

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode penelitian eksperimental (*experimental research*), yaitu dengan melakukan pengamatan secara langsung untuk mencari data sebab akibat melalui eksperimen sehingga didapatkan data empiris. Dengan cara ini akan diamati pengaruh waktu transesterifikasi minyak biji alpukat dan variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel yang meliputi massa jenis, viskositas, nilai kalor, titik nyala, titik tuang dan indeks setana.

3.2 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari tiga macam, yaitu:

1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang besarnya ditentukan oleh peneliti dan besarnya dapat diubah-ubah untuk mendapatkan nilai variabel terikat dari obyek penelitian, sehingga diperoleh hubungan antara variabel bebas dengan variabel terikat. Variabel bebas yang digunakan di dalam penelitian ini adalah:

- Waktu transesterifikasi (menit) yaitu: 30; 45; 60; 75; 90.

2. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel hasil yang besarnya tidak dapat ditentukan oleh peneliti, nilai dari variabel ini tergantung pada nilai dari variabel bebas. Variabel terikat yang diamati dalam penelitian ini adalah:

- Sifat fisik biodiesel yang meliputi massa jenis (kg/m^3), viskositas (m^2/s), nilai kalor (kkal/kg), titik nyala ($^{\circ}\text{C}$), titik tuang ($^{\circ}\text{C}$) dan indeks setana.

3. Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang ditentukan oleh peneliti dan nilainya dikondisikan konstan. Variabel yang dikontrol dalam penelitian ini adalah:

- Persentase metanol (%) adalah: 10; 20; 30.

3.3 Bahan dan Peralatan yang Digunakan

3.3.1 Bahan yang Digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Minyak biji alpukat

Minyak biji alpukat merupakan bahan baku pembuatan biodiesel dalam reaksi transesterifikasi pada penelitian ini.

2. Metanol

Metanol yang digunakan dalam penelitian ini sebesar 10; 20; 30 (%) dari volume keseluruhan (metanol dan minyak biji alpukat).

3. Kalium hidroksida (KOH)

Katalis yang digunakan adalah kalium hidroksida (KOH). Pada penelitian ini kalium hidroksida akan direaksikan dengan metanol sehingga terbentuk kalium metoksida, yang selanjutnya akan direaksikan dengan minyak biji alpukat yang telah dikondisikan pada temperatur 60 °C.

4. Air

Air digunakan sebagai pendingin pelarut yang menguap pada saat proses transesterifikasi dalam refluks, sehingga pelarut tersebut dapat kembali bereaksi pada labu bundar. Air juga sebagai pendingin pada proses distilasi untuk pemurnian biodiesel.

3.3.2 Peralatan yang Digunakan

Peralatan untuk melakukan proses ekstraksi dan transesterifikasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Refluks

Refluks adalah alat yang digunakan untuk melakukan reaksi transesterifikasi.

Refluks merupakan susunan alat-alat yang terdiri dari:

- Labu bundar

Labu bundar berfungsi sebagai tempat untuk mereaksikan minyak biji alpukat, metanol dan katalis potasium hidroksida.

- *Oil bath*

Oil bath adalah sebuah wadah berisi minyak yang berfungsi untuk meneruskan panas dari pemanas ke labu bundar.

- Pemanas
Pemanas berfungsi untuk memanaskan *Oil bath*, yang kemudian akan memanaskan labu bundar. Pemanas ini memiliki termometer *controller* sehingga dapat dikondisikan pada suhu tertentu.
- Kondensor reflux
Kondensor reflux berfungsi untuk mendinginkan cairan metanol dan minyak biji alpukat yang menguap dari labu bundar sehingga cairan tersebut dapat bereaksi kembali.
- Pengaduk
Pengaduk berfungsi untuk meratakan reaksi sehingga metanol dan minyak biji alpukat dapat bereaksi secara menyeluruh pada labu bundar. Pengaduk ini digerakkan oleh motor listrik yang memiliki putaran sampai 2000 rpm.

2. Alat destilasi

Alat ini berfungsi untuk menguapkan air dan sisa metanol dari biodiesel sehingga didapatkan biodiesel murni. Destilasi ini terdiri dari susunan alat-alat yaitu:

- Tabung Erlenmeyer digunakan sebagai tempat untuk memanaskan biodiesel.
- Labu bundar digunakan sebagai tempat untuk menampung destilat hasil penguapan dari tabung erlenmeyer yang telah didinginkan.
- *Hot plate* berfungsi untuk memanaskan biodiesel pada tabung erlenmeyer.
- Kondensor destilasi berfungsi untuk menyerap panas dari biodiesel yang menguap sehingga berubah fase menjadi cair (destilat).

