

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu

1. Tempat Pengujian:

Balai Pengujian Mutu Barang Jakarta dan Laboratorium Kimia UNJ

2. Waktu Pembuatan dan Pengujian:

September 2016 – Januari 2017

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

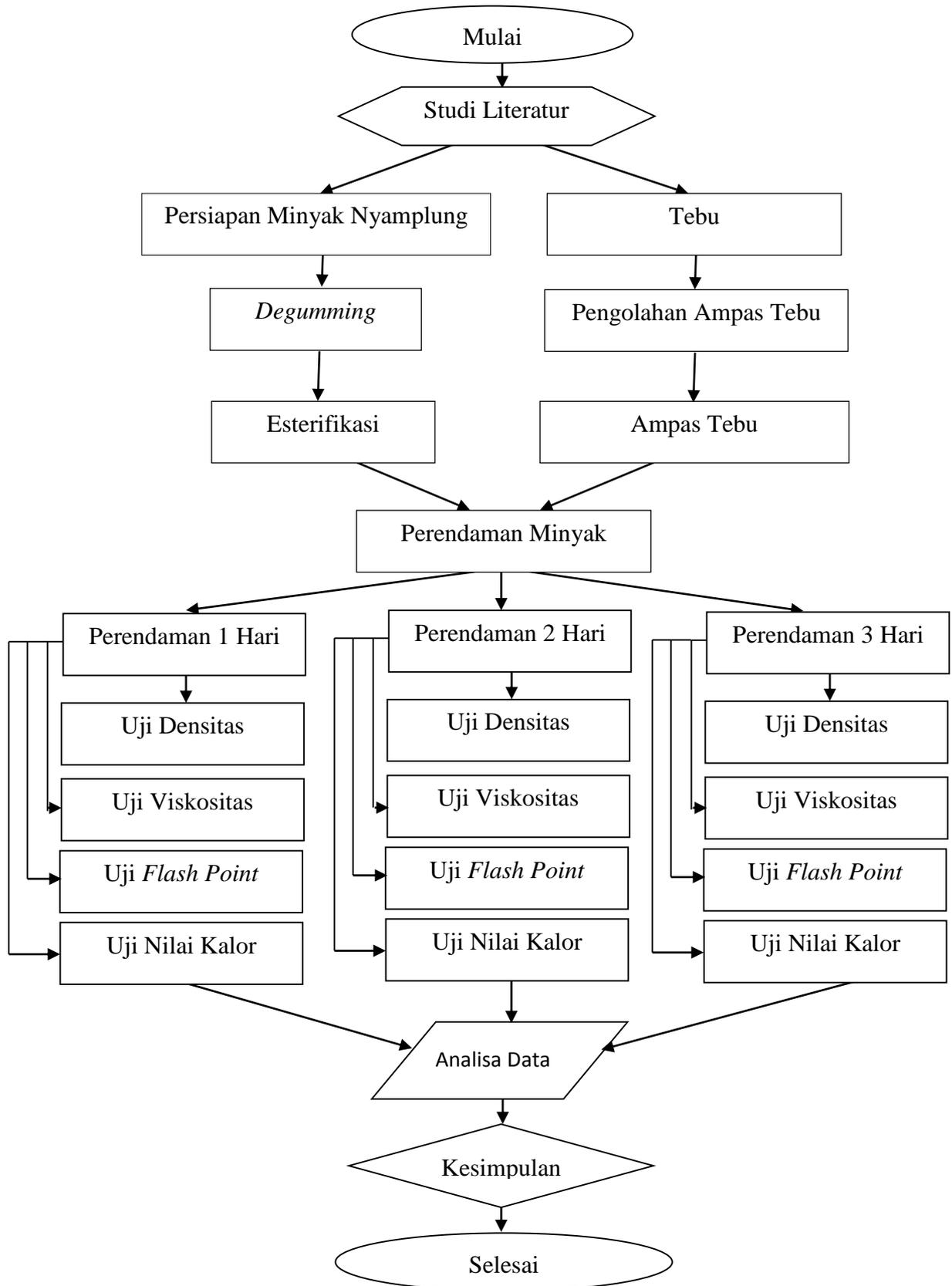
a) Alat

1. *Hot Magnetic Stirrer*
2. *Beaker glass* 500 ml
3. *Beaker glass* 30 ml
4. *Beaker glass* 10 ml
5. Termometer
6. Piknometer 25 ml
7. *Sprayer*

b) Bahan

1. Minyak nyamplung
2. Ampas tebu
3. Aquades
4. Metanol
5. Asam Sulfat (H_2SO_4)
6. Asam Fosfat (H_3PO_4)
7. Ayakan
8. Neraca Analitis

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Studi Literatur

Sebelum penulis melakukan penelitian mengenai proses pembuatan minyak nyamplung, penulis terlebih dahulu melakukan studi literatur mengenai proses pembuatan biodiesel dengan cara mencari informasi dari jurnal dan buku yang berkaitan dengan penelitian yang akan penulis lakukan.

