

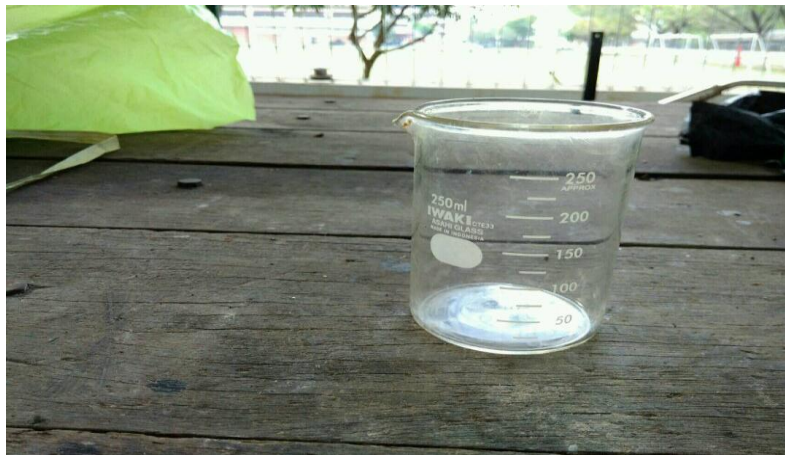
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

1. Gelas Ukur

Gelas ukur yang dipakai berkapasitas 250 ml dengan massa sebesar 126 gam, dan digunakan untuk mengukur berapa banyak *bio-oil* yang dihasilkan.



Gambar 3.1. Gelas Ukur

2. Timbangan Digital

Timbangan yang dipakai ini memiliki kapasitas beban maksimum 3000 gam dan minimum 1 gam, dan dipakai sebagai alat untuk mengukur massa biomassa, biogas, katalis, botol penampung dan gelas ukur.



Gambar 3.2. Timbangan Digital

3. Botol Penampung

Selama proses pirolisis berlangsung, botol penampung yang dipakai memiliki merk yang seragam dengan tujuan supaya massa botol tersebut memiliki nilai yang sama besar yaitu sebesar 16 gam untuk botol besar (kapasitas 600 ml), dan 10 gam untuk botol kecil (kapasitas 350 ml). Botol penampung ini berfungsi untuk menampung produk *bio-oil* yang ada.



Gambar 3.3 Botol Penampung

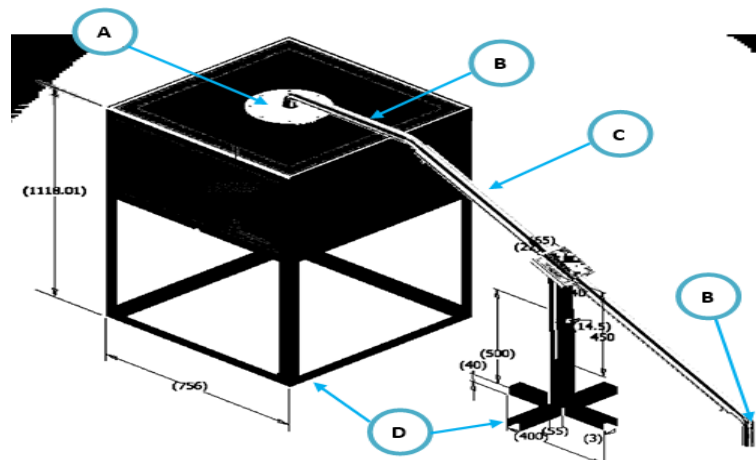
4. Pompa Aquarium

Pompa ini di beli di kawasan Pasar Satwa dan Tanaman Hias Yogyakarta (PASTY) yang berada di Yogyakarta, dan dipakai untuk memompa air dari ember yang dijadikan sebagai pendingin (*coolent*) pada saat proses pirolisis berlangsung.



Gambar 3.4. Pompa Aquarium

5. Pyrolizer



Gambar 3.5. Bagian – Bagian Pyrolizer

Bagian	Nama Bagian
A	Reaktor
B	Pipa Penyalur Produk <i>Bio-oil</i>
C	Pipa Pendingin
D	Rangka

Pada *pyrolizer ini*, posisi *heater* berada di bawah reaktor, dan posisi pipa pendingin menyatu dengan pipa penyalur produk *bio-oil* namun berbeda jalurnya.



Gambar 3.6. Pyrolizer

6. Ember

Dipakai untuk menampung air untuk dijadikan pendingin pada saat proses pirolisis berlangsung.

