

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 yang dilaksanakan pada bulan Agustus-November tahun 2017.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

Penelitian ini menggunakan bahan-bahan seperti berikut:

a. minyak jarak kepyar

Pembelian minyak jarak diperoleh dari TOKO SARI bahan batik dan kimia, Jalan Brigjen Katamso, Yogyakarta.

b. minyak nyamplung

Pembelian minyak nyamplung diperoleh dari Koprasi Jarak Lestari, Kecamatan Kroya, Kabupaten Cilacap, Jawa Tengah.

c. metanol

Jumlah berlebih metanol diperlukan untuk pereaksi *esterifikasi* maupun *transesterifikasi* sebagai mengikat lemak yang terkandung dalam minyak jarak dan minyak nyamplung supaya terjadi endapan. Metanol diperoleh dari toko bahan kimia. Sifatnya adalah mudah terbakar dan menguap.



Gambar 3.1. Metanol

d. asam fosfat

Dalam penelitian ini asam fosfat yang digunakan adalah dalam bentuk cair, dipakai dalam proses *degumming* yang berfungsi memisahkan lendir atau getah dan zat-zat pengotor lainnya.

e. asam sulfat

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

f. NaOH

Katalis yang digunakan ialah NaOH dalam bentuk padat (kepingan) yang memiliki fungsi untuk mempercepat reaksi.



Gambar 3.2 NaOH (*Kalium Hidroksida*)

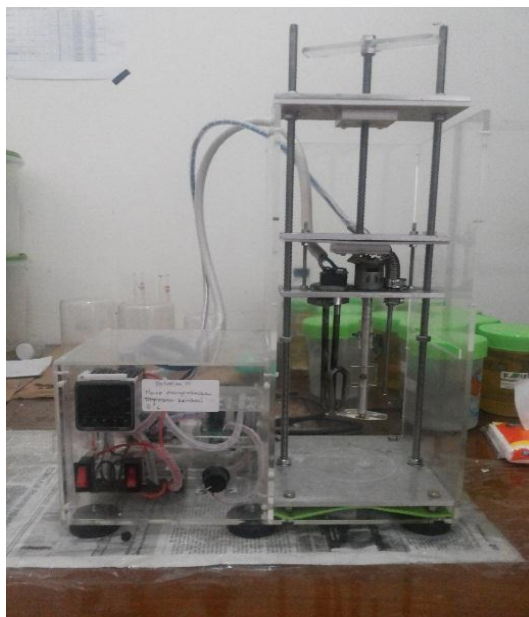
g. air

Air digunakan dalam proses pencucian setelah proses *degumming*, *esterifikasi*, maupun *transesterifikasi*. Fungsi air disini ialah sebagai pemisahan biodiesel dari kotoran sisa katalis dan sisa metanol.

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

a. alat pencampur dan alat pembuatan biodiesel

Alat pencampur atau pembuatan biodiesel digunakan untuk mencampur dan membuat biodiesel dengan bahan baku minyak jarak dan minyak nyamplung menggunakan gelas ukur 1000 mL.



Gambar 3.3 Alat pencampur dan alat pembuatan biodiesel

b. *hot plate* (kompor listrik)

Hot plate digunakan untuk memanaskan sampel dengan gelas ukur



Gambar 3.4 *Hot plate* (kompor listrik)

c. 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.



Gambar 3.5 Neraca digital

d. alat uji *flash point*

Alat ini digunakan untuk mengetahui titik nyala pada sampel yang telah dibuat.



Gambar 3.6 Alat uji *flash point*.

e. alat uji viskositas (Viskometer)

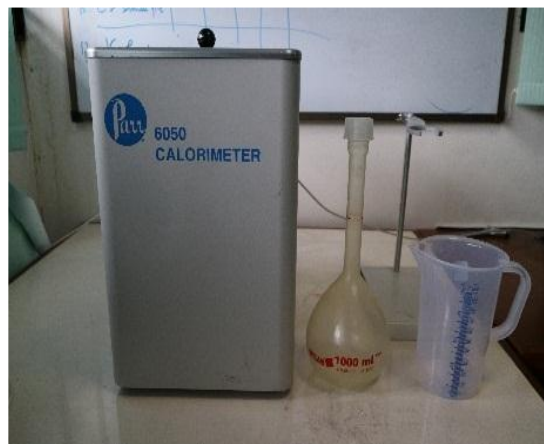
Alat uji ini berfungsi untuk mengetahui kekentalan bahan baku maupun biodiesel.



