

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat Penelitian

3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang dibutuhkan adalah sebagai berikut:

a. Minyak Jelantah

Minyak jelantah sebagai bahan baku, diperoleh dari pusat jerigen dan Minyak jelantah, Jln. Pajaksen GT 1/754, sosromenduran, Gedong Tangen, kota Yogyakarta. Minyak goreng bekas disajikan pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Minyak Goreng Bekas

b. Minyak nyamplung

Minyak Nyamplung diperoleh dari desa Karangmangu, RT 2./5, Kec. Kroya, Kab. Cilacap. Minyak Nyamplung disajikan pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Minyak Nyamplung

c. Metanol

Methanol berguna sebagai pereaksi untuk mengikat asam lemak yang terkandung dalam minyak nyamplung dan minyak goreng bekas sehingga terjadi endapan (*gliserol*). Gambar metanol disajikan pada Gambar 3.3



Gambar 3.3 Metanol

d. Katalis

Ada dua jenis katalis yang digunakan dalam penelitian ini :

1) Katalis Asam Homogen

Katalis asam homogen digunakan pada proses esterifikasi yang dicampur dengan metanol. Katalis asam yang digunakan adalah pada penelitian ini menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dan asam fosfat (H_3PO_4). Asam sulfat dapat dilihat pada gambar 3.4 dan Asam fosfat disajikan pada Gambar 3.4



Gambar 3.4 (H_2SO_4) dan Asam Fosfat (H_3PO_4)

2) Katalis Basa hommogen

Katalis basa homogen digunakan untuk mempercepat laju reaksi.

Katalis basa yang digunakan adalah kalium hidroksida (KOH).

Gambar katalis basa disajikan pada Gambar 3.5



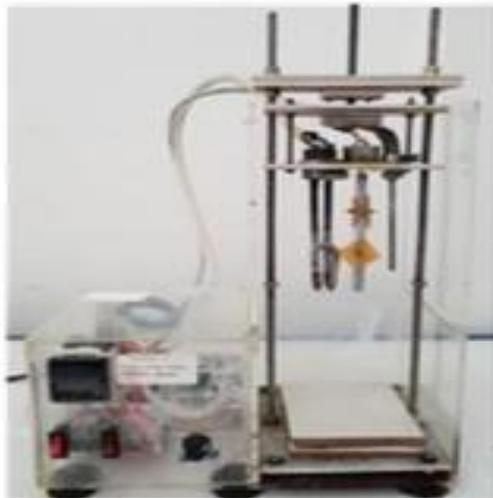
Gambar 3.5 Katalis Basa KOH

3.1.2 Alat penelitian

Alat-alat penelitian yang dibutuhkan adalah sebagai berikut:

a. Alat pembuat biodiesel

Alat yang digunakan untuk mencampur semua bahan dalam pembuatan biodiesel. Alat pembuat biodiesel disajikan pada Gambar 3.6



Gambar 3.6 Alat Pembuat Biodiesel

b. Alat Uji Titik Nyala (*Flash point*)

Alat ini digunakan untuk mengetahui titik nyala biodiesel yang sudah dibuat. Disajikan pada Gambar 3.7



Gambar 3.7 Alat Uji Titik Nyala (*flash point*)

c. Alat Uji nilai Kalor

Alat ini digunakan untuk mengetahui besar kecilnya nilai kalor pada biodiesel campuran. *Bomb Calorimeter* disajikan pada Gambar 3.8



Gambar 3.8 Alat Uji Nilai Kalor

d. Viscometer

Viscometer berfungsi untuk menguji viskositas pada minyak dan biodiesel. Dilihat pada Gambar 3.9, bagian-bagian Viscometer pada Gambar 3.10 dan spesifikasi disampaikan pada tabel 3.2

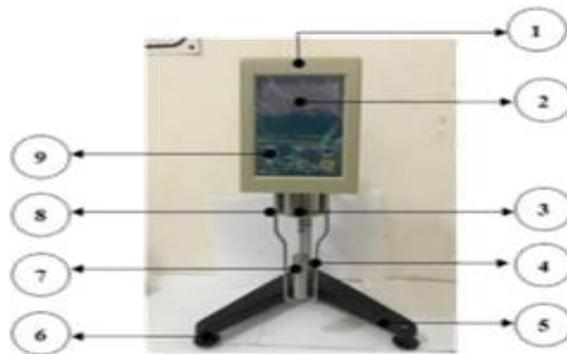


Gambar 3.9 Viscometer

Tabel 3.1 Spesifikasi Viscometer

Merk	Viskometer NDJ 8-S
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

Bagian-bagian Viscometer pada Gambar 3.10



Gambar 3.10 Bagian-Bagian Viscometer

Level Indikator

1. LCD
2. *Housing*
3. *Bracket Pelindung*
4. Dudukan
5. Penyesuaian tingkat *Knob*
6. *Rotor*
7. *Rotor Connector*
8. Tombol Pengoperasian

e. Neraca Digital

Neraca digital berfungsi untuk mengukur berat dari bahan. Gambar neraca disajikan pada Gambar 3.11