7. Kunci Pas

Dipakai untuk mengencangkan dan mengendorkan mur dan baut.



Gambar 3.7. Kunci Pas

8. Masker Debu.

Digunakan sebagai alat pelindung diri (*safety*) dari debu dan bau *bio-oil* yang menyengat.



Gambar 3.8. Masker Debu

9. Rolan Kabel dan Kombinasi

Dipakai untuk menambah panjang area sumber listrik.



Gambar 3.9. Rolan Kabel dan Kombinasi

10. *Handphone*

Dipakai untuk memotret selama proses pirolisis berlangsung dan dipakai untuk dijadikan *stopwatch*.

11. Alat Tulis

Dipakai untuk mencatat hal – hal yang penting selama proses pirolisis berlangsung.

12. pH Meter

pH meter digunakan untk mengukur derajat keasaman, dengan spesifikasi seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Spesifikasi pH Meter

Range Operasional pH	0,0 – 14,0
Resolusi Ketepatan	0,1
Suhu Operasi (°C)	0 - 50
Dimensi PxLxT (mm)	150 x 29 x 15



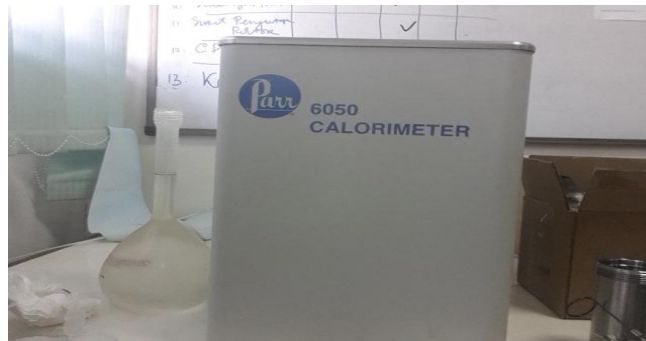
Gambar 3.10. pH Meter

13. Bom Kalorimeter

Kemudian mengukur nilai kalor menggunakan Bom Kalorimeter dengan spesifikasi seperti pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Spesifikasi Bom Kalori Meter

Model 6050 Compensated Jacket Calorimeter	
Precision Class Instrument (%)	0,2
Temperature Resolution (°C)	0,001
Calorie Maximum Energy Release Per Test	10
Linearity across operating range (%)	0,05
Dimensions PxLxT (cm)	27x45x42
Compensated Jacket calorimetry	
Removable 1110 Oxygen Vessel and Bucket	
4-6 tests per hour	
USB Port for PC Interface	
Updates via the Internet	
Operator time per test is approximately 8 minutes in Dynamic mode or 12 minutes in Equilibrium mode	



Gambar 3.11. Bom Kalorimeter Milik Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

14. Alat GC-MS

Pengujian GC-MS digunakan untuk mengetahui susunan senyawa yang terkandung dalam *bio-oil*. Alat GC-MS memiliki spesifikasi seperti pada Tabel 3.3 dan 3.4.

Tabel 3.3. Spesifikasi Mesin GC-MS

GCMS-QP2010S SHIMADZU	
Kolom	AGILENT HP 5MS
Panjang	30 meter
ID	0,25 mm
Film	0,25 μm
Gas pembawa	Helium
Pengionan	EI
70 Ev	
[GC-2010]	
Column Oven Temp ($^{\circ}\text{C}$)	60,0
Injection Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	310,00
Injection Mode	Split
Flow Control Mode	Pressure
Pressure (kPa)	13,0
Total Flow (mL/min)	20,3
Column Flow (mL/min)	0,52
Linear Velocity (cm/sec)	26,3
Purge Flow (mL/min)	3,0
Split Ratio	32,3
High Pressure Injection	OFF
Carrier Gas Saver	OFF
Splitter Hold	OFF

Tabel 3.4. GC dan MS Program

[GC Program]	
[GCMS-QP2010]	
IonSourceTemp (°C)	250,00
Interface Temp (°C)	305,00
Solvent Cut Time (min)	1,60
Detector Gain Mode	Relative
Detector Gain (kV)	+0.00 kV
Threshold	0
[MS Table]	
Start Time (min)	1,80
End Time (min)	90,00
ACQ Mode	Scan
Event Time (sec)	0,50
Scan Speed 1250	1250
Start m/z	28
End m/z	600,00
Sample Inlet Unit	GC
[MS Program]	
Use MS Program	OFF