Gambar 3.7 Alat uji viskositas NDJ 8S

f. alat uji nilai kalor

Alat ini berfungsi untuk mengetahui besar kecilnya nilai kalor pada suatu sampel.



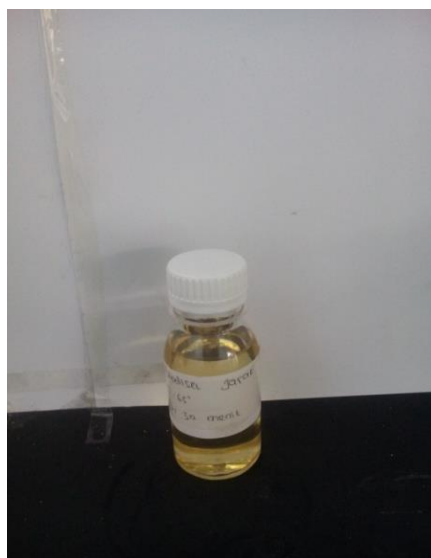
Gambar 3.8 Alat uji nilai kalor (*Calorimeter bomb*)

g. wadah plastik

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



Gambar 3.9. Wadah plastik 1000 ml



Gambar 3.10. Wadah plastik 40 ml

h. gelas ukur

Gelas ukur yang digunakan ada dua jenis yaitu gelas ukur 10 mL dan 50 mL. Gelas ukur 10 mL digunakan untuk mengukur banyaknya bahan campuran katalis 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 3.11. Gelas ukur

i. gelas ukur beker

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



Gambar 3.12. Gelas beker

j. termometer air raksa

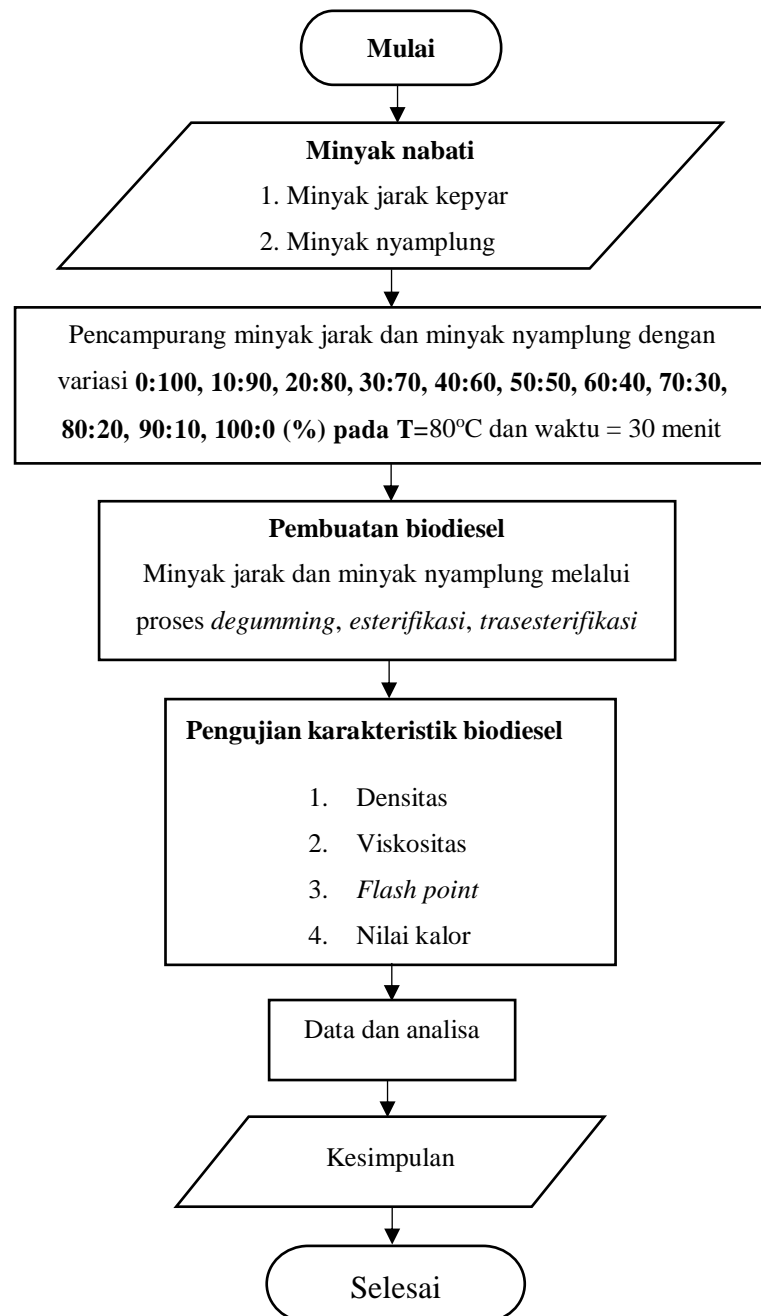
Termometer ini digunakan untuk mengukur temperatur sampel.



