pada suhu ruangan selama 8 jam untuk memisahkan minyak dengan zat pengotor. Kemudian minyak setelah didapkan dicuci dengan menggunakan air yang memiliki suhu sekitar 60-70 (°C) hingga minyak terlihat bersih. Selanjutnya minyak dikeringkan agar tidak ada kandungan air didalamnya. Pengeringan minyak dilakukan dengan suhu 105°C dan dalam waktu 10 menit. Adapun diagram alir proses degumming dapat dilihat pada gambar 3.20.

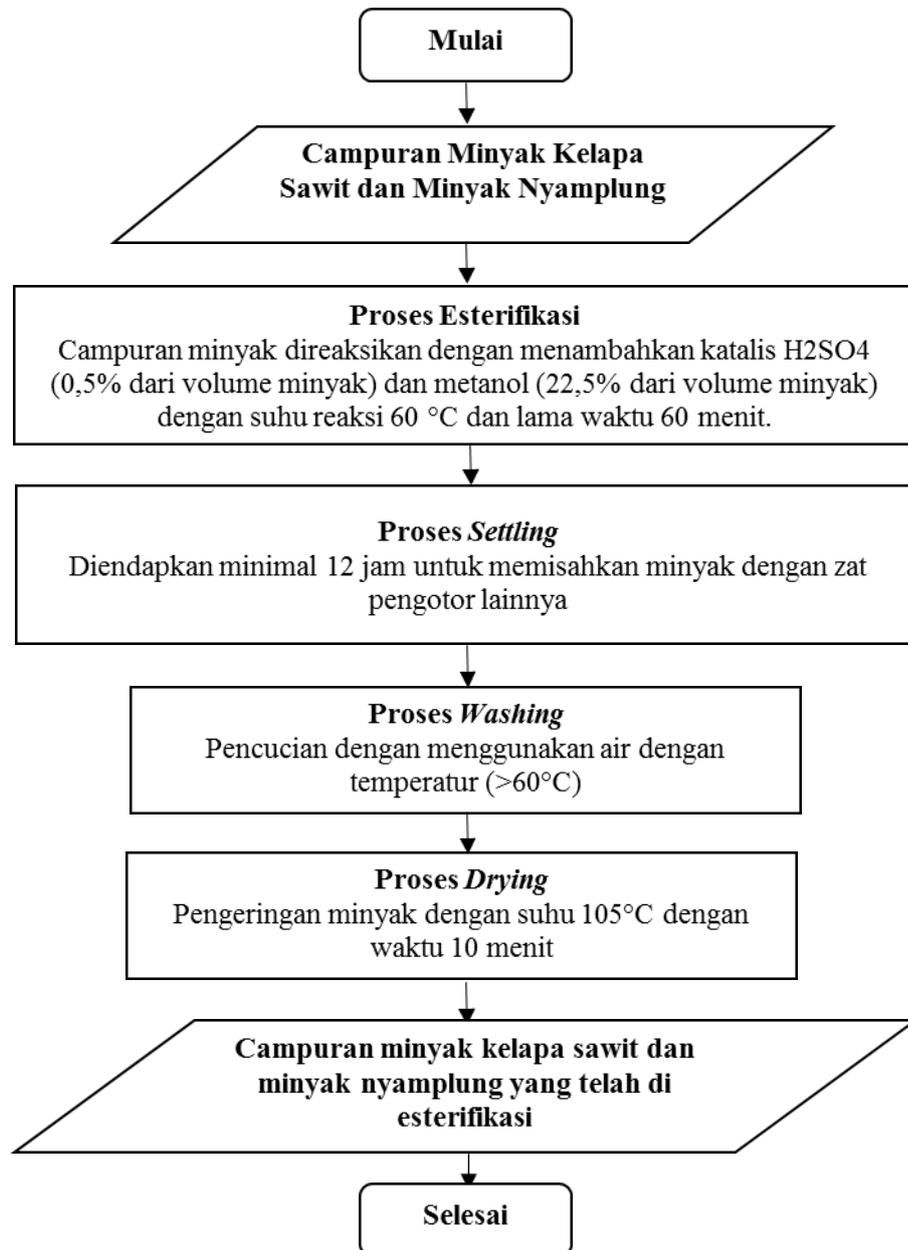


Gambar 3.20 Diagram Alir Proses *Degumming*

