

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Bahan Penelitian

1. Cangkang kelapa sawit

Limbah cangkang kelapa sawit yang digunakan untuk penelitian dari spesies yang sama, yang berasal dari daerah Pandeglang Banten. Limbah cangkang sawit sudah dicacah dengan ukuran rata-rata 1 cm. Penampakan cangkang sawit dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Limbah cangkang kelapa sawit

2. Plastik kresek

Bahan plastik yang digunakan untuk penelitian yaitu jenis plastik kresek yang sering dijumpai pada masyarakat. Plastik kresek yang digunakan dengan jenis yang sama yakni *low-density polyethylene* (LDPE) berwarna hitam. Guna mengoptimalkan bahan plastik kresek pada proses pirolisis dilakukan pencacahan menjadi ukuran rata-rata 4 cm. Plastik kresek yang sudah dicacah dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Plastik kresek

3. Katalis CaO dan zeolit alam

Katalis yang digunakan untuk penelitian yaitu katalis CaO dan zeolit alam. Jenis katalis ini memiliki harga relatif murah (per kilogram) dan melimpah di alam sehingga mudah didapatkan. Kedua katalis ini dibeli dari toko Bratachem Kimia Yogyakarta. Penampakan katalis CaO dan zeolit alam ditunjukkan pada Gambar 3.3.



(a)



(b)

Gambar 3.3. (a) Katalis CaO, (b) Katalis zeolit alam

3.2. Alat Penelitian

Alat pirolisis yang digunakan pada penelitian ini adalah reaktor tipe *fixed-bed*. Alat ini berada di Laboratorium Pembangkit Daya, Program Studi Teknik Mesin, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Penampakan dari alat ini dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Alat pirolisis reaktor tipe *fixed-bed*

Komponen-komponen yang digunakan sebagai penunjang alat pirolisis yaitu:

1. *Control panel* listrik

Digunakan sebagai kontrol pengoperasian alat pirolisis.



Gambar 3.5. *Control panel* listrik

2. *Thermocontroller*

Digunakan untuk mengatur temperatur yang akan digunakan pada proses pirolisis.



Gambar 3.6. *Thermocontroller*

3. *Thermocouple tipe K*

Digunakan untuk mengetahui besarnya temperatur di dalam reaktor.



Gambar 3.7. *Thermocouple tipe K*

4. Dua buah pemanas listrik (*heater*)

Digunakan untuk memberi pemanasan pada proses pirolisis yang bersumber dari aliran listrik.



Gambar 3.8. (a) *Heater tubular*, (b) *Heater spiral*

Peralatan eksternal lain yang digunakan sebagai penunjang alat pirolisis meliputi:

- | | |
|------------------------|------------------------|
| 1. Pompa akuarium | 5. Alat tulis |
| 2. Selang pengalir air | 6. Gunting |
| 3. Ember | 7. Kunci-kunci bengkel |
| 4. Gelas ukur | 8. Botol 350 ml |

Alat yang digunakan sebagai pengujian sifat fisik dan kimia dari produk *pyrolytic oil* diantaranya:

1. Alat uji densitas
 - a. Timbangan digital

Digunakan untuk mengukur massa dari gelas ukur kosong dan gelas ukur terisi dengan *pyrolytic oil*.



Gambar 3.9. Timbangan digital

b. Gelas ukur kapasitas 30 ml

Digunakan sebagai wadah penampung *pyrolytic oil* untuk dilakukan penimbangan massa.



Gambar 3.10. Gelas ukur 30 ml

2. Alat uji nilai keasaman (pH meter)

Alat ini untuk mengetahui tingkat kadar keasaman dari *pyrolytic oil*, dimana spesifikasi alat akan ditunjukkan pada Tabel 3.1.



Gambar 3.11. Alat pH meter

Tabel 3.1. Spesifikasi alat pH meter

No.	Parameter	Nilai
1.	Operasional kadar pH	0,0 s.d 14,0
2.	Suhu operasi	0 s.d 50 °C
3.	Ukuran ketepatan	0,1
4.	Dimensi (p x l x t)	150 x 30 x 15 mm

3. Alat uji viskositas (viskometer)

Alat ini untuk mengukur nilai kekentalan (viskositas) dari *pyrolytic oil*, dimana spesifikasi alat ditunjukkan pada Tabel 3.2.



