BAB 3
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Program Studi S-1 Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Yogyakarta dan dilaksanakan pada bulan Agustus - Desember tahun 2017.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya:

a. minyak jarak kepyar

Minyak jarak kepyar didapat dari pembelian dari TOKO SARI bahan batik dan kimia, jalan Brigjen Katamso, Yogyakarta.

b. minyak nyamplung

Minyak nyamplung didapat dari pembelian dari Koperasi Jarak Lestari, Kecamata Kroya, Kabupaten Cilacap, Jawa Tengah.

c. metanol

Metanol merupakan salah satu jenis alkohol yang merupakan komponen utama yang diperlukan dalam pembuatan biodiesel. Alkohol diperlukan dalam jumlah berlebih dalam reaksi esterifikasi maupun reaksi transesterifikasi untuk menggeser keseimbangan reaksi ke arah produk, metanol didaptkan dari toko bahan kimia.

d. asam fosfat

Asam fosfat berbentuk dalm fase cair, digunakan untuk proses *degumming* yang bertujuan untuk memisahkan getah atau lendir maupun zat-zat pengotor lainnya.

e. asam sulfat

Asam sulfat berbentuk dalam fase cair, digunakan untuk proses esterifikasi yang bertujuan untuk menurunkan asam lemak bebas dalam minyak nabati.

f. KOH

Katalis KOH berbentuk dalam fase padat (kepingan) yang berfungsi sebagai katalis yaitu untuk mempercepat reaksi pada proses transesterifikasi.

g. Air

Air digunakan dalam proses pencucian pada proses setelah *degumming*, dan transesterifikasi. Pencucian menggunakan air dimaksudkan untuk pemberihan biodiesel dari kotoran, siasa katalis, dan sisa metanol.

Gambar 3.1. Bahan-bahan pembuatan biodiesel

Selain bahan-bahan pembuatan biodiesel, dalam penelitan ini juga menggunakan alat-alat utama dan pendukung yang digunakan dalam pembuatan biodiesel, diantaranya:

a. alat pembuat biodiesel

Alat ini dugunakan untuk pembuat biodesel dengan bahan baku pembuatan minyak jarak kepyar dan minyak nyamplung, dengan kapasitas maksimum pembuatan 7 Liter.

b. wadah pencuci atau pemisah

Wadah pencuci atau pemisah ini digunakan untuk memisahkan zat-zat pengotor dan air pada saat proses pencucian. Kapasitas maksimum yang dapat ditampung pada wadah pencuci ini 18 Liter.

c. alat pencampur biodiesel

Alat pencampur biodiesel digunakan untuk mencampur biodiesel dengan variasi komposisi campuran yang ditetapkan dalam penelitian ini. Kapasitas maksimum yang dapat ditampung pada alat pencampur ini sebanyak 1 Liter.

d. neraca digital

Timbangan digital digunakan untuk mengukur berat atau massa bahan pembuatan biodiesel maupun digunakan untuk mengetahui besaran kerapatan massa sampel biodiesel yang dinyatakan dalam massa per satuan volume.

e. *hot plate* (kompor listrik)

Hot plate (kompor listrik) digunakan untuk memanaskan sampel.

f. alat uji viskositas (Vikometer)

Alat uji viskositas NDJ 8S digunakan untuk mengetahui ukuran kekentalan bahan baku maupun sampel biodiesel.

g. alat uji *flash point*

Alat uji *flash point* digunakan untuk mengetahui titik nyala pada sampel biodiesel.

h. alat uji nilai kalor

Alat uji nilai kalor digunakan untuk mengetahui besar kecilnya nilai kalor pada biodiesel.

i. wadah plastik

wadah plastik digunakan untuk menyimpan sampel minyak dengan kapasitas 80 mL dan 1000 mL.

j. wadah plastik besar

wadah plastik besar digunakan untuk pembuatan biodisel maupun menampung bahan pembuat biodiesel, kapasitas wadah ini sebanyak 10 Liter.