Gambar 3.13 Termometer air raksa

3.3. Tahap Penelitian

Tahap pertama yang dilakukan dalam penelitian ini mulai dari menganalisis bahan baku untuk mengetahui kandungan asam lemak jenuh dan asam lemak bebas dari hasil uji lab di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) UGM. Selanjutnya melakukan pemurnian minyak dengan proses *degumming*, *esterifikasi* dan *transesterifikasi* untuk menghasilkan biodiesel. Tahapan penelitian ini dapat dilihat pada diagram alir penelitian berikut:



Gambar 3.14 Diagram alir penelitian

3.4. Proses Pembuatan Sampel Campuran Biodiesel

Sebelum dilakukannya proses pembuatan biodiesel minyak dicampur terlebih dahulu, guna untuk mendapatkan komposisi campuran yang baik. Berikut merupakan tabel komposisi campuran

Tabel 3.1. Variasi pembuatan sampel

No	Sampel	Variasi komposisi campuran (%)		Suhu pencampuran (°C)	Lama pencampuran (menit)
		Minyak jarak (%)	Minyak nyamplung (%)		
1	BJ 100	-	100	80	30
2	BJ 10:BN 90	10	90		
3	BJ 20:BN 80	20	80		
4	BJ 30:BN 70	30	70		
5	BJ 40:BN 60	40	60		
6	BJ 50:BN 50	50	50		
7	BJ 60:BN 40	60	40		
8	BJ 70:BN 30	70	30		
9	BJ 80:BN 20	80	20		
10	BJ 90:BN 10	90	10		
11	BN 100	100	-		

Keterangan:

BJ = Biodiesel Jarak Kepyar

BN = Biodiesel Nyamplung

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

- a. mempersiapkan alat yang akan digunakan untuk proses pembuatan sampel.
- b. mengukur volume perbandingan biodiesel antara minyak jarak kepyar dan nyamplung yang akan dicampur ke dalam gelas beker.
- c. gelas beker yang sudah terisi campuran minyak jarak kepyar dan nyamplung kemudian diletakkan 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 pencampuran dilakukan selama 30 menit dengan suhu 80°C.
- g. sebelum dimatikan, suhu pemanas diturunkan di bawah suhu ruangan dan rasio kecepatan putaran pengaduk dikurangi. Setelah itu matikan saklar

- pemanas dan pengaduk, angkat gelas beker kemudian tunggu sampai dingin minyak yang berada didalam gelas beker.
- h. setelah proses pencampuran selesai dan biodiesel menjadi dingin, masukan biodiesel ke dalam wada plastik berukuran 100 mL dan 1000 mL.
 - i. ulangi langkah-langkah pembuatan sampel untuk proses pembuatan sampel berikutnya.