Gambar 3.12. Alat viskometer

Tabel 3.2. Spesifikasi viskometer

No.	Parameter	Nilai
1.	Berat	10,5 kg
2.	Kecepatan operasi	10 s.d 200 rpm
3.	Rentang suhu	0 s.d 40 °C
4.	Akurasi viskositas	1%

4. Alat uji nilai kalor (Bom kalorimeter)

Alat ini untuk mengetahui berapa besar nilai kalor yang terkandung dalam *pyrolytic oil*, dimana spesifikasi alat ditunjukkan pada Tabel 3.3.



Gambar 3.13. Alat bom kalorimeter

Tabel 3.3. Spesifikasi Bom Kalorimeter

No.	Parameter	Nilai
1.	Tingkat presisi instrument	0,2 %
2.	Resolusi temperatur	0,001 °C
3.	Energi maksimum kalori per tes	10
4.	Dimensi (p x l x t)	27 x 45 x 42 cm

5. Alat uji unsur senyawa kimia (GC-MS)

Alat ini untuk mengetahui ikatan unsur senyawa kimia yang terkandung pada *pyrolytic oil*, dimana spesifikasi alat GC-MS ditunjukkan pada Tabel 3.4 dan 3.5.



Gambar 3.14. Alat GC-MS

Tabel 3.4. Spesifikasi alat GC-MS

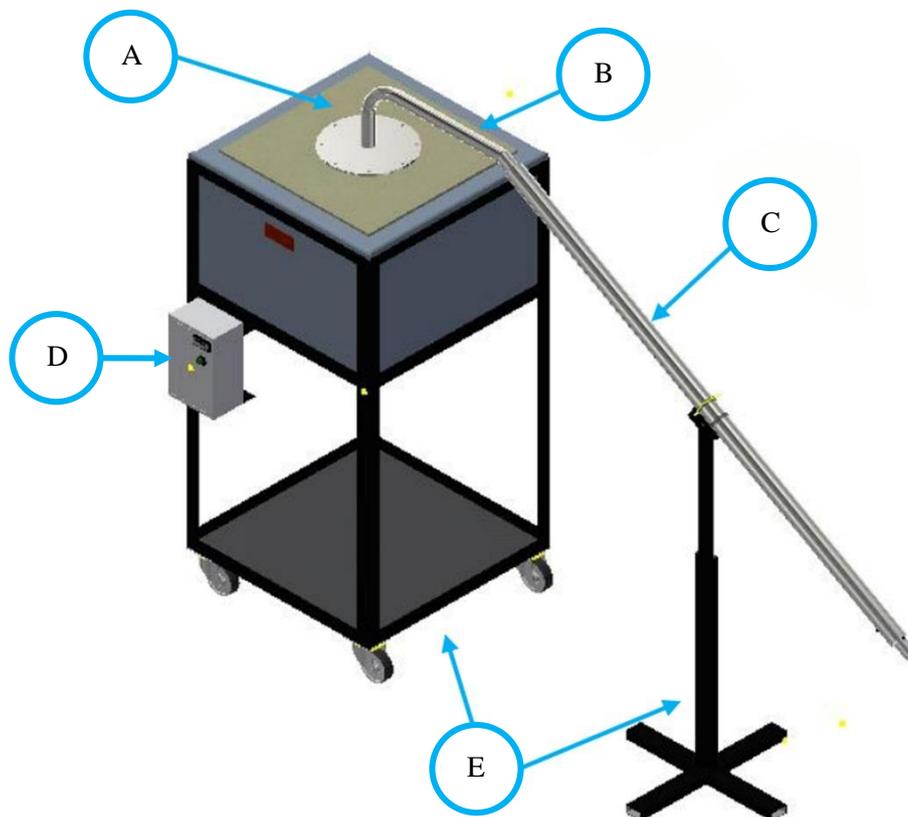
No.	Parameter	Nilai
1.	<i>Length Column</i>	30 m
2.	<i>ID Column</i>	0,25 mm
3.	<i>Film thickness Column</i>	0,25 µm
4.	Gas pembawa	Helium
5.	Pengionan (<i>Detector</i>)	EI