k. gelas beker

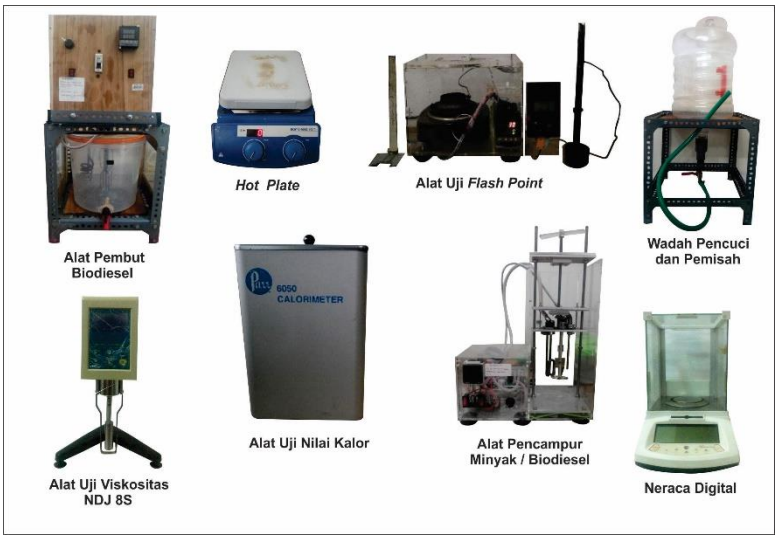
Gelas beker dengan sekala ukur 1000 mL yang digunakan sebagai tempat pencampur, pengadukan dan pemanasan biodiesel.

l. gelas ukur

Gelas ukur yang digunakan 10 mL dan 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.

m. termometer air raksa

termometer digunakan untuk mengukur temperatur sampel biodiesel yang akan dilakukan pengujian densitas dan viskositas.