### 3.4.3 Proses Esterifikasi

Dalam pembuatan biodiesel asam lemak yang diijinkan yaitu (<1%) (Devita, 2015). Esterifikasi dilakukan dengan mencampur minyak dengan menambahkan katalis ( $H_2SO_4$ ) sebanyak (0,5% dari volume minyak) dan menambahkan metanol sebanyak (22,5% dari volume minyak). Katalis dan metanol sebelumnya dicampur dulu sebelum dimasukkan kedalam minyak.

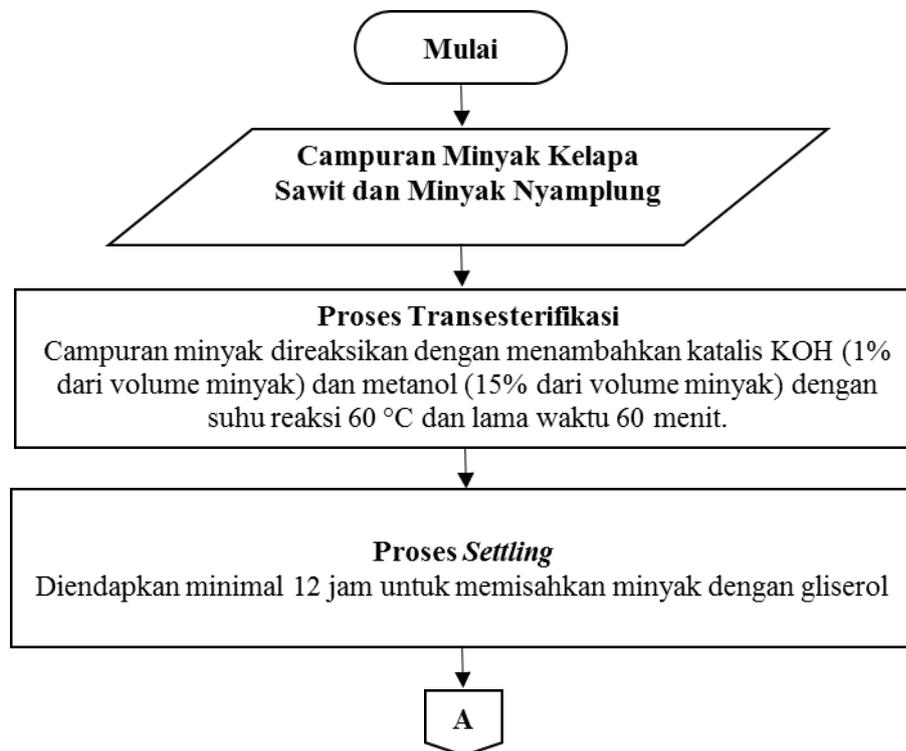
Kemudian campuran ( $H_2SO_4$ , metanol dan minyak) diaduk dan dipanaskan menggunakan alat pembuat biodiesel dengan suhu  $60^\circ C$  dalam waktu 60 menit. Adapun diagram alir proses esterifikasi dapat dilihat pada gambar 3.21.