No.	Parameter	Nilai
6.	<i>Column Oven Temperature</i>	60 °C
7.	<i>Injection Temperature</i>	310 °C
8.	<i>Injection Mode</i>	<i>Split</i>
9.	<i>Flow Control Mode</i>	<i>Pressure</i>
10.	<i>Pressure</i>	13 kPa
11.	<i>Total Flow</i>	20,3 ml/min
12.	<i>Column Flow</i>	0,52 ml/min
13.	<i>Linear Velocity</i>	26,3 cm/s
14.	<i>Purge Flow</i>	3 ml/min
15.	<i>Split Ratio</i>	32,3

Tabel 3.5. GC-MS program

No.	Parameter	Nilai
GC Program		
1.	<i>Ion Source Temperature</i>	250,00 °C
2.	<i>Interface Temperature</i>	305,00 °C
3.	<i>Solvent Cut Time</i>	1,60
4.	<i>Detector Gain</i>	+0.00 kV
5.	<i>Threshold</i>	0
MS Program		
1.	<i>Start Time</i>	1,80
2.	<i>End Time</i>	90,00
3.	<i>ACQ Mode</i>	<i>Scan</i>
4.	<i>Event Time</i>	0,50
5.	<i>Scan Speed</i>	1250
6.	<i>Start m/z</i>	28
7.	<i>End m/z</i>	600,00
8.	<i>Sample Inlet Unit</i>	GC

Skema komponen utama dari alat pirolisis tipe *fixed-bed* ditunjukkan pada Gambar 3.15.