Gambar 3.11 Neraca Digital

f. Alat Pemanas Air

Alat pemanas air berfungsi untuk memanaskan air yang digunakan untuk proses pencucian biodiesel. Disajikan pada Gambar 3.12



Gambar 3.12 Alat Pemanas Air

g. Kompor Listrik (Hot Plate)

Kompor listrik berfungsi sebagai alat untuk memanaskan sample pada pengujian densitas dan viskositas. Kompor listrik disajikan pada Gambar 3.13



Gambar 3.13 Kompor listrik (Hot plate)

h. *Thermometer*

Thermometer berfungsi untuk mengukur suhu sample pada saat pengujian viskositas dan densitas, serta mengukur suhu pembuatan biodiesel. Gambar *thermometer* disajikan pada Gambar 3.14



Gambar 3.14 *Thermometer*

i. *Stopwatch*

Stopwatch yang digunakan adalah stopwatch aplikasi yang ada di smartphone berfungsi untuk melihat waktu dan timer dalam pembuatan biodiesel disajikan pada Gambar 3.15



Gambar 3.15 *Stopwatch*

j. Gelas ukur

Gelas ukur yang digunakan untuk penelitian ini dengan ukuran 10 ml dan 50 ml. Gelas ukur berfungsi untuk mengukur volume sampel, volume metanol, dan volume H_2SO_4 . Disajikan pada Gambar 3.16



Gambar 3.16 Gelas Ukur

k. Gelas Beker

Gelas beker dengan ukuran 1000 ml/ 1 Liter berfungsi untuk mencampur, mengaduk, mengukur, dan tempat proses pembuatan biodiesel. Disajikan pada Gambar 3.17



Gambar 3.17 Gelas Beker

1. Wadah plastik

Wadah plastik berfungsi untuk menyimpan minyak nyamplung dan minyak jelantah yang telah dicampur. Disajikan pada Gambar 3.18