Gambar 3.12. Alat Uji GC-MS

3.1.2 Bahan

1. Cangkang Sawit

Cangkang sawit yang dipakai berasal dari stok cangkang sawit yang berada di Laboratorium Biomassa Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Di mana pada cangkang sawit yang dipakai ini memiliki ukuran rata-rata sebesar 4 - 9 mm, seperti pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13. Cangkang Sawit

2. Plastik

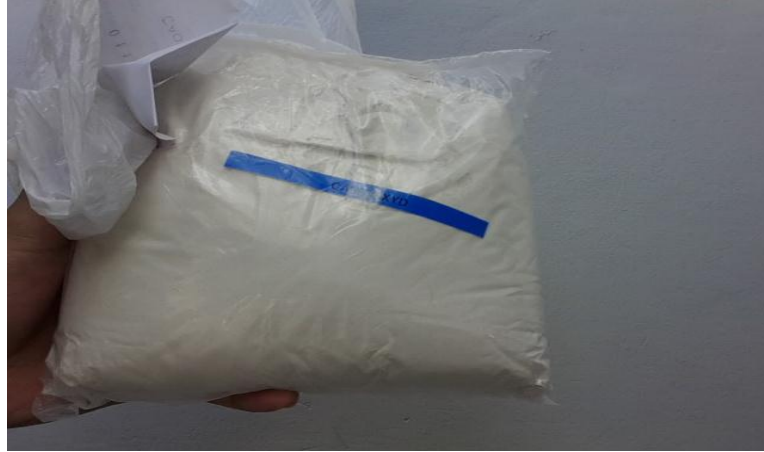
Plastik yang dipakai diperoleh dari toko plastik Yobel yang berada di kota Yogyakarta. Plastik jenis LDPE (*Low-density Polyethylene*) atau disebut juga kantong plastik (plastik kresek) dipilih sebagai bahan baku karena ketersediaannya mudah didapat, dan untuk memotong/mencacahnya juga mudah. Plastik LDPE disiapkan sebagai bahan baku sebanyak 2 kg, di mana pada plastik yang dipakai ini memiliki ukuran rata – rata dengan panjang 5 cm, dan lebar 3 cm, seperti pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14. Plastik

3. Katalis

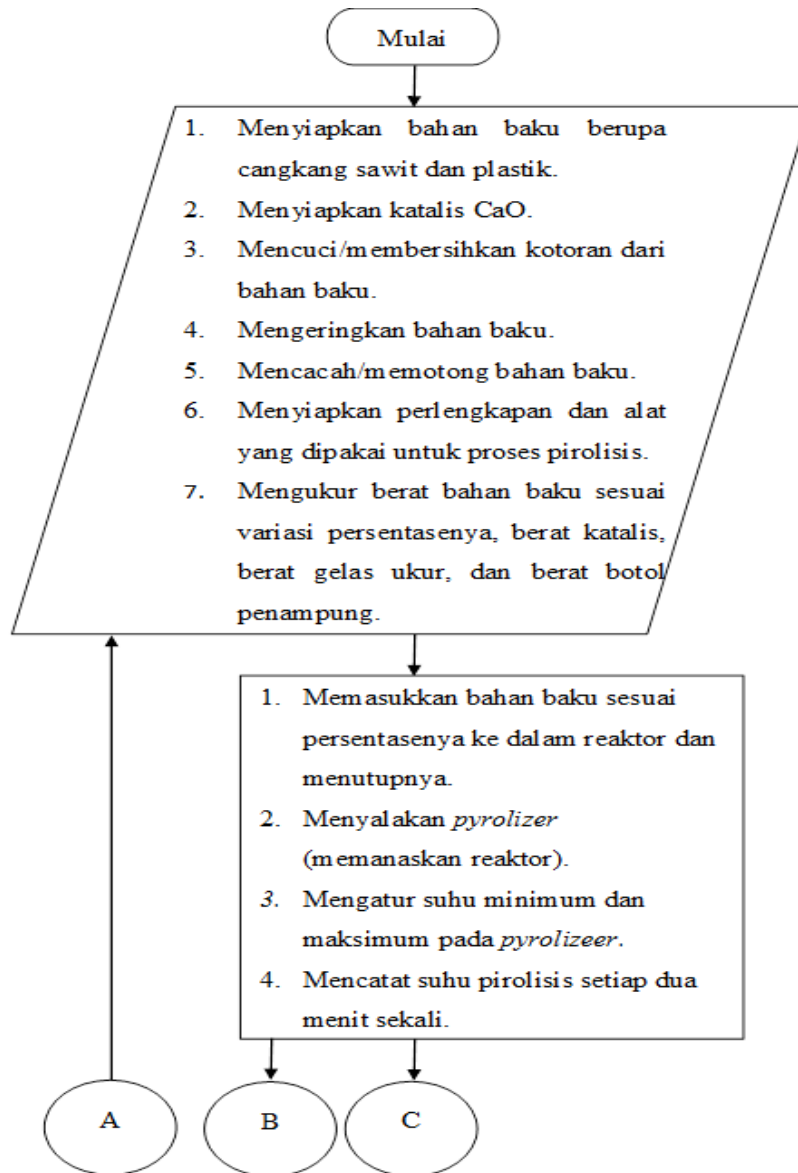
Katalis ini didapat dari toko kimia Bratachem yang berada di kota Yogyakarta. Katalis yang dipakai adalah CaO, seperti pada Gambar 3.15.