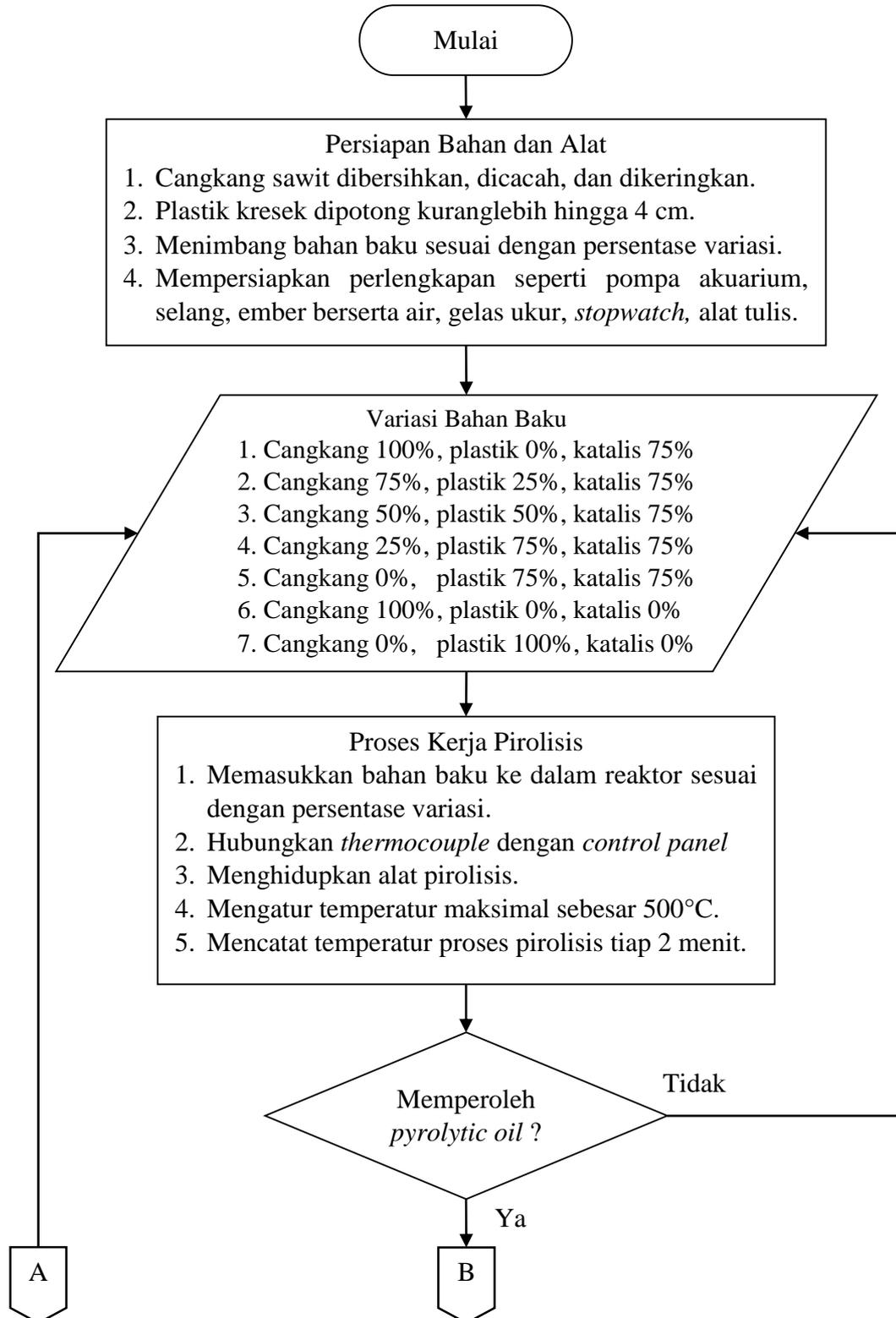


Gambar 3.15. Skema komponen utama alat pirolisis tipe *fixed-bed*

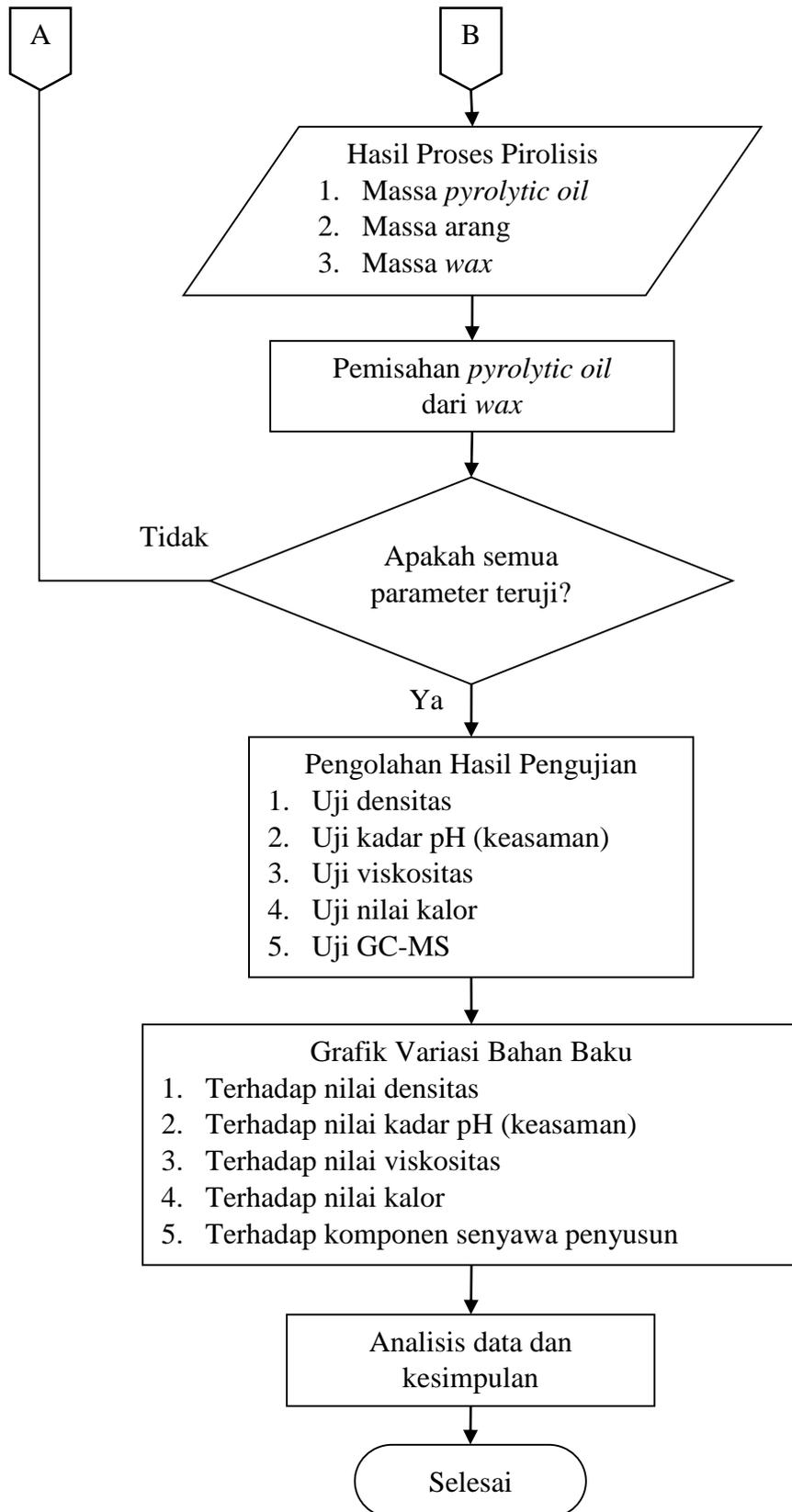
Tabel 3.6. Keterangan komponen alat pirolisis