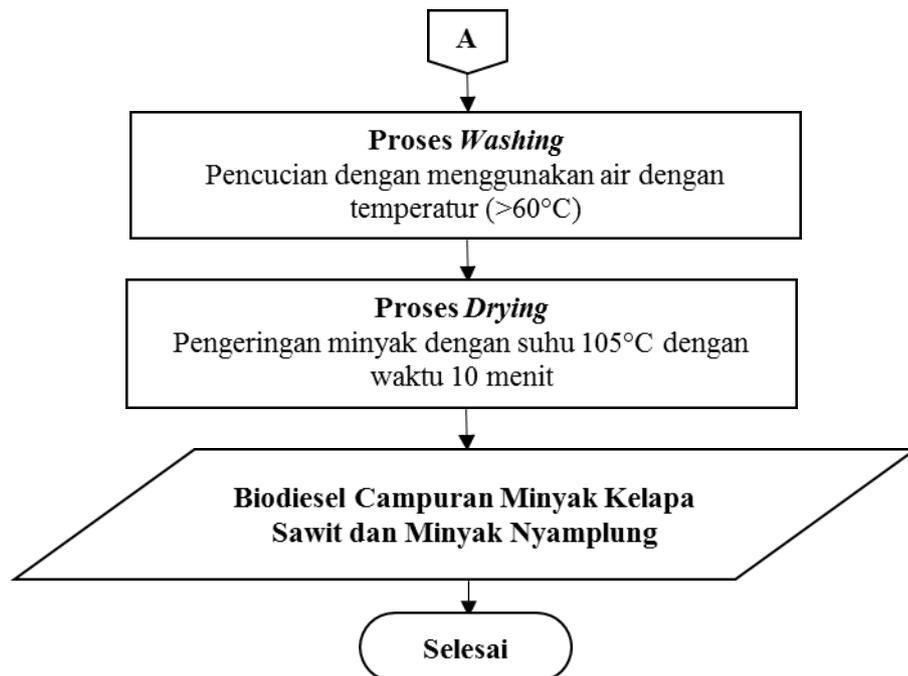
Gambar 3.21 Diagram Alir Proses Esterifikasi

### 3.4.4 Proses Transesterifikasi

Campuran minyak yang telah melalui proses esterifikasi selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi merupakan proses pembuatan biodiesel dengan melarutkan metanol sebanyak (15% dari volume minyak) dengan menambahkan katalis KOH sebanyak (1% dari volume minyak). Larutan KOH dan metanol diaduk terlebih dahulu hingga larut dan dimasukkan kedalam minyak campuran. Minyak campuran yang telah ditambahkan larutan metanol dan KOH diaduk dan panaskan dengan suhu 60°C dalam waktu 60 menit. Tahapan transesterifikasi dapat memisahkan antara biodiesel dengan gliserol. Setelah proses transesterifikasi kemudian biodiesel didiamkan dan diendapkan selama 12 jam agar terpisah minyak dan gliserolnya. Biodiesel hasil transesterifikasi dilakukan pencucian menggunakan air yang bersuhu 60-70°C hingga bersih dan dikeringkan dengan suhu 105°C selama 10 menit. Adapun diagram alir tahapan proses transesterifikasi dapat dilihat pada gambar 3.22.



Gambar 3.22 Diagram Alir Proses Transesterifikasi



Gambar 3.22 Diagram Alir Proses Transesterifikasi (Lanjutan)

### 3.5 Pengujian Karakteristik Biodiesel

Metode pengujian karakteristik biodiesel dilakukan dengan menguji 11 sampel campuran biodiesel dengan berbagai variasi campurannya. Sampel tersebut diukur nilai densitas, viskositas, *flash point* dan nilai kalornya.

#### 3.5.1 Pengujian Densitas Biodiesel Campuran

##### 3.5.1.1 Alat dan Bahan Pengujian Densitas

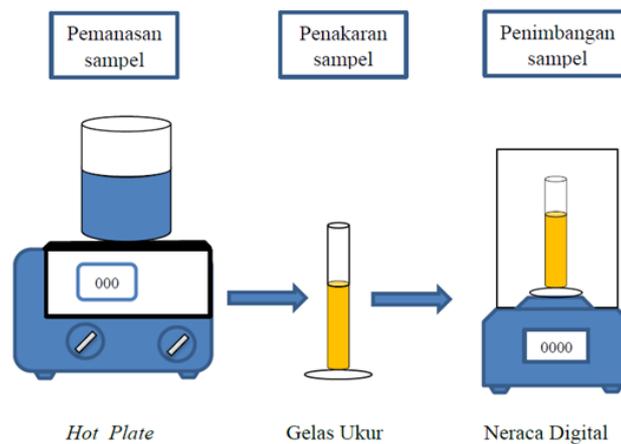
Pengujian densitas pada setiap sampel terdapat beberapa alat yang perlu dipersiapkan sebelum pengujian yaitu :