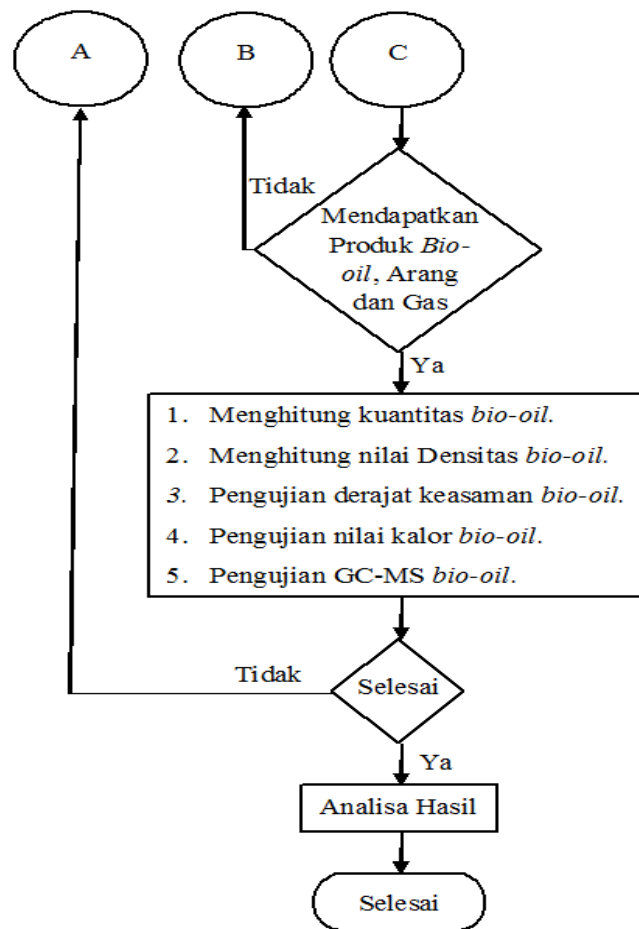
Gambar 3.15. Katalis CaO

3.2 Diagram Alir

Proses pirolisis secara keseluruhan terdiri dari tiga tahap, yang pertama adalah menyiapkan alat dan bahan, tahap kedua proses pirolisis dan tahap ketiga adalah pengujian dan analisa data seperti pada Gambar 3.16 dan Gambar 3.17



Gambar 3.16 Diagram Alir I



Gambar 3.17. Diagram Alir II

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Menyiapkan Alat dan Bahan

Sebelum melakukan penelitian, langkah pertama yang dilakukan adalah menyiapkan bahan baku berupa cangkang sawit sebanyak 2 kg dan plastik sebanyak 2 kg, serta menyiapkan katalis CaO sebanyak 1 kg. Setelah bahan baku sudah disiapkan, langkah berikutnya adalah membersihkan bahan bakunya. Karena bahan baku plastik di beli di toko dan dalam keadaan sudah bersih, maka hanya cangkang sawit yang dibersihkan dengan cara direndam di dalam air selama 5 menit dan diaduk menggunakan tangan sampai kotoran berupa tanah dan kerikil terpisah dari cangkang sawit, dan dilakukan sebanyak tiga kali proses yang sama.