Bagian	Komponen	Fungsi
A.	Reaktor pirolisis	Penampungan bahan baku
B.	Pipa sirkulasi minyak	Sebagai jalur minyak
C.	<i>Condenser</i>	Sebagai pendingin (kondensat)
D.	Kotak panel listrik	Pengoperasian alat
E.	Kerangka	Penyangga alat

3.3. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.16. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.16. Diagram Alir Penelitian (Lanjutan)

3.4. Prosedur Penelitian

Berdasarkan diagram alir penelitian yang sudah disebutkan, untuk rincian kegiatan penelitian dapat dijelaskan dalam beberapa bagian berikut ini:

3.4.1. Persiapan Bahan dan Alat

Tahapan awal untuk persiapan bahan cangkang sawit yakni dilakukan proses pemisahan antara cangkang sawit dengan biji sawit. Jika proses pemisahan selesai, cangkang sawit dibersihkan untuk menghilangkan sisa-sisa tanah atau kotoran yang menempel. Dengan dilakukannya proses ini dapat menghilangkan faktor pengotor yang dapat menghambat proses pirolisis. Selanjutnya tahap yang terakhir ialah proses pengeringan, cangkang sawit kemudian dijemur di bawah sinar matahari selama dua jam. Proses tersebut dimaksudkan untuk mengurangi kadar air yang terkandung pada cangkang sawit. Setelah proses persiapan selesai kemudian cangkang sawit dikumpulkan di karung penampung.

Tahapan untuk persiapan bahan plastik yaitu hanya dilakukan proses pemotongan secara manual menggunakan gunting, dengan ukuran rata-rata 4 cm. Setelah proses pemotongan selesai, plastik dikumpulkan di wadah penampung. Katalis yang digunakan yaitu CaO dan zeolit alam. Untuk persiapan kedua katalis tersebut hanya perlu ditimbang sesuai prosedur penelitian yakni 75% (sejumlah 225 gr). Jika sudah ditimbang, kedua katalis dicampur hingga merata dan katalis siap digunakan untuk penelitian. Apabila bahan baku serta katalis telah siap digunakan, sebelum dilakukan percobaan pirolisis, kedua bahan baku ditimbang terlebih dahulu sesuai dengan prosedur persentase campuran sebagai berikut:

1. Persentase campuran yang pertama adalah cangkang sawit 0% dan plastik 100%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 0 g, sedangkan plastik yang digunakan sebanyak 300 g, dan katalis 75% sejumlah 225 g dengan komposisi CaO sebanyak 112,5 g dan zeolit alam sebanyak 112,5 g.
2. Persentase campuran yang ke dua adalah cangkang sawit 25% dan plastik 75%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 75 g, sedangkan plastik yang digunakan sebanyak 225 g, dan

katalis 75% sejumlah 225 g dengan komposisi CaO sebanyak 112,5 g dan zeolit alam sebanyak 112,5 g.