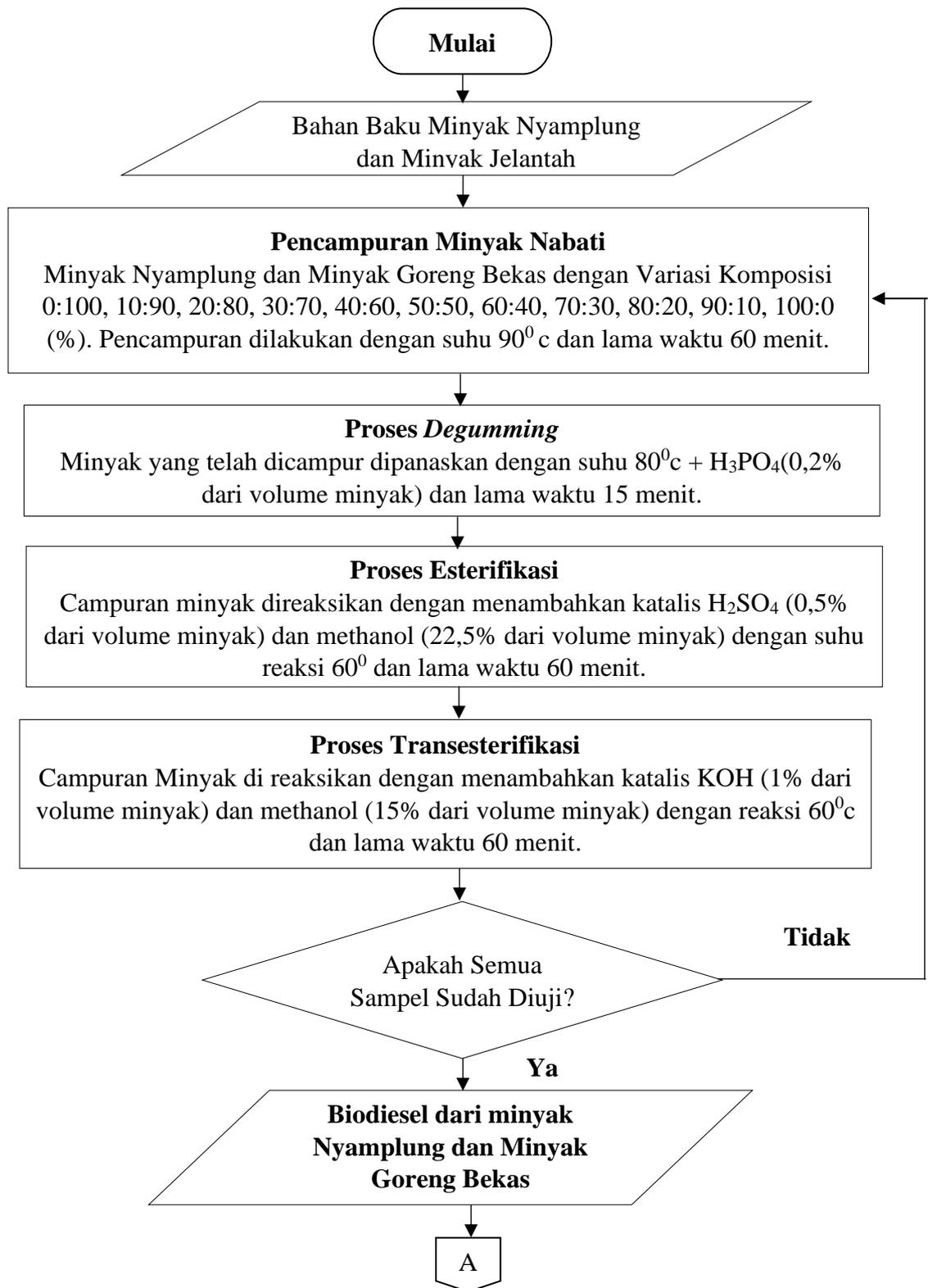
Gambar 3.18 Wadah Plastik

3.2 Tempat Penelitian

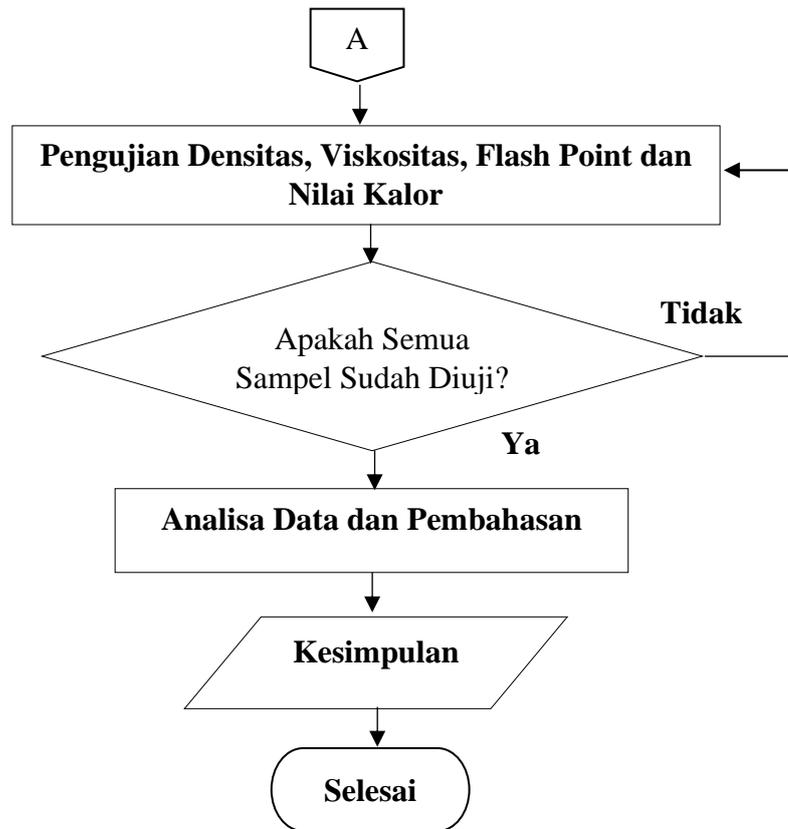
Tempat yang digunakan pada penelitian ini adalah Laboratorium Energi Terbarukan Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta dan Laboratorium Universitas Gadjah Mada Yogyakarta

3.3 Tahapan Penelitian

Tahap penelitian dimulai dengan mencampur minyak nyamplung dan minyak goreng bekas dengan variasi yang telah ditentukan. Setelah proses pencampuran minyak nyamplung dan minyak jelantah 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 Biodisel

3.4.1 Proses Pencampuran Minyak Nyamplung dan Minyak Jelantah

Minyak Nyamplung dan minyak jelantah yang sebelumnya telah disaring dan diaduk agar masing-masing minyak tercampur dan kotoran yang ada diminyak bersih. Minyak nyamplung dan minyak jelantah dicampur dengan variasi yang sebelumnya telah ditentukan. Komposisi variasi campuran dapat dilihat pada tabel 3.2