Jika proses pencucian selesai, selanjutnya adalah proses pengeringan di bawah sinar matahari selama 10 jam. Langkah selanjutnya adalah proses pemotongan/pencacahan bahan baku. Pada plastik proses pencacahan dilakukan menggunakan gunting secara manual dengan ukuran yang dipakai adalah Panjang 5 cm, dan Lebar 3 cm. sedangkan pada cangkang sawit, proses pencacahannya dilakukan menggunakan mesin penggiling dengan ukuran rata – rata sebesar 4 mm – 9 mm.

Jika bahan baku dan katalis sudah siap, yang disiapkan berikutnya adalah perlengkapan dan alat yang akan dipakai, seperti timbangan digital, gelas ukur, *pyrolizer*, dan lain – lain. Namun sebelum proses pirolisis dilakukan, bahan baku terlebih dahulu ditimbang beratnya sesuai persentase sebagai berikut:

1. Persentase pertama adalah Plastik 0% dan Cangkang Sawit 100%, di mana pada persentase ini bahan baku plastik yang dipakai sebanyak 0 kg, cangkang sawit 1 kg, dan katalis CaO 200 g.

2. Persentase kedua adalah Plastik 25% dan Cangkang Sawit 75%, di mana pada persentase ini bahan baku plastik yang dipakai sebanyak 250 g, cangkang sawit 750 g, dan katalis CaO 200 g.

3. Persentase ketiga adalah Plastik 50% dan Cangkang Sawit 50%, di mana pada persentase ini bahan baku plastik yang dipakai sebanyak 500 g, cangkang sawit 500 g, dan katalis CaO 200 g.

4. Persentase keempat adalah Plastik 75% dan Cangkang Sawit 25%, di mana pada persentase ini bahan baku plastik yang dipakai sebanyak 750 g, cangkang sawit 250 g, dan katalis CaO 200 g.

5. Persentase kelima adalah Plastik 100% dan Cangkang Sawit 0%, di mana pada persentase ini bahan baku plastik yang dipakai sebanyak 1 kg, cangkang sawit 0 kg, dan katalis CaO 200 g.

Proses pirolisis dilakukan apabila semua persiapan sudah dilakukan, mulai dari persiapan bahan baku, alat – alat penunjang, sampai persiapan *pyrolizer* itu sendiri. Hal pertama yang dilakukan untuk memulai proses pirolisis adalah mencari sumber energi listrik untuk menyalakan *pyrolizer* dan pompa air sebagai

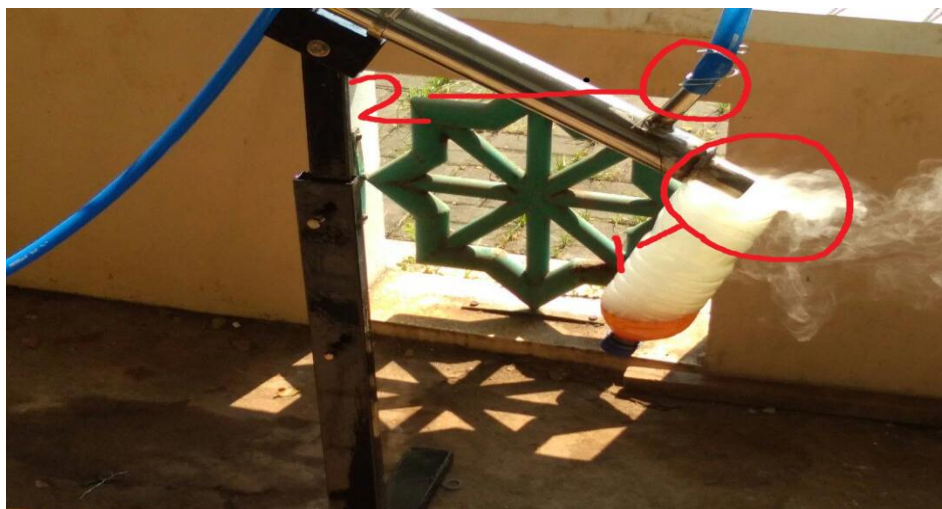
pendingin. Jika sudah, bahan baku di masukkan ke dalam reaktor sesuai dengan persentasenya, setelah itu reaktor ditutup rapat.

Sebelum *pyrolizer* dinyalakan, suhu pada *pyrolizer* harus diatur terlebih dahulu dengan suhu minimum sebesar 497°C dan suhu maksimum 500°C. Fungsi dari pengaturan suhu ini untuk menjaga suhu supaya tetap konstan.