3. Persentase campuran yang ke tiga adalah cangkang sawit 50% dan plastik 50%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 150 g, sedangkan plastik yang digunakan sebanyak 150 g, dan katalis 75% sejumlah 225 g dengan komposisi CaO sebanyak 112,5 g dan zeolit alam sebanyak 112,5 g.
4. Persentase campuran yang ke empat adalah cangkang sawit 75% dan plastik 25%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 225 g, sedangkan plastik yang digunakan sebanyak 75 g, dan katalis 75% sejumlah 225 g dengan komposisi CaO sebanyak 112,5 g dan zeolit alam sebanyak 112,5 g.
5. Persentase campuran yang ke lima adalah cangkang sawit 100% dan plastik 0%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 300 g, sedangkan plastik yang digunakan sebanyak 0 g, dan katalis 75% sejumlah 225 g dengan komposisi CaO sebanyak 112,5 g dan zeolit alam sebanyak 112,5 g.
6. Persentase campuran yang ke enam adalah cangkang sawit 100% dan plastik 0%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 300 g, sedangkan plastik yang sebanyak 0 g. Persentase ini tidak menggunakan campuran katalis.
7. Persentase campuran yang ke tujuh adalah cangkang sawit 0% dan plastik 100%. Pada persentase ini bahan baku cangkang sawit yang digunakan sebanyak 0 g, sedangkan plastik yang sebanyak 300 g. Persentase ini tidak menggunakan campuran katalis.

Setelah persiapan bahan dilakukan, bahan dimasukkan ke dalam reaktor dan ditutup dengan rapat sehingga udara tidak masuk. Langkah selanjutnya yakni pemasangan selang air serta pompa akuarium pada komponen *condenser*, kemudian isi ember dengan air, yang terakhir letakkan gelas ukur tepat di bawah ujung pipa sirkulasi sebagai wadah penampung *pyrolytic oil*.

3.4.2. Proses Pirolisis

Pada tahapan proses pirolisis ini guna memproduksi *pyrolytic oil* yang dilakukan di Laboratorium Pembangkit Daya Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Setelah reaktor telah disiapkan, atur temperatur maksimal sebesar 500°C. Selanjutnya dilakukan proses pemanasan terlebih dahulu mencapai temperatur 300°C pada ruang dimana reaktor diletakkan. Ketika suhu sudah mencapai 300°C, reaktor yang telah siap kemudian diletakkan pada letaknya dan alat (*heater*) mulai dioperasikan. Proses pirolisis ini berlangsung cukup lama yakni kurang lebih 1 jam, yang dimana temperatur akan dicatat tiap 2 menit beroperasi.

Hasil pirolisis berupa *pyrolytic oil* dan gas akan keluar dari pipa sirkulasi. Pada pipa tersebut gas yang dapat terkondensasi akan berubah fase menjadi *pyrolytic oil* yang kemudian turun menuju wadah penampungan. Gas yang tidak dapat terkondensasi juga akan keluar dari pipa sirkulasi.

3.4.3. Pengujian *Pyrolytic oil*

Produk *pyrolytic oil* yang diperoleh dari proses pirolisis, pada prosedur ini dilakukan pengujian dari karakteristik fisik dan kimia dari *pyrolytic oil* yang meliputi massa jenis (densitas), kekentalan (viskositas), kadar pH (keasaman), nilai kalor, dan senyawa unsur kimia. Untuk pengujian densitas dan kadar pH dilakukan secara mandiri, pengujian nilai kalor dilakukan di laboratorium milik Prodi Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, sedangkan pengujian senyawa unsur kimia dilakukan di laboratorium milik Fakultas MIPA Universitas Islam Indonesia.