- a. Sampel biodiesel,
- b. *Hot plate* (Kompor listrik),
- c. Gelas beker 1000 ml,
- d. Gelas ukur 50 ml,
- e. *Magnetic stirrer*,
- f. Neraca digital, dan

g. *Thermometer* raksa.

### 3.5.1.2 Prosedur Pengujian Densitas

Dalam pengujian densitas biodiesel ada beberapa tahapan yang dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian. Pada gambar 3.23 merupakan tahapan proses pengujian densitas sampel biodiesel.



Gambar 3.23 Skema Pengujian Densitas Biodiesel Campuran

Adapun tahapan pengujian yang dilakukan meliputi :

- Mempersiapkan alat *hot plate*, gelas beker, neraca digital, gelas ukur 50 ml dan sampel biodiesel,
- Menimbang gelas ukur 50 ml dalam kondisi kosong dengan neraca digital dan dikalibrasikan,
- Mengisi sampel biodiesel ke dalam gelas beker dan memanaskannya hingga suhu 40 C dengan menggunakan *hot plate*,
- Menuangkan sampel biodiesel yang bersuhu 40 C kedalam gelas ukur dengan volume 50 ml,
- Meletakkan gelas ukur yang berisi sampel kedalam neraca digital,
- Mencatat massa yang ditunjukkan oleh neraca digital dalam satuan gram dan
- Membersihkan dan merapihkan alat setelah dilakukannya pengujian.

Perhitungan:

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

Keterangan :

$\rho$  = massa jenis (kg/m<sup>3</sup>),

m = massa (kg), dan

v = *volume* (m<sup>3</sup>).

### 3.5.2 Pengujian Viskositas Biodiesel Campuran

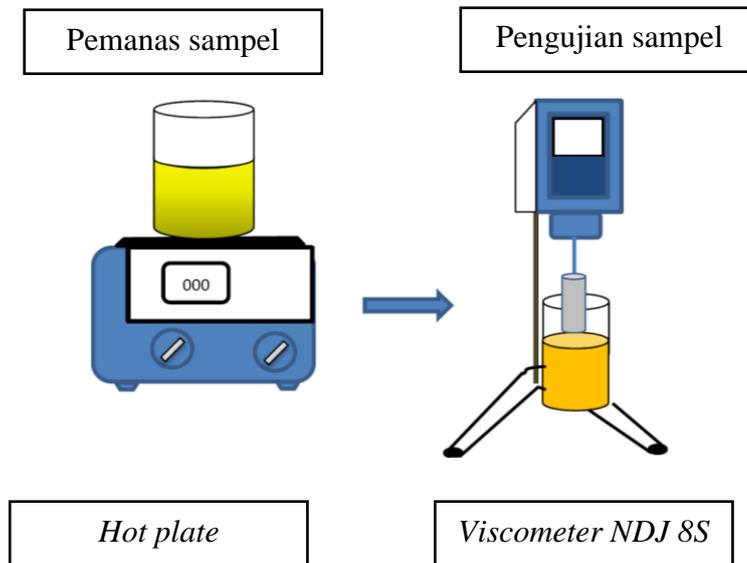
#### 3.5.2.1 Alat dan Bahan Pengujian Viskositas

Alat dan bahan yang digunakan untuk pengujian viskositas diantaranya yaitu :

- a. Sampel campuran biodiesel,
- b. *Viscometer NDJ 8S*,
- c. *Hot plate* (kompor listrik),
- d. Gelas beker 1000 ml,
- e. *Magnetic stirrer*, dan
- f. *Thermometer* raksa.
- g. Wadah plastik