3. *Stop watch*

4. Gelas ukur

5. Timbangan digital

6. Corong pemisah

7. Termometer

Peralatan untuk melakukan uji sifat fisik biodiesel yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. *Density/Specific Gravity Meter DA 500*

Alat ini digunakan untuk mengukur massa jenis secara otomatis. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur massa jenis.



Gambar 3.1 *Density/Specific Gravity Meter DA 500*

Sumber : Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya

2. *Automatic Viscosity System, S Flow 3000 IV*

Alat ini digunakan untuk mengukur viskositas secara otomatis. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur viskositas.



Gambar 3.2 *Automatic Viscosity System, S Flow 3000 IV*

Sumber : Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya

3. Bomb Calorimeter

Alat ini digunakan untuk mengukur nilai kalor. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur nilai kalor.



Gambar 3.3 Bomb Calorimeter

Sumber : Laboratorium Motor Bakar Teknik Mesin Universitas Brawijaya

4. Flash Point COC

Alat ini digunakan untuk mengukur titik nyala. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur titik nyala



Gambar 3.4 Flash Point COC

Sumber : Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya

5. *Seta Cloud and Pour Point Refrigeration Unit*

Alat ini digunakan untuk mengukur titik tuang. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur titik tuang



Gambar 3.5 *Seta Cloud and Pour Point Refrigeration Unit*
Sumber : Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya

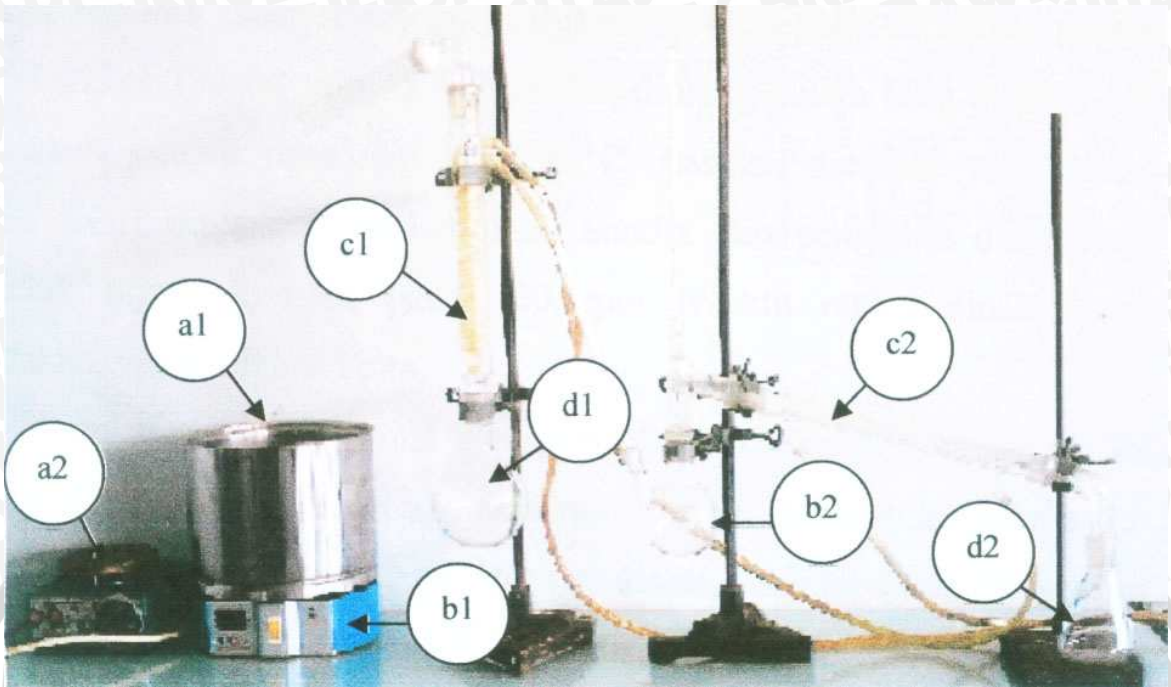
6. *Distilatio Apparatus, ASTM D 86-05*

Alat ini digunakan untuk mengukur indeks setana. Berikut ini merupakan alat yang digunakan untuk mengukur indeks setana.