3.5. Proses pembuatan biodiesel

Berikut merupakan tabel pembuatan biodiesel dengan temperature 60°C dan lama pengadukan 60 menit.

Tabel 3.2. Variasi pembuatan biodiesel

No	Sampel	Variasi komposisi campuran (%)		Suhu pencampuran (°C)	Lama pengadukan (menit)
		Minyak jarak (%)	Minyak nyamplung (%)		
1	BJ 100	-	100	60	60
2	BJ 10:BN 90	10	90		
3	BJ 20:BN 80	20	80		
4	BJ 30:BN 70	30	70		
5	BJ 40:BN 60	40	60		
6	BJ 50:BN 50	50	50		
7	BJ 60:BN 40	60	40		
8	BJ 70:BN 30	70	30		
9	BJ 80:BN 20	80	20		
11	BN 100	100	-		

Keterangan:

BJ = Biodiesel Jarak Kepyar

BN = Biodiesel Nyamplung

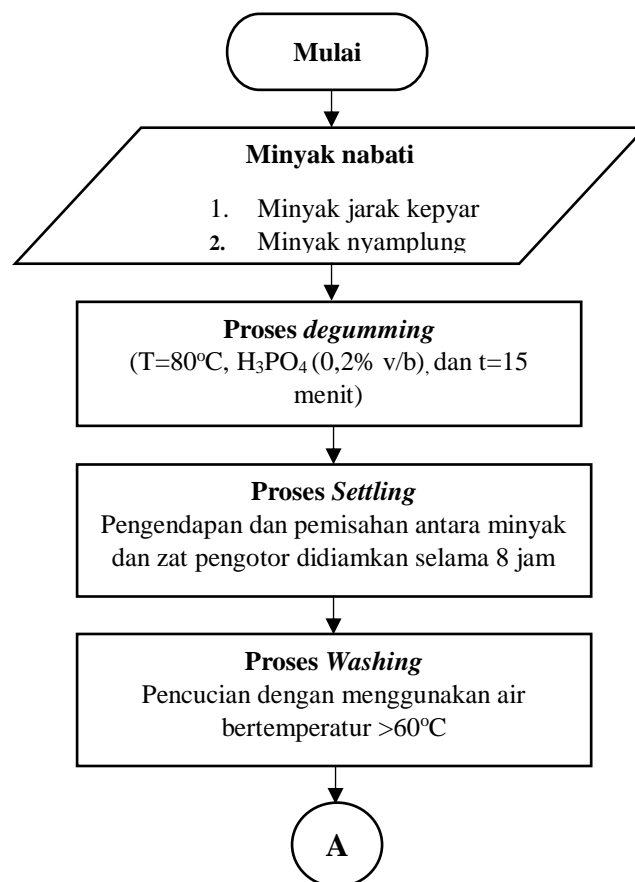
Adapun tahapan-pahapan proses pembuatan biodiesel yang dilakukan ialah:

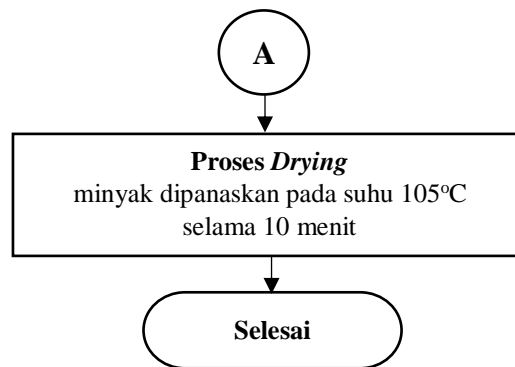
A. *Deguming*

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 tersisa (Hasibuan dkk., 2013).