3.3.2 Proses Pirolisis

Jika semua persiapan sudah dilakukan, maka *pyrolizer* dihidupkan. Selama proses pirolisis berlangsung, suhu yang terbaca oleh termokopel yang ditampilkan pada layar informasi ditulis setiap dua menit sekali sampai proses pirolisis selesai (ditandai dengan tidak adanya *bio-oil* yang menetes pada pipa penyalur *bio-oil*, dan sudah tidak terlihatnya asap pada reaktor), dan tahapan ini dilakukan sebanyak lima kali pengujian mengikuti ketentuan persentasenya.

Selama proses pirolisis berlangsung, produk *bio-oil* akan keluar pada pipa output seperti pada Gambar 3.18 dengan cara proses kondensasi. Fluida kondensasi berupa cairan yang tersalur pada pipa penyalur *bio-oil*, karena pada pipa penyalur *bio-oil* memiliki jalur ganda (untuk jalur *bio-oil* dan jalur fluida kondensasi). Sedangkan produk arang akan tersisa di reaktor, dan produk gas akan menguap sendiri ke udara. Gambar 3.19 adalah bentuk dari reaktor pirolisis yang dipakai.



Gambar 3.18. Tanda Merah Bertuliskan Angka Satu adalah Output *Bio-oil*, Tanda Merah Bertuliskan Angka Dua adalah Input Fluida untuk Kondensasi



Gambar 3.19. Reaktor Pirolisis

3.3.3 Menghitung Kuantitas dan densitas *Bio-oil*

Setelah *bio-oil* diperoleh, maka hal pertama yang dilakukan adalah menghitung nilai densitas dan kuantitas pada setiap *bio-oil* yang didapat dengan Persamaan 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, dan 3.5.

$$\text{Massa Gas} = \text{Massa Total Biomassa} - (\text{Massa Biooil} + \text{Massa Arang}) \dots\dots(3.1)$$

$$\text{Kuantitas } \textit{Bio-oil} = (\text{Massa Biooil} / \text{Massa Total Biomassa}) \times 100 \% \dots\dots(3.2)$$

$$\text{Kuantitas Arang} = (\text{Massa Arang} / \text{Massa Total Biomassa}) \times 100 \% \dots\dots(3.3)$$

$$\text{Kuantitas Gas} = (\text{Massa Gas} / \text{Massa Total Biomassa}) \times 100 \% \dots\dots\dots(3.4)$$

$$\text{Densitas (Massa Jenis)} = \text{Massa} / \text{Volume} \dots\dots\dots(3.5)$$

3.3.4 Pengujian Derajat Keasaman

Jika perhitungan kuantitas sudah dilakukan, selanjutnya adalah menguji derajat keasamannya. Pengujian keasaman memakai pH meter dimana sebelum melakukan pengujian, pH meter dilakukan kalibrasi terlebih dahulu dengan cara mencelupkan pH meter ke dalam larutan pH 6,0 dan larutan pH 4,5 yang sudah dicampur dengan air. Jika nilai pH yang tertera pada indikator di pH meter sama dengan jumlah nilai pH yang ada di larutan pH, maka pH meter sudah terkalibrasi. Dan terakhir adalah melakukan pengujian keasaman dengan cara mencelupkan pH meter kedalam *bio-oil* yang sudah didapat dan mencatat nilai – nilai pH yang didapat.

3.3.5 Pengujian Nilai Kalor

Pengujian nilai kalor menggunakan bom kalorimeter, dimana sebelum melakukan pengujian nilai kalor, *bio-oil* dihitung terlebih dahulu massanya memakai timbangan digital dengan ketentuan massa sekitar 0,7 g sebanyak dua kali perhitungan pada setiap satu spesimen *bio-oil* (dua kali perhitungan massa dalam satu persentase campuran bahan baku) dan wadah penampung diukur massanya juga sebanyak dua kali perhitungan pada setiap satu spesimen *bio-oil*, kemudian mencatat data – data yang didapat. Jika pengukuran massa selesai, selanjutnya adalah memasukkan spesimen ke dalam bom kalorimeter, kemudian bom kalorimeter dihidupkan. Data dari bom kalorimeter akan tertera pada layar komputer, kemudian mencatat setiap hasil nilai kalor yang didapat. Pengujian nilai kalor sendiri dilakukan sebanyak dua kali pengujian pada setiap satu spesimen *bio-oil* dengan tujuan agar mendapatkan hasil yang valid.