3.4.1 Tahap Persiapan Minyak Nyamplung

Minyak nyamplung yang penulis gunakan adalah minyak nyamplung mentah yang didapatkan dari Cilacap, Jawa Tengah. Minyak nyamplung didapatkan dari buah nyamplung yang telah mengalami proses pengeringan, lalu buah nyamplung tersebut dipress menggunakan mesin *press* hidrolik sehingga didapatkanlah minyak nyamplung mentah.

3.4.2 Tahapan *Degumming* Minyak Nyamplung

Minyak nyamplung yang penulis dapatkan dari Cilacap adalah minyak nyamplung mentah yang masih bercampur dengan getah dan pengotor lainnya, sehingga harus dilakukan proses *degumming*. Proses *degumming* yang penulis lakukan dengan cara menambahkan asam fosfat sebanyak 0,2% dari volume minyak nyamplung ke dalam 500 ml minyak nyamplung kemudian diaduk dengan kecepatan 400 RPM dan suhunya dipertahankan pada suhu 60°C.

3.4.3 Tahapan Esterifikasi Minyak Nyamplung

Minyak nyamplung yang telah melalui proses *degumming* kemudian diesterifikasi dengan tujuan mengurangi kadar asam lemak bebas pada

minyak. Prosedur esterifikasi yang penulis lakukan dengan cara memanaskan minyak nyamplung menggunakan *hot magnetic stirrer* hingga mencapai suhu 60°C kemudian ditambahkan metanol 99% sebanyak 10% dari volume minyak nyamplung sebanyak 500 ml. Setelah itu, penulis menambahkan asam sulfat 98% sebanyak 0,5% dari volume minyak nyamplung. Kecepatan *hot magnetic stirrer* dipertahankan konstan pada kecepatan 500 RPM dan proses pengadukan dilakukan selama 30 menit.

3.4.4 Tahap Pengolahan Ampas Tebu

Tahap pengolahan ampas tebu perlu dilakukan agar proses purifikasi minyak nyamplung menjadi lebih efektif. Langkah-langkah yang dilakukan pada tahap pengolahan ampas tebu adalah:

1. Persiapan ampas tebu yang diperoleh dari sisa-sisa penggilingan sari tebu.
2. Pencucian ampas tebu dari kotoran yang melekat hingga bersih.
3. Setelah dicuci, ampas tebu dikeringkan di bawah terik matahari selama 2 hari.
4. Proses selanjutnya adalah penggilingan ampas tebu yang sudah kering hingga menjadi bubuk tebu.
5. Kemudian ampas tebu disaring menggunakan ayakan.

3.4.5 Tahap Perendaman Minyak Nyamplung

Tahap perendaman minyak nyamplung bertujuan untuk menghilangkan berbagai bahan yang tidak diinginkan seperti fosfatida, asam lemak bebas, lilin, tokoferol atau zat warna yang dapat memperlambat reaksi kimia pada proses pembakaran. Tahap perendaman dilakukan dengan

mencampurkan bubuk tebu sebanyak 25 gram dengan 500 ml minyak nyamplung dan kemudian didiamkan selama 1 x 24 jam, 2 x 24 jam, dan 3 x 24 jam. Campuran ampas tebu dan minyak nyamplung kemudian disaring dan diperas hingga dapat dipisahkan antara minyak nyamplung dan ampas tebu.

3.4.6 Pengujian Densitas Minyak Nyamplung

Pengujian densitas minyak nyamplung penulis lakukan di Laboratorium Kimia yang berada di kampus A UNJ. Pengujian densitas penulis lakukan dengan menggunakan alat piknometer 25 ml. Prosedur pengujian densitas minyak nyamplung yang penulis lakukan dengan cara:

1. Menimbang berat botol kosong piknometer
2. Menimbang piknometer yang diisi dengan minyak nyamplung
3. Menghitung densitas minyak nyamplung.

Rumus yang digunakan untuk menghitung densitas adalah $\rho = \frac{m}{v}$, dimana ρ adalah masa jenis, m adalah masa minyak ditambah dengan masa piknometer, dan v adalah volume minyak.