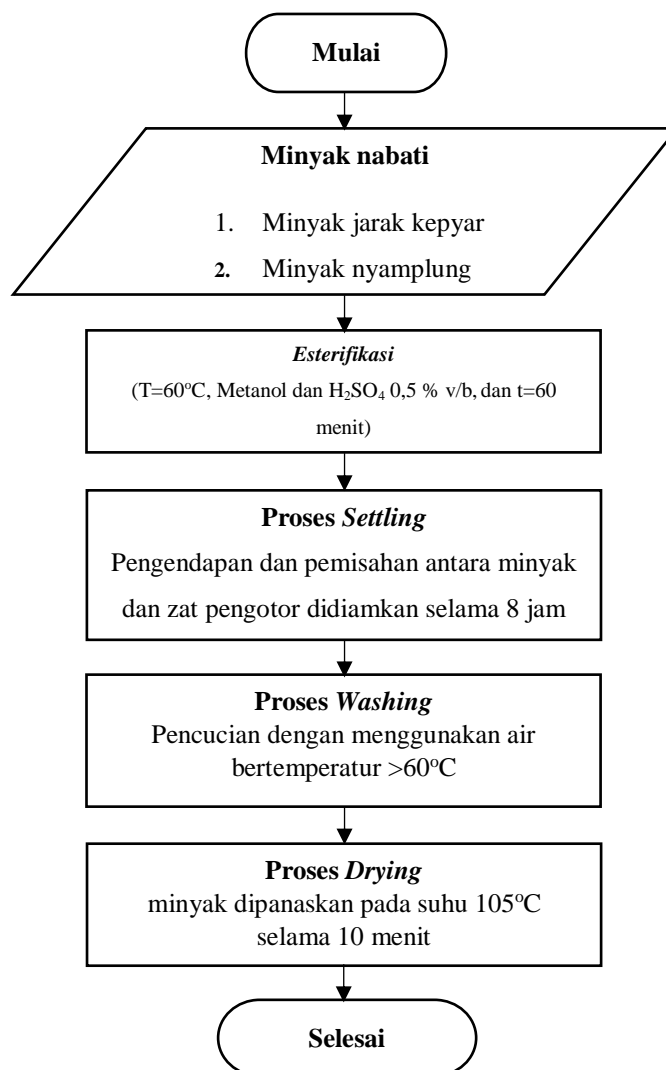


Gambar 3.15. Diagram alir proses *degumming* minyak jarak dan minyak nyamplung

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 60 menit pada suhu 60°C (Budiman dkk., 2017). Minyak hasil *esterifikasi* dimasukkan ke dalam 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.