Tabel 3.2 Komposisi Variasi Pencampuran

No	Nama Sampel	Variasi Komposisi Campuran (%)		Suhu Pencampuran (°C)	Lama Pencampuran (Menit)
		Minyak Nyamplung	Minyak Jelantah		
1	MN0MJ100	-	100	90	60
2	MN10MJ90	10	90		
3	MN20MJ80	20	80		
4	MN30MJ70	30	70		
5	MN40MJ60	40	60		
6	MN50MJ50	50	50		
7	MN60MJ40	60	40		
8	MN70MJ30	70	30		
9	MN80MJ20	80	20		
10	MN90MJ10	90	10		
11	MN100MJ0	100	-		

Keterangan :

MN : Minyak Nyamplung

MJ : Minyak Jelantah

MN10MJ90 : Minyak Nyamplung 10% Minyak Jelantah 90%

MN20MJ80 : Minyak Nyamplung 20% Minyak Jelantah 80%

MN30MJ70 : Minyak Nyamplung 30% Minyak Jelantah 70%

MN40MJ60 : Minyak Nyamplung 40% Minyak Jelantah 60%

MN50MJ50 : Minyak Nyamplung 50% Minyak Jelantah 50%

MN60MJ40 : Minyak Nyamplung 60% Minyak Jelantah 40%

MN70MJ30 : Minyak Nyamplung 70% Minyak Jelantah 30%

MN80MJ20 : Minyak Nyamplung 80% Minyak Jelantah 20%

MN90MJ10 : Minyak Nyamplung 90% Minyak Jelantah 10%

MN100MJ0 : Minyak Nyamplung 100% Minyak Jelantah 0%

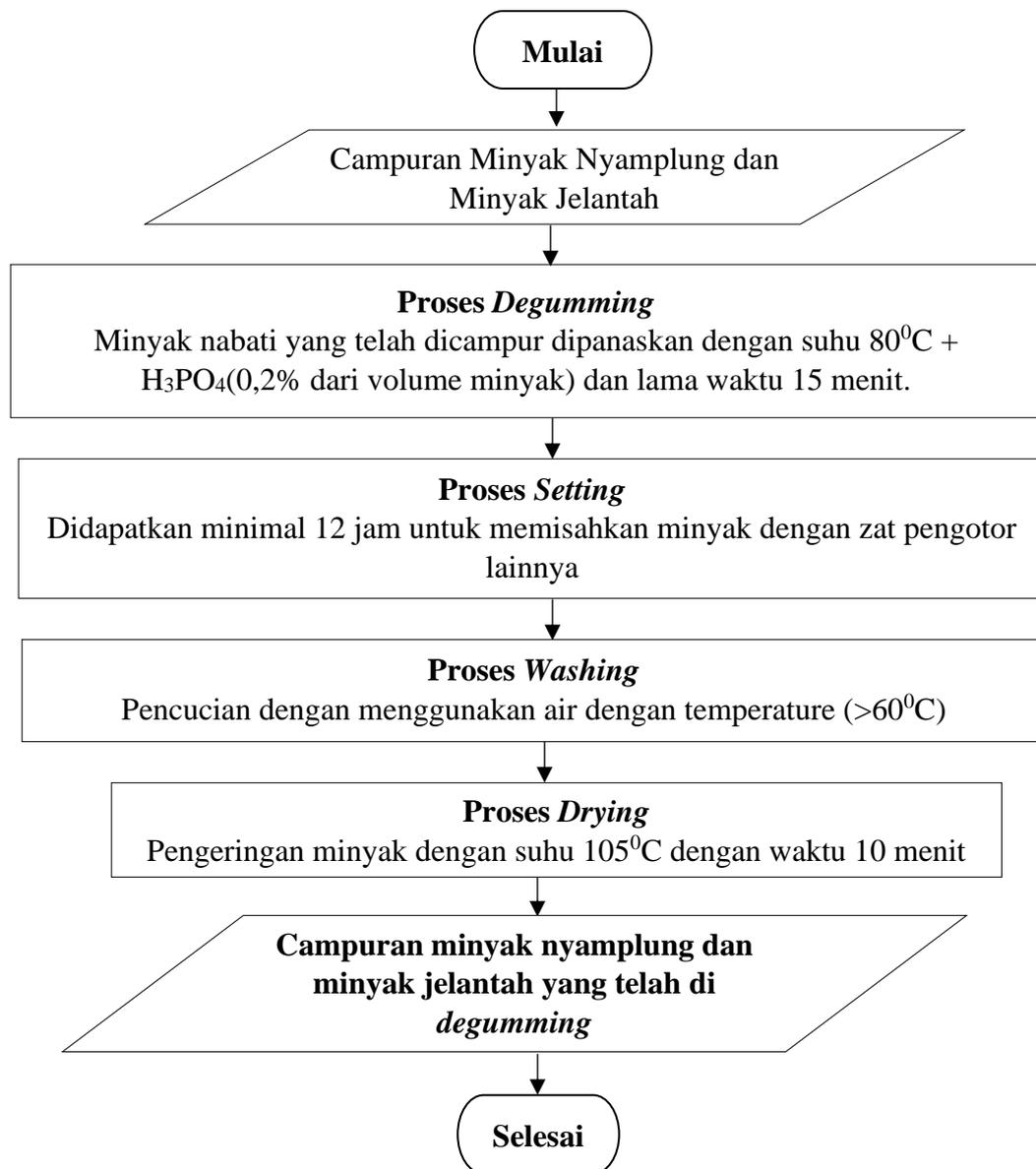
Adapun tahapan proses pencampurannya adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan alat dan bahan yang digunakan.
- b. Mengukur perbandingan volume minyak yang telah ditentukan seperti variasi komposisi sesuai dengan tabel 3.2.
- c. Wadah yang telah terisi campuran minyak nyamplung dan minyak jelantah diletakkan pada alat pencampur.
- d. Menyambungkan alat pencampur ke sumber listrik dan menghidupkan saklar pemanas dan pengaduk.
- e. Kemudian mengatur suhu pemanas dan kecepatan pemutar diatur dengan kebutuhan.
- f. Proses pencampuran dilakukan dengan temperature 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 putarannya diturunkan hingga 0 rpm. Dan mematikan saklar pemanas maupun pengaduk.
- h. Memindahkan wadah yang berisi campuran minyak dari alat pengaduk dan diamkan hingga dingin dengan suhu ruangan.
- i. Mengulangi tahapan tersebut untuk sampel minyak selanjutnya.