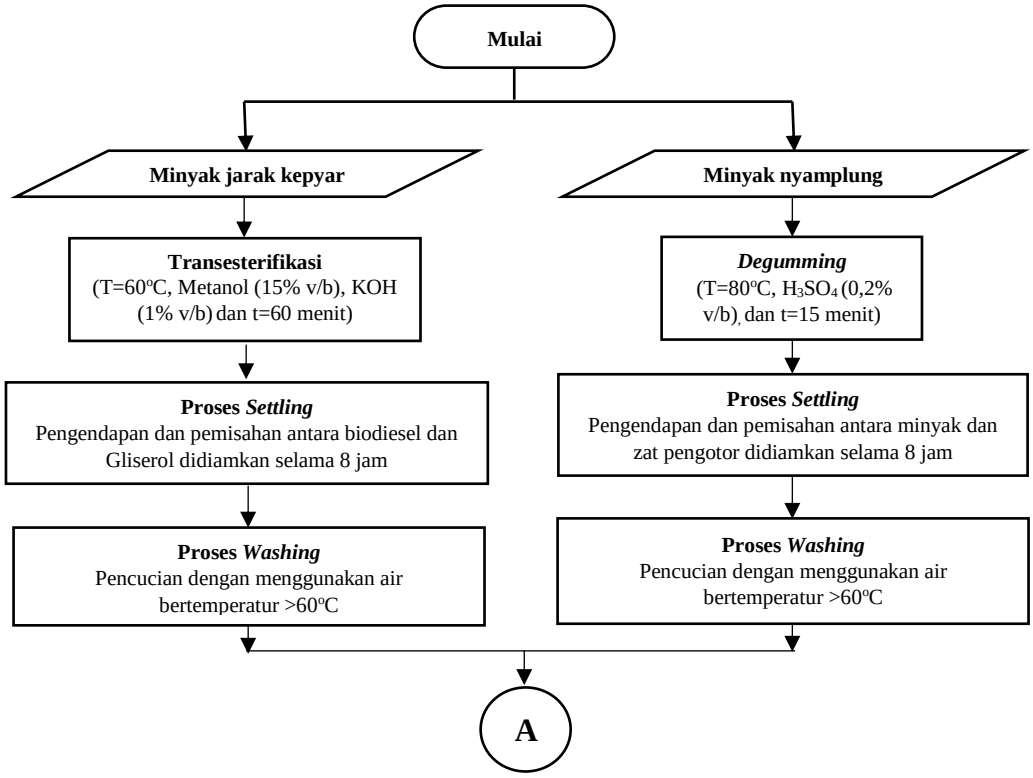


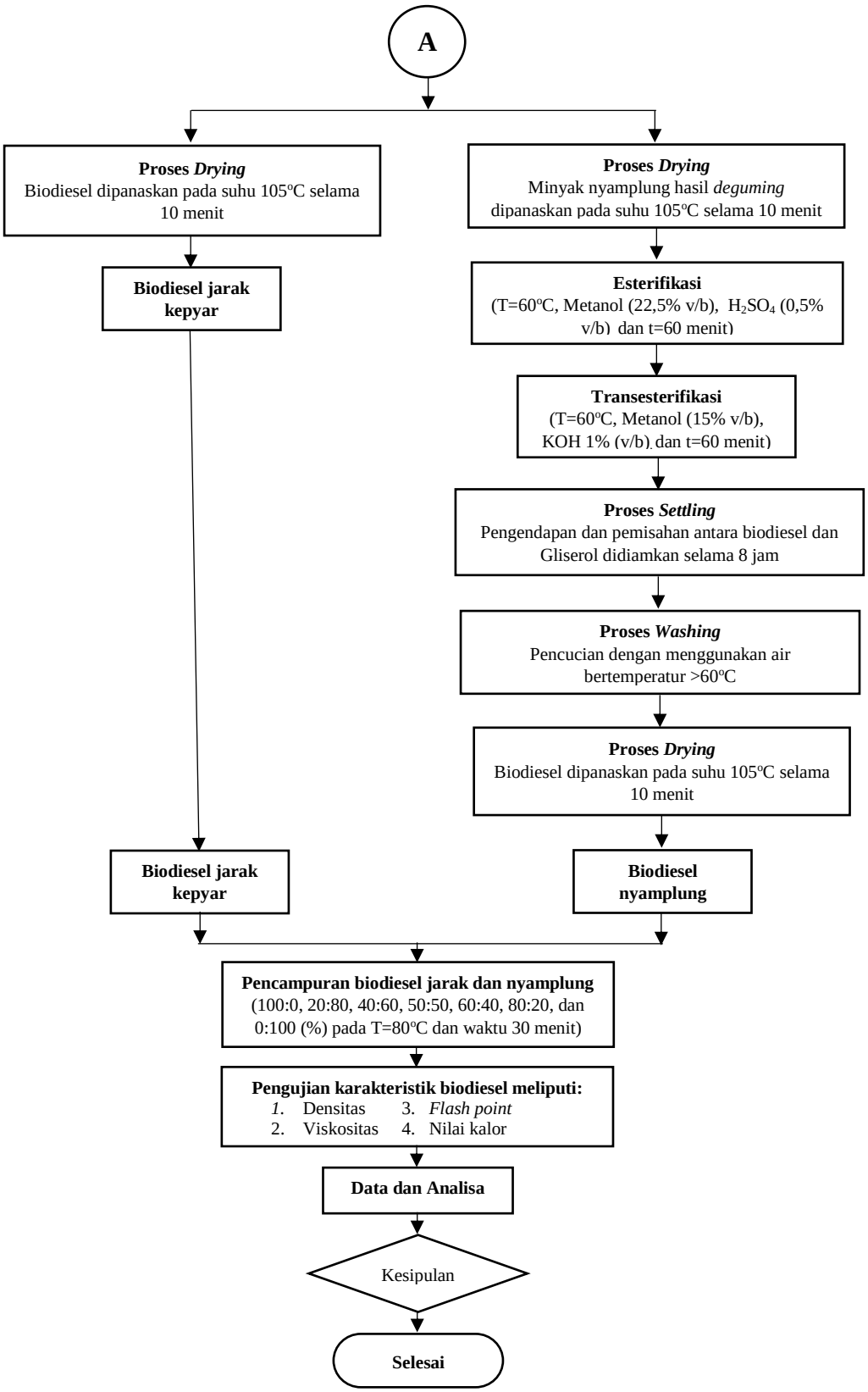
Gambar 3.2. Alat utama yang digunakan dalam penelitian

Gambar 3.3. Alat-alat pendukung

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian dimulai dari analisis bahan baku mengetahui kandungan asam lemak bebas dan asam lemak jenuh dan tak jenuh yang dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) UGM. Kemudian dilanjutkan dengan pemurnian minyak dengan proses *degumming*, dan proses esterifikasi-transesterifikasi untuk menghasilkan biodiesel. Tahap penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.4.