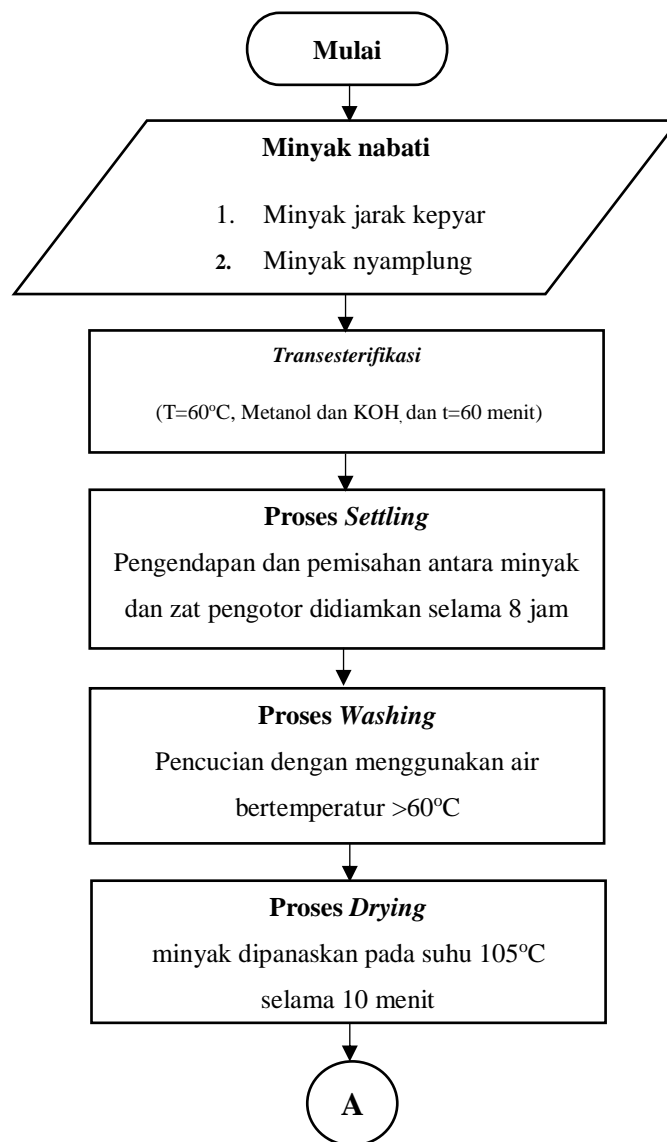


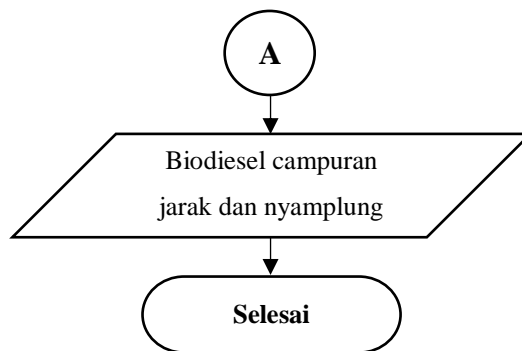
Gambar 3.16. Diagram alir proses *esterifikasi* minyak jarak dan minyak nyamplung

C. *Transesterifikasi*

Minyak nyamplung yang sudah melalui *esterifikasi* maupun minyak jarak kepyar kemudian dilakukan proses *transesterifikasi*. Proses *transesterifikasi* dimulai dengan melarutkan metanol 15% (v/b) dan KOH 1% (v/b), kemudian ditambahkan dalam minyak pada wadah pemanas suhu 60°C selama 60 menit. Hasil Dalam proses *transesterifikasi* berupa biodiesel dan gliserol 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.





Gambar 3.17. Diagram alir proses *transesterifikasi* minyak jarak dan minyak nyamplung.

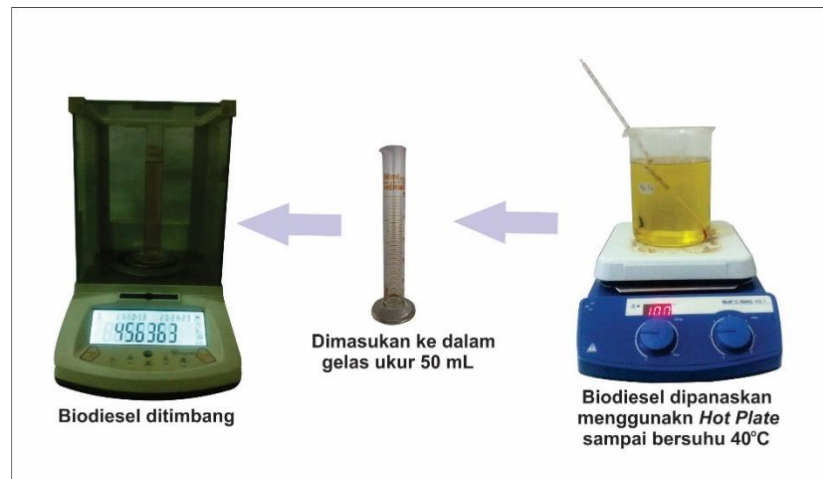
3.6. Pengujian karakteristik biodiesel

Metode pengujian karakteristik biodiesel dilakukan dengan 11 variasi komposisi. Sampel yang telah selesai dibuat kemudian dilakukan pengambilan data dengan melakukan pengukuran, densitas, viskositas, *flash point*, dan nilai kalor.