3.4.2 Proses *Degumming*

Proses *degumming* ialah proses untuk membersihkan minyak nyamplung dari zat pengotor. Proses *degumming* dilakukan dengan menambahkan asam fosfat (H_3PO_4) sebanyak (0,2% dari berat minyak) dengan lama waktu pengadukan 15 menit. Setelah proses selesai, diamkan minyak pada wadah corong pemisah pada suhu ruangan minimal 12 jam untuk memisahkan minyak dengan zat pengotor. Kemudian minyak setelah diendapkan minyak dicuci dengan menggunakan air yang memiliki suhu sekitar $60-70$ ($^{\circ}\text{C}$) sampai minyak terlihat bersih. Selanjutnya minyak dikeringkan agar tidak ada kandungan air didalamnya. Pengeringan dengan suhu 105°C dan dalam waktu 10 menit.

Adapun diagram alir proses *degumming* dapat dilihat pada Gambar 3.20.

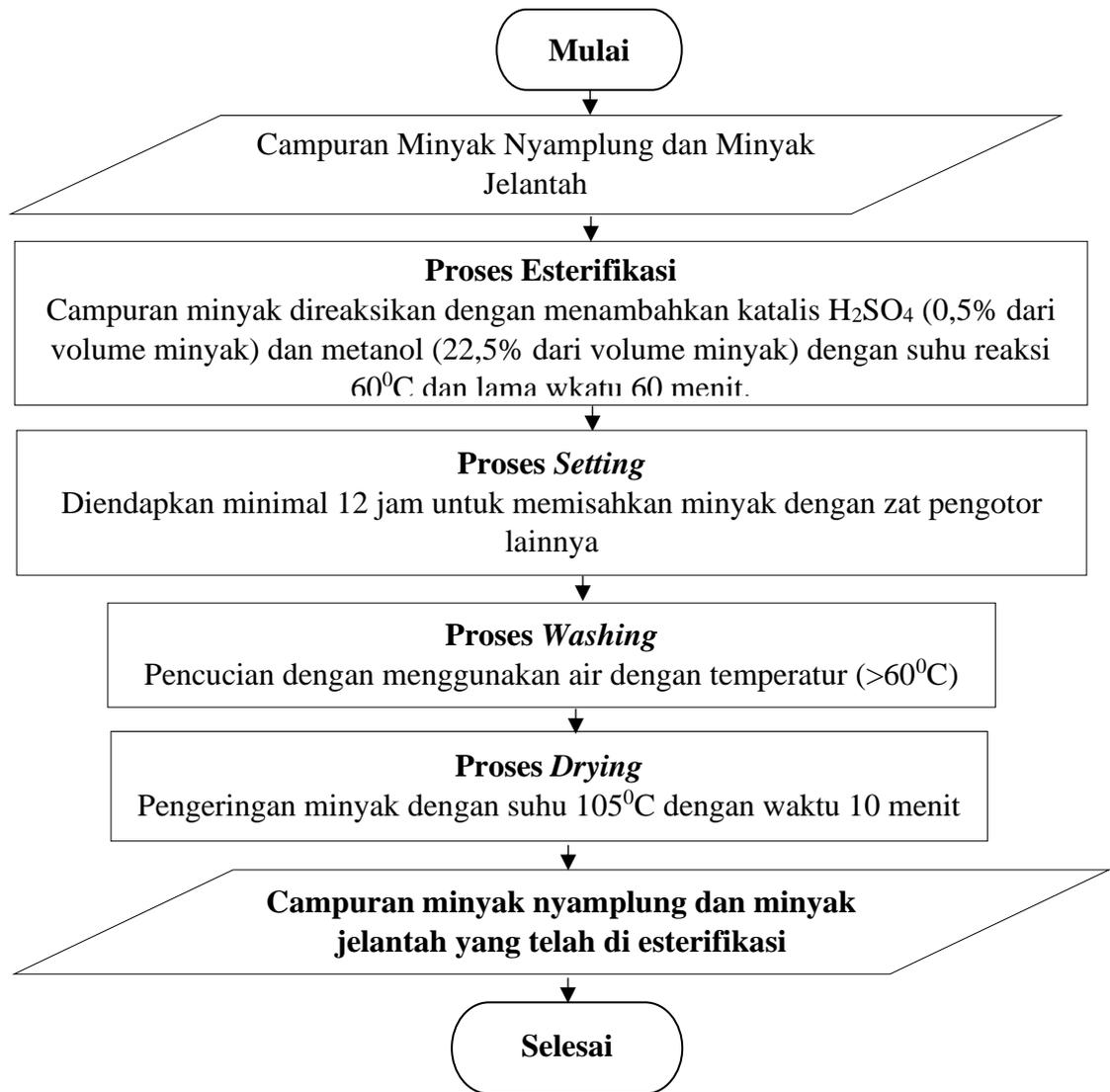


Gambar 3.20 Diagram Alir Proses *Degumming*.

3.4.3 Proses Esterifikasi

Dalam bahan baku minyak nyamplung terdapat kandungan asam lemak bebas (FFA) tinggi yaitu 3,00%. Untuk menurunkan kadar asam lemak bebas minyak nyamplung maka dilakukan proses esterifikasi. 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.