3.3.6 Pengujian GC-MS dan Penggolongan Senyawa

Terakhir menentukan komponen senyawa yang terkandung di dalam *bio-oil* menggunakan alat GC-MS. Spesimen *bio-oil* yang dipakai untuk melakukan pengujian GC-MS ini hanya bahan baku dengan persentase Plastik 100 % Sawit 0 % dan Plastik 0 % Sawit 100 %, yang mana pada setiap persentase tersebut disiapkan *bio-oil* sebanyak 10 ml untuk diujikan, pengujian sendiri dilakukan oleh operator yang ada di laboratorium. Jika hasil GC-MS didapat, selanjutnya adalah proses penggolongan senyawa yang terkandung di dalam *bio-oil*. Dalam penggolongan senyawa penyusun, dilakukan langkah – langkah sebagai berikut:

1. Mencatat nilai Peak dan Area% yang ada pada lembar hasil GC, kemudian memasukkannya kedalam Ms. Excel dengan tujuan untuk mempermudah pengidentifikasian. Gambar 3.20 adalah data yang dipakai pada halaman GC yang dipakai untuk proses identifikasi susunan kimia *bio-oil*. Sedangkang Gambar 3.21 adalah format posisi data Peak dan Area% pada Ms. Exel. Selanjutnya semua data Peak dan Area% yang ada pada halaman GC di masukkan ulang kedalam Ms. excel seperti pada Gambar 3.22.

Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%	Height
1	2.000	1.900	2.092	13191971	8.64	4461477
2	2.117	2.092	2.250	5146588	3.37	1945523
3	2.418	2.250	2.475	9084746	5.95	2624726

Gambar 3.20. Peak dan Area% pada Halaman GC

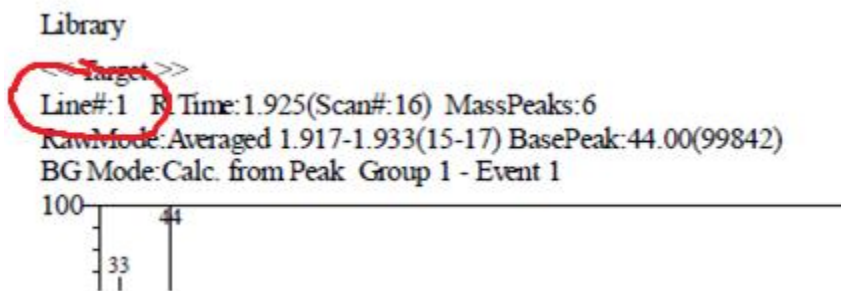
Peak	Area%	Golongan	Jenisnya	Nama Senyawa	Jumlah SI
1	8.64	Oksigenat	Alkohol	1,2-Ethanediol	86
2	3.37	Oksigenat	Ketone	2-Propanone	95
3	5.95	Hidrokarbon	Alifatik Alkane	Butane, 2-methyl-	91

Gambar 3.21. Format Posisi Data Peak dan Area% pada Ms.Excel

Peak	Area%	Golongan	Jenisnya	Nama Senyawa	Jumlah SI
1	8.64	Oksigenat	Alkohol	1,2-Ethanediol	86
2	3.37	Oksigenat	Ketone	2-Propanone	95
3	5.95	Hidrokarbon	Alifatik Alkane	Butane, 2-methyl-	91
4	22.33	Oksigenat	Asam	Acetic acid	99
5	0.27	Oksigenat	Ketone	3-Penten-2-one	93
6	1.24	Oksigenat	Ketone	2,3-Pentanedione	94
7	4.07	Oksigenat	Ketone	2-Propanone, 1-hydroxy-	97

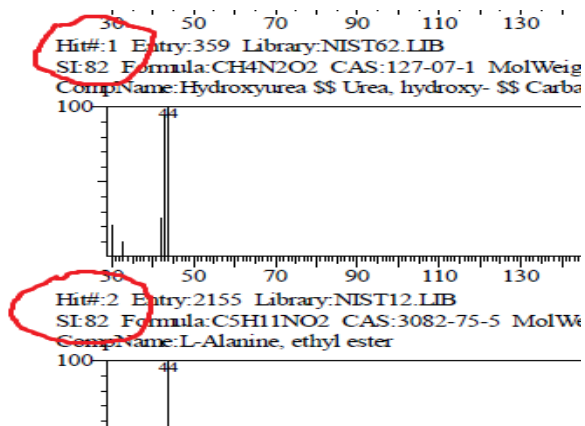
Gambar 3.22. Format Ms.Excel untuk Mempermudah Proses Penggolongan Senyawa pada *bio-oil*