Gambat 3.4. Diagram Alir Penelitian

3.3.1. Proses Pembuatan Biodiesel

Proses pembuatan biodiesel dilakukan melalui proses *degumming*, esterifikasi dan transesterifikasi.

a. *Deguming*

Bahan baku dari Minyak nyamplung merupakan minyak mentah hasil dari pemerasan biji nyamplung yang masih banyak mengandung zat pengotor, untuk itu perlu proses pemurnian/*degumming* terhadap bahan baku minyak nyamplung. Proses pemurnian yang dilakukan yaitu dengan bantuan asam fosfat. Pengaruh yang ditimbulkan asam tersebut adalah mengikat dan mengendapkan zat-zat seperti protein, fosfatida, gum dan resin yang terdapat dalam minyak mentah, sehingga dapat dipisahkan dari minyak

Proses *degumming* dilakukan dengan memanaskan minyak pada suhu 80°C, kemudian tambahkan absorban asam fosfat (H_3PO_4) dengan persentase berat absorban 0,2% (v/b) dari berat minyak sambil terus diaduk selama 15 menit. Diamkan minyak di dalam corong pemisah selama 12 jam, selanjutnya dilakukan pemisahan minyak dan gum. Minyak yang terpisah kemudian dicuci dengan air (60-70°C). Pencucian dan pemisahan minyak dengan air dilakukan berulang hingga air cucian terlihat jernih, minyak hasil pencucian dipanaskan pada suhu 105°C selama 10 menit untuk menguapkan air yang tersisia (Hasibuan dkk., 2013).

b. Esterifikasi

Minyak dengan kadar *free fatty acid (FFA)* tinggi (1-25%) perlu diesterifikasi terlebih dahulu untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester (Budiman dkk., 2014). Minyak jarak kepyar memiliki kadar asam lemak bebas sebesar 0,70%, minyak jarak kepyar dapat dibuat menjadi biodiesel dengan proses transesterifikasi, sedangkan minyak nyamplung memiliki kadar asam lemak bebas 03,00% jadi harus melalui tahap esterifikasi sebelum dilanjutkan pada proses transesterifikasi.

Proses esterifikasi minyak nyamplung dilakukan dengan memanaskan minyak di dalam wadah pemanas. Reaksi esterifikasi menggunakan 0,5 mL

asam sulfat (H_2SO_4) anhidrat, dan dilarutkan kedalam metanol sebesar 22,5% (v/b) ditambahkan ke dalam minyak. Proses esterifikasi dilakukan selama 120 menit pada suhu 60°C (Budiman dkk., 2014). minyak hasil esterifikasi dimasukan kedalam corong pemisah dan dibiarkan hingga terjadi pemisahan. Campuran metanol maupun asam sulfat akan berada paling atas sedangkan air dan kotoran berada di bawah dan minyak atau *alkil ester* akan berada di tengah-tengah.

c. Transesterifikasi

Minyak nyamplung yang sudah di esterifikasi maupun minyak kepyar kemudian dilakukan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi dimulai dengan melarutkan metanol 15% (v/b) dan KOH 1% (v/b), kemudian menambahakannya dalam minyak di wadah pemanas pada suhu 60°C selama 60 menit. Hasil Dalam proses transesterifikasi berupa biodiesel dan liseror dipisahkan. Pada lapisan atas terbentuk biodiesel dan lapisan bawah gliserol produk sampingan reaksi dan campuran sisa katalis dan zat pengotor. Biodiesel yang dihasilkan merupakan biodiesel kasar dan perlu dimurnikan dengan proses pencucian.