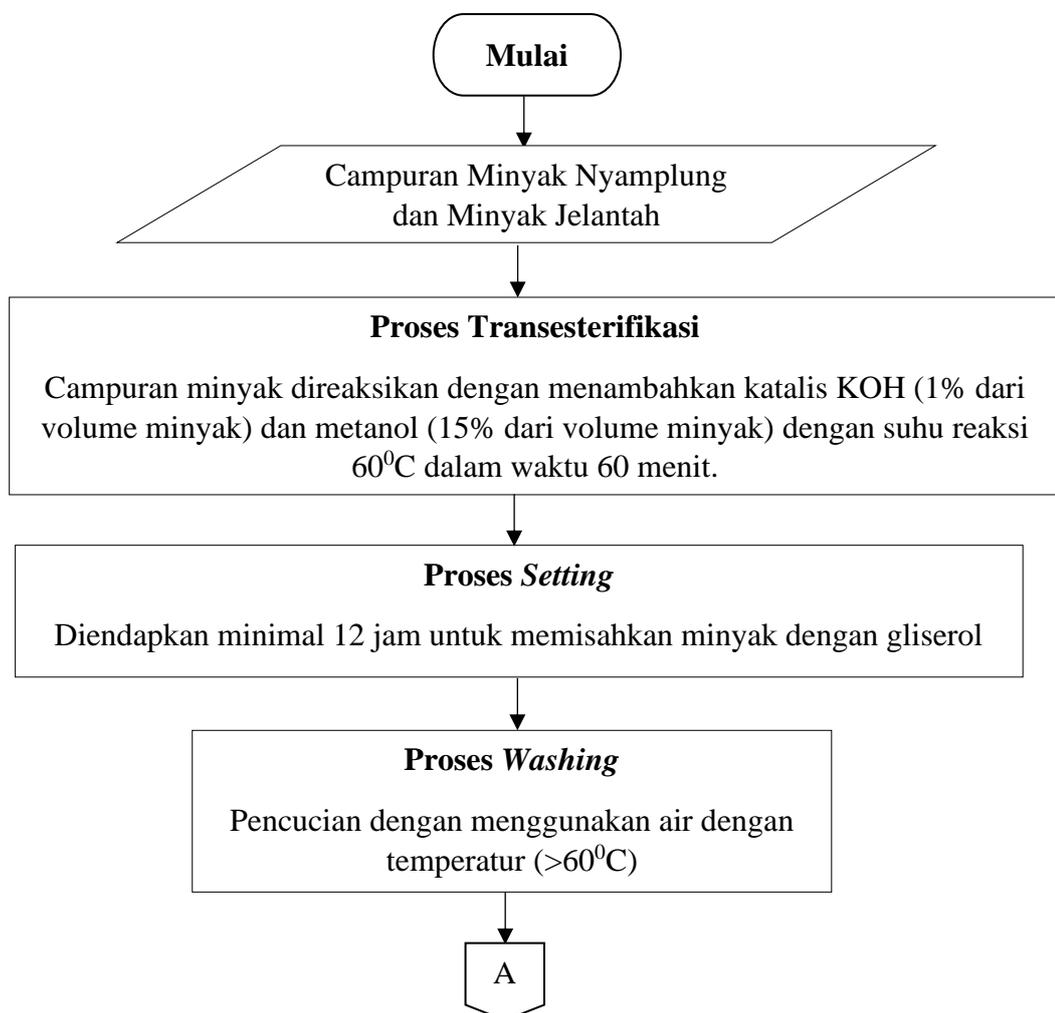


Gambar 3.21 Diagram Alir Proses Esterifikasi

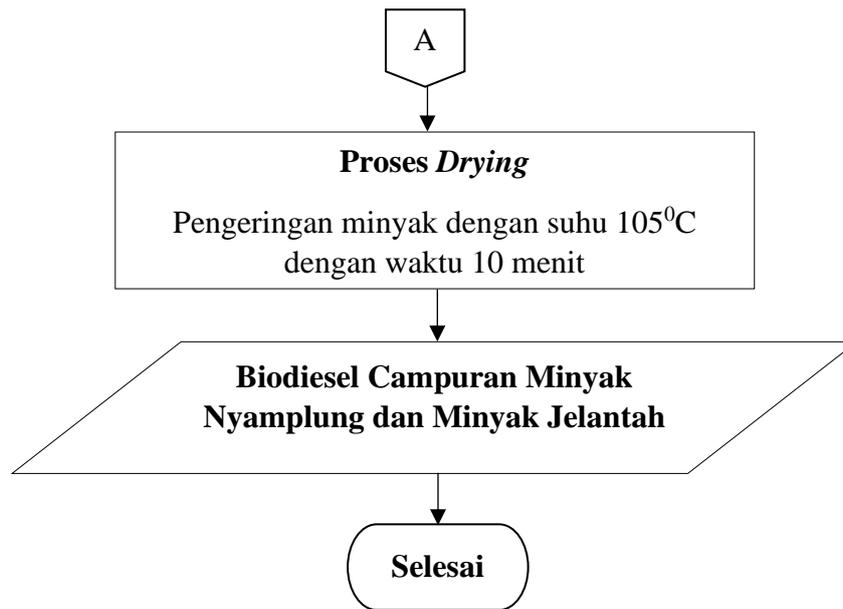
3.4.4 Proses Transesterifikasi

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 sebelum dimasukkan ke dalam minyak campuran. Minyak yang telah ditambahkan larutan metanol dan KOH diaduk dan dipanaskan dengan suhu 60°C dalam waktu 60 menit. Tahap transesterifikasi untuk memisahkan antara biodiesel dengan gliserol. Setelah itu didiamkan dan diendapkan minimal 12 jam agar terpisah minyak dan gliserolnya. Selanjutnya hasil transesterifikasi dilakukan pencucian menggunakan air yang bersuhu $60\text{-}70^{\circ}\text{C}$ 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 campuran. Sampel tersebut diukur nilai densitas, viskositas, *flash point* dan nilai kalornya.