3.4.4. Analisis Data dan Kesimpulan

Setelah hasil yang diperoleh dari pengujian yang dilakukan, selanjutnya diolah serta dianalisis guna mengetahui sifat karakteristik fisik maupun kimia yang terkandung dalam *pyrolytic oil* dan buat kesimpulan terkait penelitian yang telah dilakukan.

3.4.5. Variasi Data Sampel

Tabel 3.7. Persentase penambahan plastik terhadap cangkang sawit

Variasi ke	Persentase penambahan plastik (%)	Bahan		Katalis	
		Cangkang sawit (g)	Plastik kresek (g)	CaO (g)	Zeolit alam (g)
1.	0	300	0	112,5	112,5
2.	25	225	75	112,5	112,5
3.	50	150	150	112,5	112,5
4.	75	75	225	112,5	112,5
5.	100	0	300	112,5	112,5
6.	0a	300	0	0	0
7.	100a	0	300	0	0

3.4.6. Metode Pengambilan Data

1. Mengukur Kuantitas dan Densitas *Pyrolytic oil*

Mengukur persentase kuantitas dari *pyrolytic oil* dengan menginput data yang diperoleh (jumlah *pyrolytic oil* dan arang) dan dihitung menggunakan persamaan 3.1 sampai 3.4.

$$\text{Massa gas} = \text{massa bahan baku} - (\text{massa } \textit{pyrolytic oil} + \text{massa arang}) \dots\dots\dots (3.1)$$

$$\text{Kuantitas } \textit{pyrolytic oil} = (\text{massa } \textit{pyrolytic oil} / \text{massa bahan baku}) \times 100\% \dots\dots (3.2)$$

$$\text{Kuantitas arang} = (\text{massa arang} / \text{massa bahan baku}) \times 100\% \dots\dots\dots (3.3)$$

$$\text{Kuantitas gas} = (\text{massa gas} / \text{massa bahan baku}) \times 100\% \dots\dots\dots (3.4)$$

Pengujian nilai densitas dilakukan di Laboratorium Pembangkit Daya, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Alat yang digunakan untuk mengukur densitas yaitu timbangan digital dan gelas ukur 30 ml.

Cara kerja:

- a. Timbang massa gelas ukur kosong (m_o) terlebih dahulu dengan timbangan digital, didapatkan $m_o = 26,1$ g.
- b. Mengisi gelas ukur yang kosong dengan sampel *pyrolytic oil* sampai 30 ml pada masing-masing variasi persentase.

- c. Timbang kembali massa gelas ukur berisi sampel *pyrolytic oil* (*m*).
- d. Hitung dengan persamaan 3.6 dan catat hasil data.

2. Menguji Viskositas *Pyrolytic oil*

Pengujian nilai viskositas dilakukan di Laboratorium Fakultas Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian (FTPHP), Universitas Gadjah Mada. Alat untuk uji viskositas disebut viskometer. Viskometer tersebut diproduksi dari salah satu perusahaan USA yang bernama *Brookfield Engineering Laboratories, Inc.* Banyak jenis-jenis viskometer yang diproduksi, di Laboratorium FTPHP UGM menggunakan viskometer jenis *Brookfield DV-II+Pro*.

Cara kerja:

- a. Sampel *pyrolytic oil* diletakkan dalam gelas beker dengan volume 75 ml.
- b. Celupkan *spindle* hingga terendam di dalam *pyrolytic oil*.
- c. Persiapan alat: atur kecepatan *spindle* sebesar 60 rpm dan temperatur sebesar 26,5°C (parameter *standard* dari alat).
- d. Pengoperasian alat: tekan tombol *enter* pada indikator alat, tunggu data hingga *steady*.
- e. Catat hasil data yang tertera pada indikator viskometer.
- f. Lakukan dua kali percobaan agar mendapat hasil yang valid.

3. Menguji Kadar pH *Pyrolytic oil*

Pengujian kadar pH dilakukan untuk mengetahui sifat dari *pyrolytic oil* termasuk asam, netral atau basa. Pengujian nilai viskositas dilakukan di Laboratorium Pembangkit Daya, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Alat yang digunakan untuk pengujian ini disebut *pH meter*.