Gambar 3.6 *Distilatio Apparatus, ASTM D 86-05*
Sumber : Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya

3.4 Instalasi Penelitian



Gambar 3.7 Instalasi Penelitian untuk Transesterifikasi

Sumber: Laboratorium Penelitian Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang

Keterangan:

1. Refluks:

- a1. *Oil bath*
- b1. Pemanas
- c1. Kondensor refluks
- d1. Labu bundar

2. Destilasi:

- a2. *Hot plate*
- b2. Labu bundar
- c2. Kondensor destilasi
- d2. Tabung erlenmeyer

3.5 Tempat Penelitian

Penelitian mengenai "pengaruh waktu transesterifikasi minyak biji alpukat dan variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel yang meliputi massa jenis, viskositas, nilai kalor, titik nyala, titik tuang dan indeks setana" akan dilaksanakan di:

1. Laboratorium Penelitian Teknik Kima Politeknik Negeri Malang untuk melakukan proses ekstraksi biji alpukat menjadi minyak biji alpukat.
2. Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia Universitas Negeri Malang untuk melakukan proses transesterifikasi minyak biji alpukat menjadi biodiesel dan mengukur konversi biodiesel.

3. Laboratorium Motor Bakar Teknik Mesin Universitas Brawijaya untuk mengukur sifat fisik biodiesel yaitu nilai kalor..
4. Laboratorium Unit Produksi Pelumas Pertamina Surabaya untuk mengukur sifat fisik biodiesel yaitu massa jenis, viskositas, titik nyala, indeks setana, dan titik tuang.

3.6 Prosedur Penelitian

Prosedur proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 60 °C dengan waktu transesterifikasi 30 menit serta variasi persentase metanol 10%; 20%; 30%. Kemudian dilanjutkan dengan variasi waktu transesterifikasi yang lain (45 menit, 60 menit, 75 menit dan 90 menit) pada persentase metanol 10%; 20%; 30%.

Pada penelitian dengan waktu transesterifikasi 30 menit dan variasi persentase metanol 10%, satu persen KOH dari massa minyak biji alpukat direaksikan dalam 50 ml metanol pada suhu kamar. Hasil reaksi tersebut adalah kalium metoksida yang nantinya akan digunakan untuk melakukan transesterifikasi dengan 500 ml minyak biji alpukat. Setelah itu, reaksi transesterifikasi dilakukan pada refluks. Pemanas pada refluks dipasang pada suhu 60 °C. Ditakar 500 ml minyak biji alpukat dan dituang dalam labu bundar. Minyak biji alpukat dipanaskan sampai mencapai suhu 60 °C. Larutan potasium metoksida dituang ke dalam labu bundar dan pengaduk dinyalakan dengan kecepatan pengaduk dijaga konstan pada 500 rpm. Waktu reaksi dicatat sejak pengaduk dinyalakan, yaitu selama 30 menit. Setelah reaksi berjalan selama 30 menit, pengadukan dihentikan, campuran yang terbentuk dituang dalam corong pemisah, dibiarkan terjadi pemisahan selama 15 menit pada temperatur kamar. Lapisan metil ester (biodiesel) yang terbentuk dipisahkan dari lapisan gliserol. Untuk pemurnian biodiesel dengan air, dilakukan pencucian biodiesel menggunakan air hangat ($\pm 50^{\circ}\text{C}$) dengan perbandingan volume 2:1 antara air hangat dan biodiesel. Proses pencucian dilakukan pada corong pemisah dengan cara menuangkan air hangat kedalam corong pemisah melewati dindingnya, kemudian dilakukan pemisahan dengan corong pemisah untuk memisahkan antara biodiesel murni dengan sisa air pencuci. Biodiesel hasil pencucian dengan air, dihilangkan kandungan air dengan cara dipanaskan dalam oven. Sedangkan untuk

menghilangkan sisa metanol dilakukan destilasi sampai suhu 100 °C selama 30 menit.

Biodiesel yang didapat dari proses transesterifikasi pada masing-masing variasi waktu transesterifikasi dan persentase metanol diukur sifat fisiknya yang meliputi massa jenis, viskositas, nilai kalor, titik nyala, titik tuang dan indeks setana. Data yang diperoleh kemudian ditampilkan dalam bentuk grafik dan dianalisa.