A. Pengujian densitas

Pengukuran nilai densitas pada setiap sampel dilakukan dengan langkah-langkah sebagai 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, lalu mencatat hasil biodiesel yang telah ditimbang.
- f) mengangkat gelas ukur dari neraca digital, dan kemudian dibersihkan.
- g) mengulangi langkah di atas untuk pengujian sampel yang lain.



Gambar 3.18. Pengujian densitas

Perhitungan:

Secara matematik massa jenis dinyatakan dengan persamaan:

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

keterangan:

ρ = massa jenis air (kg/m^3)

m = massa benda (kg)

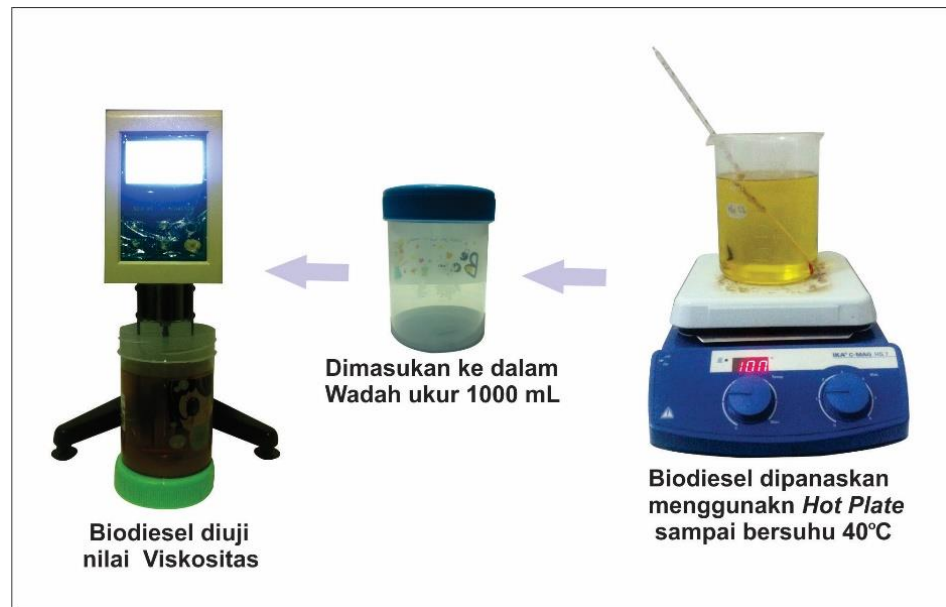
v = volume benda (m^3)

B. Pengujian viskositas

Pengukuran viskositas menggunakan alat viskometer tipe *Cone/Plate*. Dimana prinsip kerjanya adalah dengan meletakkan 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 sesuai 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 di tempat yang terhindar dari guncangan, gangguan elektromagnetik, gas atau fluida yang bersifat korosif, dan memastikan viskometer tidak dalam keadaan miring dengan melihat *waterpass* yang ada dibagian atas viskometer.
- c) menyiapkan *hotplate* (kompor listrik) dengan memasang kabel *power* dari soket ke *hotplate*. Memposisikan *hotplate* di bawah viskometer, sehingga *hotplate* berfungsi sebagai pemanas minyak sekaligus sebagai dasar sampel biodiesel yang akan dikukur viskositasnya.
- d) memposisikan *termocouple* sedekat mungkin dengan rotor sebagai sensor suhu, harapannya hasil pengukuran lebih valid.
- e) setelah semua siap langkah selanjutnya posisikan rotor kedalam toples yang berisi sampel biodiesel dengan cara menurunkan posisi viskometer menggunakan *lifting knob* pada bagian penyangga.
- f) menyambungkan kabel viskometer pada sumber listrik, kemudian menyalakan viskometer dengan menekan tombol *power* pada bagian belakang viskometer.
- g) menyesuaikan jenis rotor yang dipakai dan kecepatan putaran rotor dengan menggunakan panel kontrol.
- h) mengatur kecepatan putaran rotor 12 rpm dan menggunakan rotor 1.
- i) setelah suhu yang dikehendaki tercapai kemudian mematikan *hotplate* dan menjalankan viskometer dengan menekan tombol (OK).
- j) menunggu sampai proses pengukuran selesai, kemudian mengkalibrasi.
- k) mencatat hasil pembacaan viskometer yang ditampilkan pada *display* berupa *output* viskometer, *percent* pembacaan viskometer.