#### 3.5.2.2 Prosedur Pengujian Viskositas

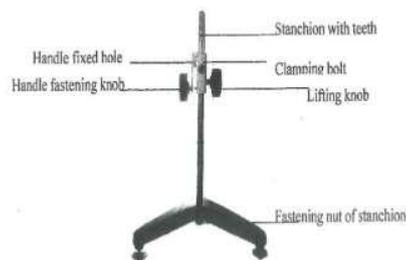
Dalam pengujian viskositas biodiesel ada beberapa tahapan yang dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian. Pada gambar 3.24 merupakan skema tahapan proses pengujian viskositas sampel biodiesel.



Gambar 3.24 Skema Pengujian Viskositas Biodiesel Campuran

Adapun tahapan pengujian yang dilakukan meliputi :

1. Mempersiapkan alat *hot plate*, gelas beker, *viscometer NDJ 8S*, *thermometer* raksa, sampel biodiesel dan *magnetic stirrer*,
2. Mempersiapkan alat uji *viscometer NDJ 8S*. Adapun prosedur untuk mempersiapkan alat ini antara lain :
  - a. Merakit penyangga *viscometer* seperti pada gambar 3.25 di bawah ini



Gambar 3.25 Penyangga *viscometer NDJ 8S*

Pada saat merangkai, mur harus dikencangkan menggunakan kunci menggunakan kunci yang telah disediakan agar peyangga tidak mudah lepas saat pengujian berlangsung.

- b. Memasangkan *viscometer NDJ 8S* pada peyangga yang telah dirangkai dan memastikan setiap rangkaian sudah kencang agar tidak lepas saat

pengujian berlangsung. Gambar rangkaian penyangga dapat dilihat pada gambar 3.26.



Gambar 3.26 Rangkaian Penyangga dan *Viscometer NDJ 8S*

- c. Meletakkan *viscometer NDJ 8S* pada tempat yang tepat agar tidak terpengaruh oleh getaran atau gangguan elektromagnetik,
  - d. Memasang rotor berlawanan arah jarum jam dengan hati – hati. Pada pengujian ini rotor yang digunakan adalah rotor 1 karena dinilai paling efektif dan
  - e. Memastikan *viscometer NDJ 8S* tidak dalam kondisi miring. Untuk mengetahuinya melalui *waterpass* yang berada pada bagian atas *viscometer NDJ 8S*.
3. *Hot plate* (Kompur Listrik)
- a. Memasang kabel power dari soket ke *hot plate*,
  - b. Menuangkan sampel biodiesel kedalam gelas beker dan meletakkan *magnetic stirrer* didalamnya,
  - c. Memanaskan sampel biodiesel hingga suhu 40°C.
4. *Thermometer* raksa
- Mencelupkan *thermometer* raksa kedalam sampel biodiesel yang sedang dipanaskan dan menunggu sampel hingga bersuhu 40°C.

Adapun prosedur pengujian viskositas adalah sebagai berikut :

1. Mempersiapkan sampel yang akan diuji,

2. Memanaskan sampel dengan menggunakan *hot plate* hingga suhu 40°C,
3. Menuangkan sampel biodiesel yang bersuhu 40°C kedalam wadah plastik,
4. Meletakkan wadah plastik yang berisi sampel di bawah *viscometer* sehingga rotor masuk kedalam sampel pada posisi tengah,
5. Menyalakan *viscometer* dengan menekan tombol *power* pada bagian belakang *viscometer*,
6. Mengatur dan menyesuaikan jenis rotor dan kecepatan rotor yang digunakan dengan *control panel*,
7. Setelah jenis rotor dan kecepatan rotor sesuai, tekan OK untuk menjalankan *viscometer*,
8. Menunggu sampai proses pengukuran selesai,
9. Mencatat hasil pengujian yang telah ditampilkan pada *display* berupa output nilai viskositas dinamis dan persen viskositas,
10. Mengulangi langkah tersebut sebanyak 3 kali setiap sampel biodiesel dan
11. Mematikan dan membersihkan alat setelah proses pengujian.