3.5.1 Pengujian Densitas Biodiesel Campuran

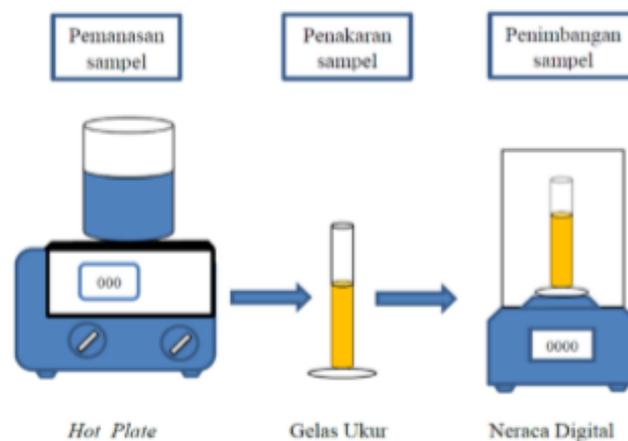
3.5.1.1 Alat dan Bahan Pengujian Densitas

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

- a. Sampel biodiesel,
- b. *Hot plat* (Kompor listrik),
- c. Gelas beker 100 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 tahapan yang dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian. 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 kemudian dipanaskan hingga suhu 40°C dengan menggunakan *hot plate*,
- Mengisi 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
- Mengulangi langkah yang sama untuk pengujian sampel berikutnya.