2. Selanjutnya adalah proses penggolongan senyawa. Proses ini dilakukan menggunakan data yang ada pada halaman MS seperti pada Gambar 3.23 dimana hal yang pertama dilakukan adalah melihat Line yang ada di halaman MS tersebut. Line sama dengan Peak, maksudnya adalah jika pada halaman GC tertulis Peak 1, maka pada halaman MS tertulis Line 1.



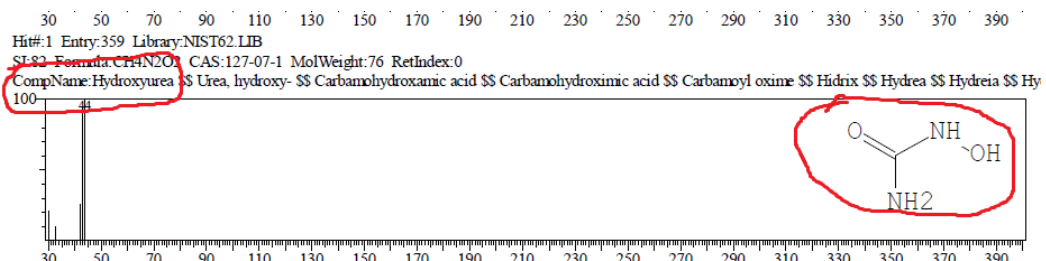
Gambar 3.23. Keterangan Line#;1 pada Halaman MS

3. Data yang dipakai untuk menggolongkan susunan senyawa adalah data yang paling atas (Hit 1) terlebih dahulu dilihat dan dianalisa, jika dirasa cocok, maka data tersebut yang dipakai. Namun jika data yang ada dirasa meragukan, maka dilihat data yang ada di bawahnya (Hit 2, dst), seperti pada Gambar 3.24.



Gambar 3.24. Keterangan Hit#:1 dan Hit#:2 pada Halaman MS

4. Selanjutnya melihat nama senyawa dan bentuk senyawanya, bila dirasa pas dan sesuai, maka senyawa tersebut yang dipakai, namun jika dirasa tidak cocok maka dilihat senyawa dibawahnya (Hit 2, dst) seperti pada Gambar 3.25.



Gambar 3.25. Nama Molekul pada Halaman MS

5. Mengidentifikasi golongan senyawa yang didapat, apakah senyawa tersebut termasuk kedalam golongan Hidrokarbon atau Oksigenat dan dibedakan kembali sesuai jenis nya masing – masing.

6. Memasukkan data – data yang didapat kedalam Ms. Excel, dan dibuat tabel seperti pada Gambar 3.22..

Jika sudah didapat nilai – nilainya, maka selanjutnya adalah menganalisa data-data tersebut dan disusun ke dalam sebuah laporan Tugas Akhir.

3.3 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini ditargetkan beres sekitar enam bulan, dimulai pada tanggal 11 Maret 2017 - 11 September 2017 dan bertempat di Laboratorium Pengelasan, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

3.4 Kesulitan – Kesulitan Serta Pemecahan Masalah Yang Timbul Selama Penelitian Berlangsung.

3.6.1 Kesulitan.

1. *Heater* yang mudah meleleh akibat tidak kuat menahan panas yang berlebih dan mengalami gaya tekan yang diakibatkan oleh posisi reaktor pirolisis yang terlalu menekan *heater*.

2. Tempat penelitian yang kurang kondusif, karena berada di ruang pengelasan.

3. Pada pengujian nilai kalor, *Bio-oil* dengan komposisi Plastik 75%, Sawit 25% dan Plastik 50%, Sawit 50% gagal (tidak keluar hasilnya).

3.6.2 Penyelesaian Masalah

1. Mengganti *heater* yang rusak dengan yang baru, serta memperbaiki posisi reaktor supaya tidak terlalu menekan *heater*.

2. Memindahkan alat *pyrolizer* ke tempat yang lebih kondusif lagi.

3. Menambahkan larutan senyawa Alkohol sebagai campuran pada *bio-oil*, dan jika masih gagal dilakukan pengujian nilai kalor ulang dengan spesimen yang berbeda.