3.4.7 Pengujian Viskositas Minyak Nyamplung

Metode pengujian yang digunakan untuk penghitungan viskositas menggunakan metode ASTM D-445. Alat yang digunakan dalam proses pengujian viskositas adalah:

1. *Viscometer Tube*
2. Termometer
3. *Stopwatch*

Berikut ini adalah tahapan yang peneliti lakukan dalam uji viskositas minyak nyamplung:

1. Pilih *viscometer tube* yang tepat dan bersihkan.
2. Isi *viscometer tube* dengan sampel minyak nyamplung sebanyak 10 ml dan atur suhu *bath* sesuai dengan temperatur yang diinginkan sampai konstan.
3. Masukkan *viscometer tube* ke dalam *bath* pemanas dan biarkan selama \pm 30 menit, agar batas suhu *bath* dan suhu sampel sama.
4. Isap sampel sampai batas atas dan mulai hitung waktu mengalir dari batas atas sampai batas bawah.

3.4.8 Pengujian Flash Point Minyak Nyamplung

Pengujian *flash point* yang penulis lakukan menggunakan metode ASTM D-93. Cara kerja dengan metode ASTM D-93 adalah:

1. Masukkan sampel ke dalam mangkok sampel sampai tanda garis.
2. Input temperatur perkiraan pada alat uji.
3. Panaskan sampel minyak dengan alat *flash point*.
4. Bila temperatur hampir mendekati temperatur yang diperkirakan, secara otomatis mulailah dilewati api kecil.
5. Bila terjadi nyala sesaat di atas sampel (*flash*), baca temperatur yang tertera pada alat dan catat sebagai titik nyala.

3.4.9 Pengujian Nilai Kalor Minyak Nyamplung

Pengujian nilai kalor yang penulis lakukan menggunakan metode: ASTM D-240. Peralatan yang dibutuhkan dalam pengujian nilai kalor adalah:

- a. *Combustion Bomb*
- b. *Calorimeter vessel*
- c. Termometer
- d. Penahan wadah sampel

Cara pengujian dengan *bomb calorimeter* adalah sebagai berikut, mula-mula nyalakan alat *bomb calorimeter* dan setting alat sesuai ketentuan. Kemudian timbang sampel kedalam cawan *quartz* sebanyak ± 1 gram, setelah itu masukan cawan yang telah berisi sampel kedalam alat *vesel* kemudian pasangkan *vesel* ke alat *bomb calorimeter* dan nyalakan alat bom tersebut. Maka *vesel* akan masuk kedalam alat bom dan mulai melakukan pengerjaannya, tunggu alat bom bekerja selama $\pm 20-30$ menit. Setelah selesai maka hasil akan ditunjukkan di layar informasi yang ada pada alat *bomb calorimeter*. Penentuan nilai kalor yang diperoleh berdasarkan persamaan sesuai metode ASTM D-240 yang didapat sebagai sumber referensi dari lab Balai Pengujian Mutu Barang sebagai berikut:

$$Q_{vad} = \frac{[(tE_e) - e_1 - e_2 - e_3 - e_4]}{m}$$

Keterangan:

Q_{vad}	= Nilai kalor (J/g)
E_e	= Suhu panas dari alat bom (J/°C)
t	= Suhu ketika dinaikkan ($\pm 10.7^\circ\text{C}$)
e_1	= Nilai asam (J)
e_2	= Nilai campuran ketika proses Bom (J)
e_3	= Nilai Sulfur (J)
e_4	= Nilai bantuan proses pembakaran (J)
m	= Berat massa sampel (gram)

3.5 Variabel Penelitian

Variabel penelitian yang ada di dalam penelitian penulis ada dua, yaitu variabel bebas dan variabel terikat.

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah lama perendaman minyak nyamplung yang sudah dicampur dengan ampas tebu (1 x 24 jam, 2 x 24 jam, dan 3 x 24 jam)

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah:

1. Densitas Minyak Nyamplung.
2. Viskositas Minyak Nyamplung.
3. *Flash Point* Minyak Nyamplung.
4. Nilai Kalor Minyak Nyamplung.

3.6 Metode Pengumpulan dan Analisa Data

Tahap analisa sampel dilakukan untuk mengetahui bahwa biodiesel yang telah dibuat sudah mendekati/memenuhi Keputusan Direktur Jenderal Minyak dan Gas Bumi No.28.K/10/DJM.T/2016 tentang standar biodiesel. Pengumpulan data mengenai karakteristik biodiesel minyak nyamplung dilakukan di Lab Kimia UNJ dan BPMB Jakarta.