Pencucian biodiesel dilakukan dengan metode *water washing.* Air hangat ditambahkan ke dalam biodiesel lalu dilakukan pengadukan dan pemisahan. Pencucian dilakukan berulang-ulang hingga air cucian jernih. Selanjutnya dilakukan pengeringan untuk membuang sisa metanol dan air dalam biodiesel dengan memanaskan biodiesel pada suhu 105°C selama 10 menit.

3.3.2. Proses Pembuatan Sampel Campuran Biodiesel

Setalah didapat biodiesel dari minyak jarak dan minyak nyamplung langkah selanjutnya yakni melakukan pembuatan sampel untuk meneliti pengaruh komposisi dari tiap campuran terhadap karakteristik biodiesel. Variasi komposisi campuran dapat dilihat pada tabel 3.1.

Tabel 3.1. Variasi pembuatan sampel

No	Sampel	Variasi komposisi campuran 1000 mL		Suhu pencampuran (ºC)	Lama pencampuran (menit)
		Biodiesel jarak (%)	Biodiesel nyamplung (%)		
1	BJ100:BN 0	100	-	80	30
2	BJ 20:BN 80	20	80		
3	BJ 40:BN 60	40	60		
4	BJ 50:BN 50	50	50		
5	BJ 60:BN 40	60	40		
6	BJ 80:BN 20	80	20		
7	BJ 0:BN 100	-	100		
Total (mL)		3500	3500		

Keterangan:

BJ = Biodiesel Jarak Kepyar

BN = Biodiesel Nyamplung

Tahapan-tahapan pembuatan sampel campuran biodiesel jarak kepyar dan nyamplung yakni:

a. mempersiapkan alat yang akan digunakan untuk proses pembuatan sampel.
b. mengukur volume perbandingan biodiesel antara biodiesel jarak kepyar dan nyamplung yang akan dicampur kedalam gelas beker.
c. meletakan gelas beker yang sudah terisi campuran biodiesel jarak kepyar dan nyamplung pada alat pencampur sehingga pemanas, pengaduk dan sensor berada di dalam gelas beker.
d. alat pencampur disambungkan ke sumber listrik, kemudian menghidupkan saklar utama, saklar pengaduk, dan pemanas.
e. suhu pemanas dan kecepatan diatur sesuai kebutuhan pencampuran.
f. proses pemcampuran dilakukan selama 30 menit dengan suhu 80ºC.
g. sebelum dimatikan, suhu pemanas diturunkan dibawah suhu ruangan dan rasio kecepatan putaran pengaduk dikurangi. Setelah itu matikan saklar

pemanas dan pengaduk, angkat gelas beker kemudian tunggu sampai dinginkan minyak yang berada didalam gelas beker.

h. setelah peroses pencapuran selesai dan biodiesel menjadi dingin, masukan biodiesel kedalam wada plastik berukuran 100 mL dan 1000 mL.
i. ulangi langkah-langkah pembuatan sampel untuk proses pembuatan sampel berikutnya.

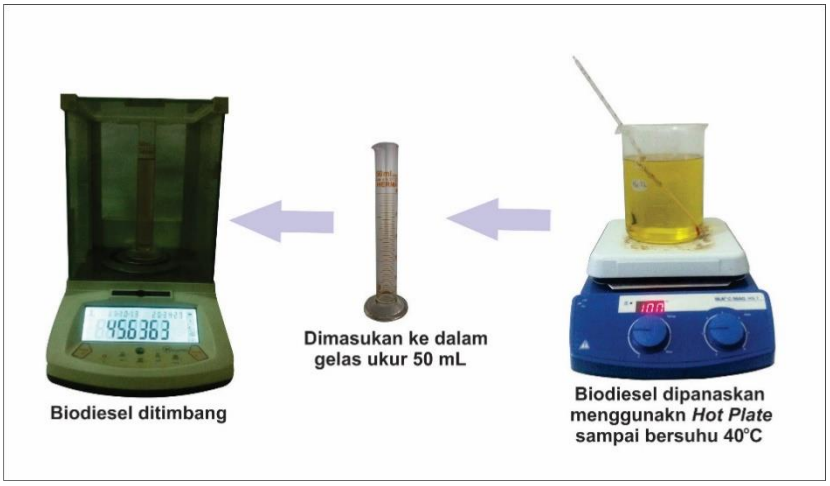
3.3.3. Pengujian Karakteristik Biodiesel

Metode pengujian karakteristik biodiesel dilakukan dengan 7 variasi komposisi dengan suhu pencampuran 80°C dan pengadukan selama 30 menit. Sampel yang telah selesai dibuat kemudian dilakukan pengambilan data dengan melakukan pengukuran, densitas, viskositas, *flash point*, dan nilai kalor.