Cara kerja:

- a. Isi gelas ukur dengan sampel *pyrolytic oil* sebanyak 30 ml.
- b. Larutkan *pH buffer powder* 6,9 dengan air dalam gelas plastik minuman.

- c. Kalibrasi: mencelupkan *detector* pH meter ke dalam larutan pH *buffer powder* 6,9.
- d. Apabila nilai pada indikator pH belum menunjukkan nilai 6,9 maka dilakukan kalibrasi manual dengan memutar sekrup yang berada di belakang pH meter sampai menunjukkan nilai 6,9.
- e. Setelah terkalibrasi, celupkan *detector* ke wadah sampel *pyrolytic oil* sampai terendam dan tunggu hingga *steady* kurang lebih 5 menit.
- f. Catat hasil data yang tertera pada indikator pH meter.
- g. Lakukan dua kali pengujian tiap sampel agar memperoleh data yang valid.

4. Menguji Nilai Kalor (HHV) *Pyrolytic oil*

Alat yang digunakan untuk pengujian nilai kalor yaitu bom kalorimeter. Tipe alat tersebut ialah *Parr 6050 Compensated Jacket Calorimeter*. Pada alat ini *pyrolytic oil* yang dipakai hanya sedikit.

Cara kerja:

- a. Masukkan sampel *pyrolytic oil* ke dalam wadah (*bucket*) dan timbang massa *pyrolytic oil* dengan *range* 0,70-0,72 g.
- b. Pasang sumbu sebagai pemantik pada *bucket*.
- c. *Bucket* dimasukan ke dalam bak yang telah diisi air.
- d. Pengoperasian alat menggunakan program *parr calorimeter* yang telah terinstal pada komputer.
- e. Membutuhkan waktu sekitar 10 menit untuk menguji nilai kalor tiap sampel.
- f. Catat hasil data yang ditampilkan pada program digital dengan satuan cal/g.
- g. Lakukan dua kali pengujian tiap sampel agar memperoleh data yang valid.

5. Menguji Senyawa Penyusun Kimia

Komponen senyawa unsur kimia yang terkandung pada *pyrolytic oil* dapat ditentukan menggunakan alat GC-MS. Sampel *pyrolytic oil* yang tidak diujikan hanya satu variasi yaitu persentase plastik 25%. Pengujian dilakukan oleh operator laboratorium FMIPA UII. Alat yang digunakan yakni GC-MS QP2010S

SHIMADZU. Hasil yang diperoleh ialah penggolongan senyawa-senyawa yang terkandung pada *pyrolytic oil*. Golongan senyawa tersebut diidentifikasi apakah termasuk golongan oksigenat atau hidrokarbon.

Cara kerja:

- a. Hidupkan alat GC-MS dan perangkat komputer berikut *software* yang mendukung alat tersebut.
- b. Masukkan sampel *pyrolytic oil* ke dalam vial (wadah sampel) $\pm 600 \mu\text{l}$.
- c. Menginjeksikan sampel *pyrolytic oil* pada suhu tertentu.
- d. Zat terlarut akan teradsorpsi, kemudian akan merambat dengan laju rambatan masing-masing komponen.
- e. Detektor akan mencatat sederetan sinyal yang timbul akibat perubahan konsentrasi.
- f. Melihat serta mencetak hasil pada detektor untuk keperluan berikutnya.

3.5. Tempat dan Waktu Penelitian

Waktu untuk melakukan penelitian ini terhitung mulai bulan Maret sampai dengan Juni 2018. Beberapa tempat yang digunakan untuk penelitian ini yaitu:

1. Laboratorium Pembangkit Daya, UMY. Untuk memproduksi produk cair (*pyrolytic oil*) dan menguji keasaman serta densitas dari *pyrolytic oil*.
2. Ruang Pelayanan Mahasiswa, UMY. Untuk menguji nilai kalor yang terkandung dari *pyrolytic oil*.
3. Laboratorium Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian, UGM. Untuk menguji nilai viskositas dari *pyrolytic oil*.
4. Laboratorium FMIPA, UII. Untuk menguji senyawa unsur kimia yang terkandung dalam *pyrolytic oil*.