Perhitungan

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

Keterangan:

- a. ρ = massa jenis (kg/m³)
- b. m = massa (kg), dan
- c. v = volume (m³)

3.5.2 Pengujian Viskositas Biodiesel Campuran

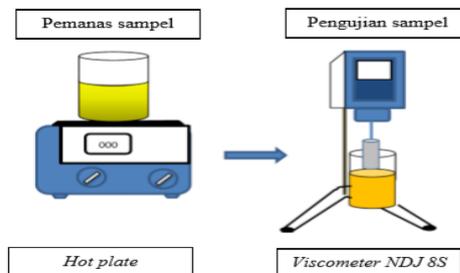
3.5.2.1 Alat dan Bahan Pengujian Viskositas

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

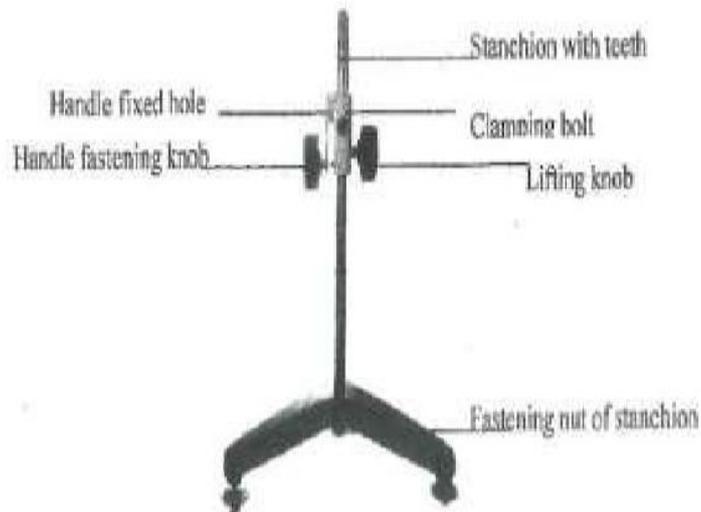
Dalam pengujian viskositas biodiesel ada beberapa tahapan yang dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian. Gambar 3.24 merupakan skema tahapan proses pengujian viskositas sampel biodiesel.



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 Gambar 3.25 di bawah ini



Gambar 3.25 Penyangga *viscometer NDJ 8S*

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

- b. Memasang *viscometer NDJ 8S* pada penyangga yang telah dirangkai dan memastikan setiap rangkaian sudah kencang agar tidak lepas saat pengujian berlangsung. Gambar 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* (Kompor 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 40⁰C.

4. *Thermometer* raksa

Mencelupkan *thermometer* raksa kedalam sampel biodiesel yang sedang dipanaskan dan menggunakan sampel hingga bersuhu 40⁰C.

Adapun prosedur pengujian viskositas adalah sebagai berikut:

- 1. Mempersiapkan sampel yang akan diuji,
- 2. Memasang sampel dengan menggunakan *hot plate* hingga suhu 40⁰C,

3. Menuangkan sampel biodiesel yang bersuhu 40⁰C kedalam wadah palstik,
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*, kecepatan diatur 6, 12, 30, dan 60 rpm.
7. Setelah jenis rotor dan kecepatan rotor sesuai, tekan OK untuk menjalankan *viscometer*, kecepatan diatur
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

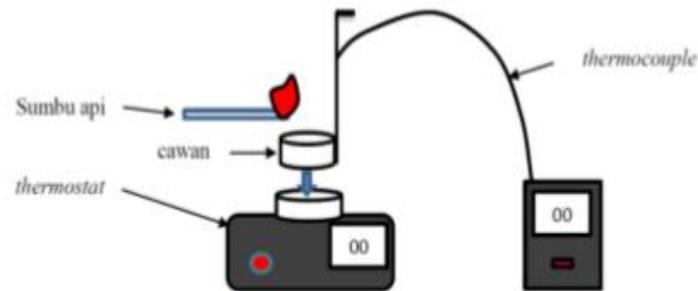
3.5.3.1 Alat dan Bahan Pengujian *Flash Point*

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 tahap 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:

- Mempersiapkan alat uji *flash point* dan sampel biodiesel campuran,
- Menakar biodiesel campuran sebanyak 10 ml,
- Menuangkan sampel ke cawan untuk proses pemanasan,
- Memanaskan sampel biodiesel campuran sehingga suhu diatas 100°C ,
- Menyalakan api pemancing,
- Mengamati dan mencatat suhu yang ditampilkan pada saat uap biodiesel campuran memantik dan menyala,
- Membersihkan dan merapikan kembali alat, tempat pengujian dan
- 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.