A. Pengujian densitas

Densitas merupakan perbandingan berat suatu sampel dengna volumenya pada suhu pengujian. Pengukuran nilai densitas pada setiap sampel dilakukan dengan langkah-langkah sebgai berikut:

a. mempersiapkan alat neraca digital dan gelas ukur 50 mL.
b. memanaskan sampel biodiesel sampai suhu 40°C.
c. menimbang gelas ukur pada kondisi kosong dengan neraca digital, kemudian dikalibrasikan.
d. mengisi sampel biodiesel ke dalam gelas ukur sebanyak 50 mL.
e. menimbang gelas ukur yang terisi sampel biodiesel ke neraca digital, catat hasil biodiesel yang telah ditimbang.
f. angkata gelas ukur dari neraca digital, dan kemudian dibersihkan.
g. ulangi langkah diatas untuk pengujian sampel yang lain.



Gambar 3.5. Pengujian densitas

Perhitungan:

Secara matematik massa jenis dinyatakan dengan persamaan (2.1)

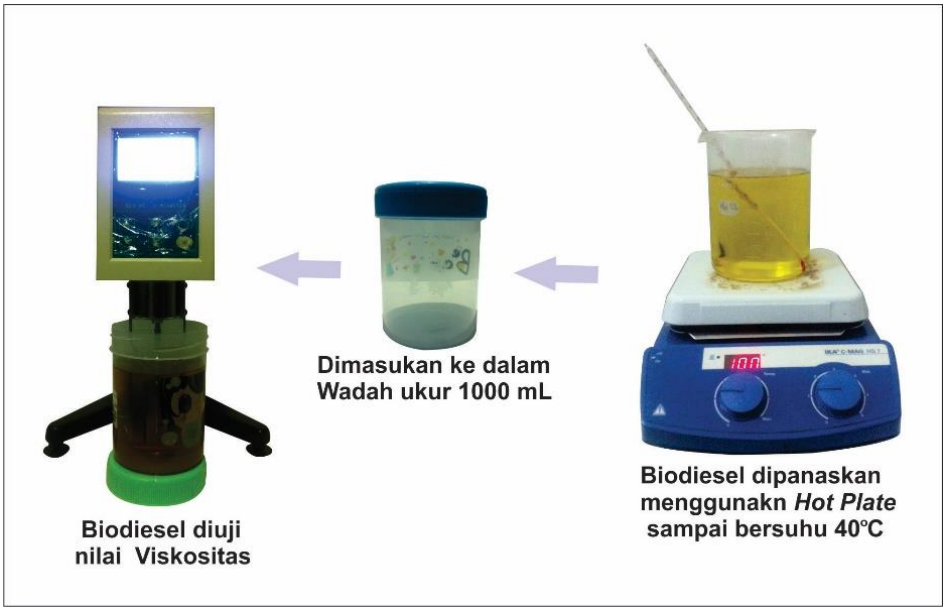
B. Pengujian viskositas

Pengukuran viskositas menggunakan alat viskometer tipe *Cone/Plate.* Dimana perinsip kerjanya adalah dengan meletakan sampel biodiesel di wadah yang sudah disediakan. Proses kerja yaitu rotor yang ada pada viskometer berputar untuk mengetahui viskositas yang ada pada wadah tersebut. Kecepatan putaran rotor vikometer dapat diatur dengan berbagai kecepatan sesui yang dikehendaki. Dalam pengujian viskositas pada sampel biodiesel, ada beberapa langkah yang harus dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian, yaitu:

a. menyiapkan sampel biodiesel pada toples berkapasitas 1 Liter, sampel biodiesel yang digunakan kurang lebih 800 mL yang akan dilakukan pengujian pada viskometer NDJ 8S.
b. menyiapkan alat viskometer NDJ 8S dengan merangkai penyangga viskometer, memasang viskometer NDJ 8S pada penyangga yang telah dirangkai menggunakan kunci-kunci yang telah disediakan, memasang rotor 1 yang akan digunakan. Viskometer diletakan ditempat yang terhindar dari goncangan, gangguan elektromagnetik, gas atau fluida yang bersifat korosif, dan memastikan viskometer tidak dalam keadaan

miring dengan melihat *waterpass* yang ada dibagain atas vikometer. Menyambungkan kabel viskometer pada sumber listrik, kemudian menyalakan viskometer dengan menekan tombol power pada bagian belakang viskometer.

c. menyiapkan *hotplate* (kompor listrik) dengan memasang kabel power dari soket ke *hotplate.* Memposisikan *hotplate* dekat dengan viskometer.
d. gunakan *termometer* sebagai pengukur suhu minyak.
e. setelah semua siap langkah selanjutnya memasukan rotor kedalam toples yang berisi sampel biodiesel dengan cara menurunkan posisi viskometer menggunakan *lifting knop* pada bagian penyangga.
f. menyesuaikan jenis rotor yang dipakai dan kecepatan putaran rotor dengan menggunakan panel control.
g. mengatur kecepatan putaran rotor 12 rpm dan menggunakan rotor 1.
h. setelah suhu yang dikehendaki tercapai kemudian mematikan *hotplate* dan menjalankan viskometer dengan menekan tombol (OK).
i. menunggu sampai proses pengukuran selesai, kemudian tekan tombol reset.
j. Mencatat hasil pembacaan viskometer yang ditampilkan pada *display* berupa *output* viskometer, *percent* pembacaan viskometer.
k. Setelah selesei matikan alat, kemudian membersihkan area pengujian viskositas.
l. mengulang langkah e. sampai l. untuk pengujian pada sampel biodiesel lainnya.



Gambar 3.6. Pengujian viskositas

Perhitungan:

Secara matematik massa jenis dinyatakan dengan persamaan:

$$v = \frac{\mu}{\rho} \tag{3.1}$$

dimana :

v = Viskositas kinematik (cSt)

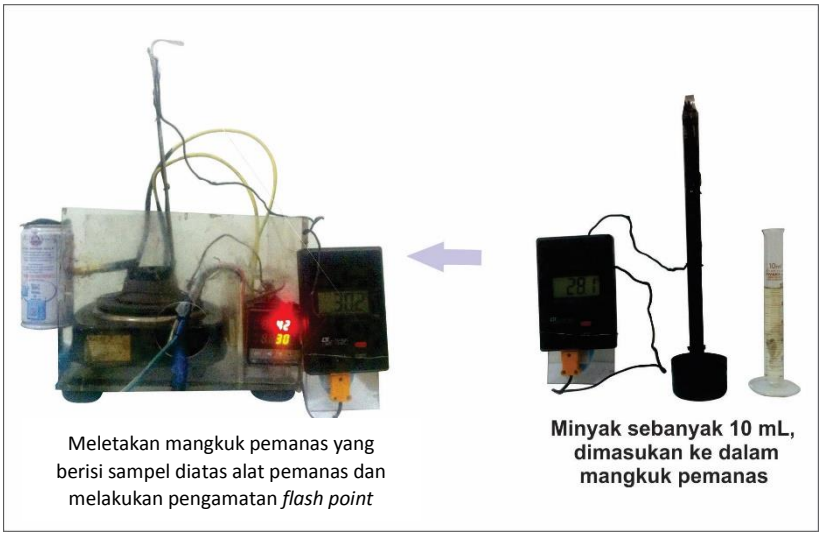
μ = Viskosiras dinamik (mPa.s)