- l) setelah selesai matikan alat, kemudian membersihkan area pengujian viskositas.
- m) mengulang langkah e sampai l untuk pengujian pada sampel biodiesel lainnya.



Gambar 3.19. Pengujian viskositas

Perhitungan:

Secara matematik massa jenis dinyatakan dengan persamaan:

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

Keterangan:

v = Viskositas kinematik (cSt)

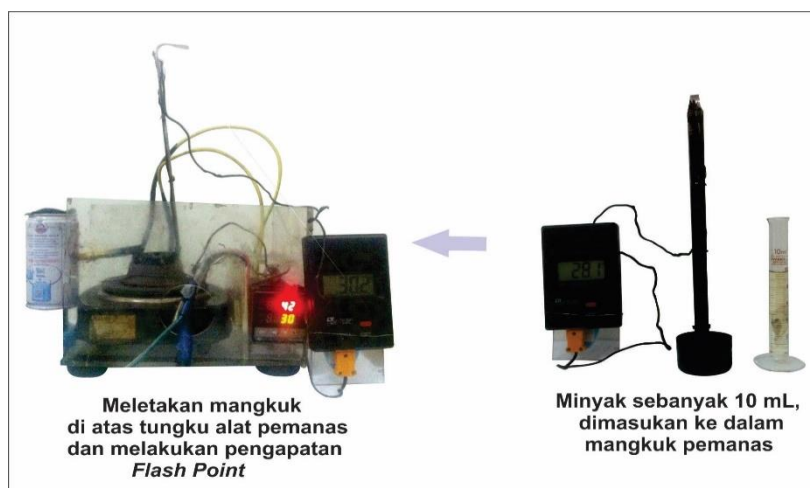
μ = Viskositas dinamik (mPa.s)

ρ = Densitas (kg/m^3)

C. Pengujian *flash point*

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 hingga suhu diatas 100°C dengan menaikkan 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 lainnya.

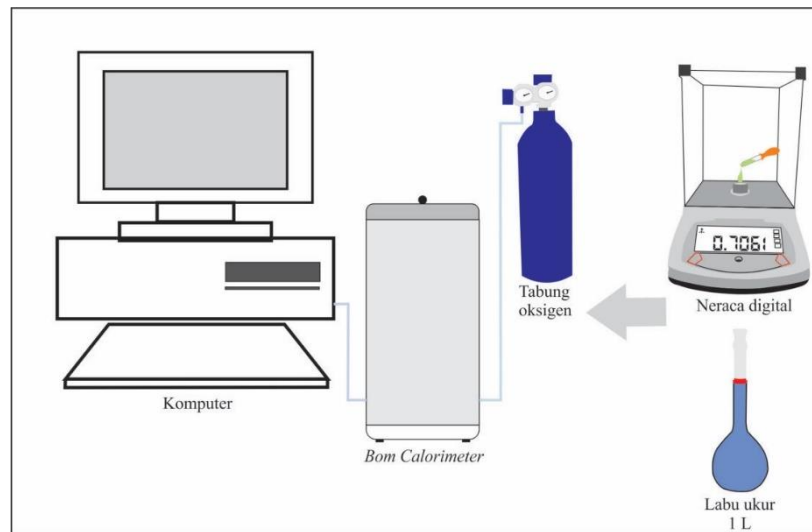


Gambar 3.20. Pengujian *flash point*

D. Pengujian nilai kalor

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 ke dalam cawan dan timbang sampai angka menunjukkan 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) meletakkan cawan ke dalam tabung silinder alat pengujian nilai kalor kemudian masukan air sebanyak satu liter (sebagai pendingin) ke dalam wadah pada alat uji nilai kalor, kemudian masukan tabung silinder ke dalam 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 3.21. Pengujian nilai kalor (Kalorimeter bom)