### **3.5.3 Pengujian *Flash Point* Biodiesel Campuran**

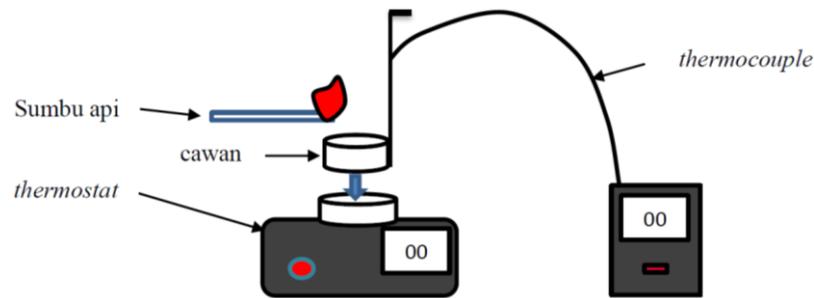
#### **3.5.3.1 Alat dan Bahan Pengujian *Flash Point***

Alat dan bahan yang digunakan untuk pengujian *flash point* diantaranya yaitu :

- a. Sampel campuran biodiesel,
- b. Alat uji *flash point*,
- c. *Thermostat*,
- d. *Thermocouple*,
- e. Pemanas elektrik,
- f. Cawan, dan
- g. Sumbu kompor.

#### **3.5.3.2 Prosedur Pengujian *Flash Point***

Pada pengujian *flash point* ada beberapa tahapan yang harus dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian. Gambar 3.27 merupakan skema pengujian *flash point* :



Gambar 3.27 Skema Pengujian *Flash Point*

Adapun tahapan pengujian biodiesel campuran yang dilakukan meliputi :

- a. Mempersiapkan alat uji *flash point* dan sampel biodiesel campuran
- b. Menakar biodiesel campuran sebanyak 10 ml,
- c. Menempatkan sampel yang telah ditakar kedalam cawan,
- d. Memanaskan sampel biodiesel campuran sehingga suhu diatas 100°C,
- e. Menyalakan api pemancing ,
- f. Mengamati dan mencatat suhu yang ditampilkan pada saat uap biodiesel campuran memantik dan menyala,
- g. Membersihkan dan merapihkan kembali alat, tempat pengujian dan
- h. Mengulangi langkah b sampai g untuk pengujian sampel biodiesel campuran selanjutnya.

### 3.5.4 Pengujian Nilai Kalor Biodiesel Campuran

Nilai kalor merupakan banyaknya energi yang terdapat pada suatu bahan bakar yang didapatkan ketika terjadinya proses pembakaran bahan bakar dengan oksigen/udara.

#### 3.5.4.1 Alat dan Bahan Pengujian Nilai Kalor

Dalam pengujian nilai kalor pada setiap sampel biodiesel campuran terdapat beberapa alat dan bahan yang perlu dipersiapkan diantaranya yaitu :

- a. Sampel campuran biodiesel,
- b. *Bomb calorimeter*,
- c. Neraca digital
- d. Pipet pengukur
- e. Cawan dan

f. Air.

#### **3.5.4.2 Prosedur Pengujian Nilai Kalor**

Adapun prosedur pengujian nilai kalor biodiesel campuran meliputi :

- a. Menyiapkan alat uji *bomb calorimeter*,
- b. Menyiapkan sampel biodiesel campuran yang akan diuji,
- c. Memasukkan sampel biodiesel campuran kedalam cawan menggunakan pipet dengan takaran 0,7xxx gram, angka tersebut akan diinput kedalam *software* yang tersambung dengan alat uji *calorimeter*,
- d. Memasukkan cawan yang berisi biodiesel campuran kedalam alat uji *calorimeter* dan menunggu pengujian nilai kalor selesai,
- e. Mencatat hasil dari pengujian nilai kalor yang berupa output nilai kalor,
- f. Mengulangi langkah b sampai e untuk pengujian sampel biodiesel campuran selanjutnya.