ρ = Densitas (kg/m^3

C. Pengujian *flash point*

Flash point merupakan temperatur terendah dimana campuran senyawa dengan udara pada tekanan normal dapat menyala setelah ada percikan api. Dalam pengukuran *flash point* pada sampel yang digunakan, ada beberapa langkah yang dilakukan sebelum dan saat melakukan pengujian, yaitu:

a. mempersiapkan alat pengujian *flash point* dengan menyambungkan pada sumber listrik dan menghidupkan saklar.
b. menakar sampel biodiesel sebanyak 10 mL.
c. menempatkan sampel pada cawan.
d. memanaskan sampel hinga suhu diatas 100°C dengan menaikan temperatur pemanas secara perlahan.
e. menyalakan api pemancing, dan amati pada suhu berapa sampel mulai menyala.
f. mencatat hasil pengujian.
g. membersihkan dan merapikan alat dan tempat pengujian.
h. mengulang langkah a sampai g untuk pengujian pada sampel biodiesel lainya.

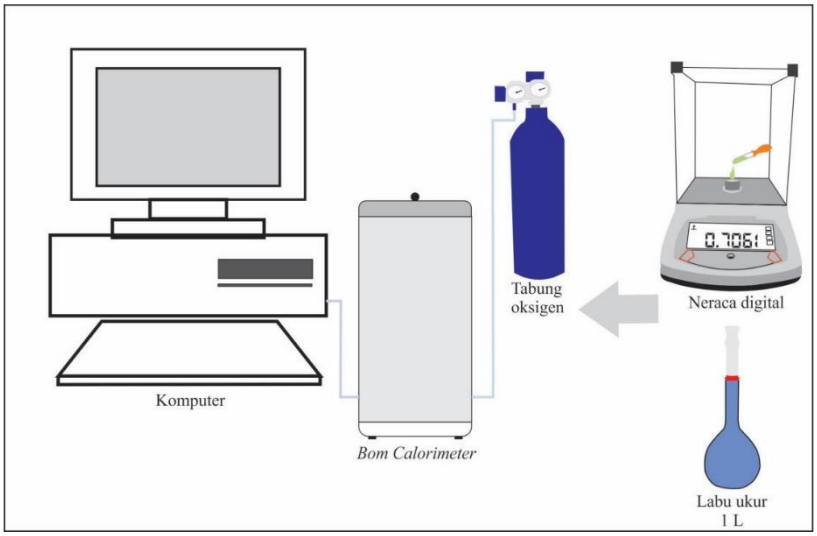


Gambar 3.5. Pengujian *flash point*

D. Penujian nilai kalor

Nili kalor merupakan suatu besaran yang menunjukan nilai energi kalor yang dihasilkan dari sutu proses pembakaran setiap satuan massa bahan bakar. Pengujian nilai kalor pada penelitian ini dilakukan dengan menyerahkan sampel biodiesel di Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta yang kemudian dilakukan pengujian nilai kalor dengan menggunakan *bomb calorimeter 6050*. Adapun tahapan pengujian nilai kalor sampel biodiesel yakni:

a. menyiapkan semua alat pengujian nilai kalor maupun sampel yang akan diujikan.
b. menimbang cawan di atas neraca digital kemudian mengkalibrasi menjadi nol, kemudian masukan sampel biodiesel kedalam cawan dan timbang sampai angka menunjukan 0,7xxx gram. Hasil penimbangan massa sampel maupun nama sampel akan menjadi data *input* pada *software* pada komputer yang tersambung dengan *bomb calorimeter 6050.*
c. meletakan cawan kedalam tabung silinder alat pengujian nilai kalor kemudian masukan air sebanyak satu liter (sebagai pendingin) kedalam wadah pada alat uji nilai kalor, kemudian masukan tabung silinder kedalam alat uji nilai kalor.
d. memasukan data *input* pada *software* dan menjalankan alat pengujian nilai kalor, tunggu sampai proses selesai.
e. mencatat hasil dari pengujian nilai kalor yang ditampilkan pada layar komputer. Mengambil cawan pada tabung silinder kemudian membuang air pendingin yang telah digunakan dan mengganti dengan air yang baru.
f. mengulangi tahapan pengujian dari point a. sampai e. untuk sampel berikutnya. Setelah selesai rapikan dan bersihkan peralatan maupun ruangan yang digunakan.



Gambar 3.6. Pengujian nilai kalor (Kalorimeter bom)