3.7 Rencana Pengolahan Data dan Analisis Statistik

3.7.1 Rencana Pengolahan Data

Dalam penelitian ini akan dilakukan pengambilan data dalam bentuk tabel dan dapat dilihat seperti dibawah ini:

Tabel 3.1 Contoh pengambilan data transesterifikasi minyak biji alpukat dengan persentase metanol 10%

Waktu Transesterifikasi (menit)	Massa jenis (kg/m^3)	Viskositas kinematik (m^2/s)	Titik nyala ($^{\circ}\text{C}$)	Nilai kalor (kcal/kg)	Titik tuang ($^{\circ}\text{C}$)	Indeks setana
30						
45						
60						
75						
90						

Untuk variasi persentase metanol yang lain yaitu 20% dan 30% akan dilakukan pengambilan data seperti pada tabel 3.1.

Data tersebut akan diolah dan kemudian ditampilkan dalam bentuk grafik sehingga mempermudah dalam mengamati pengaruh variabel bebas terhadap variabel terikat.

3.7.2 Analisis Statistik

Untuk mengolah data yang telah diperoleh dipergunakan analisis varian dua arah. Dengan analisis varian dua arah akan diketahui ada tidaknya pengaruh dari variasi waktu transesterifikasi minyak biji alpukat (faktor A) dan pengaruh variasi persentase metanol (faktor B) serta pengaruh interaksi keduanya (faktor AB) terhadap sifat fisik biodiesel.

Faktor A mempunyai level A_1, A_2, \dots, A_r dan faktor B mempunyai level B_1, B_2, \dots, B_c . Jika jumlah pengamatan tiap sel adalah t kali dari rancangan dua kategori A dan B serta masing-masing kategori terdiri atas r dan c level. Bila pengaruh interaksi antar faktor A pada level ke i dan faktor B pada level ke j dinyatakan dengan $(\alpha\beta)_{ij}$. Maka nilai setiap pengamatan ditulis dengan model matematika sebagai berikut:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Keterangan:

Y_{ijk} : nilai setiap pengamatan

μ : nilai rata-rata dari seluruh pengamatan

α_i : pengaruh faktor waktu transesterifikasi ke i

β_j : pengaruh faktor persentase volume ke j

$(\alpha\beta)_{ij}$: pengaruh interaksi faktor waktu transesterifikasi ke i dan faktor persentase volume ke j

ε_{ijk} : simpangan pengamatan

Yang akan diuji dari pengamatan ini adalah:

1. α : pengaruh (efek) dari faktor waktu transesterifikasi
2. β : pengaruh (efek) dari faktor persentase metanol
3. $\alpha\beta$: pengaruh interaksi dari faktor waktu transesterifikasi dan faktor persentase metanol

Adapun hipotesis yang dipergunakan adalah sebagai berikut:

1. $H_0^1: \alpha_1 = \alpha_2 = \dots = \alpha_i$ (tidak ada pengaruh waktu transesterifikasi terhadap sifat fisik biodiesel)

H_1^1 : paling sedikit satu $\alpha_i \neq 0$ (ada pengaruh waktu transesterifikasi terhadap sifat fisik biodiesel)

2. H_0^2 : $\beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_j$ (tidak ada pengaruh variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel)

H_1^2 : paling sedikit satu $\beta_j \neq 0$ (ada pengaruh variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel)

3. H_0^3 : $(\alpha\beta)_{11} = (\alpha\beta)_{12} = \dots = (\alpha\beta)_{ij}$ (tidak ada pengaruh waktu transesterifikasi dan variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel)

H_1^3 : paling sedikit satu $(\alpha\beta)_{ij} \neq 0$ (ada pengaruh waktu transesterifikasi dan variasi persentase metanol terhadap sifat fisik biodiesel)

Tabel 3.2 Rancangan pengamatan model dua arah dengan pengulangan

Faktor		Persentase Metanol					S baris	Rata-rata
Waktu Transesterifikasi	A_1	B_1	...	B_j	...	B_c	T_1	\bar{X}
		X_{111}		X_{1j1}		X_{1c1}		
		X_{112}		X_{1j2}		X_{1c2}		
			
		X_{11t}		X_{1jt}		X_{1ct}		
	A_i	X_{i11}		X_{ij1}		X_{ict}	$T_{i..}$	\bar{X}
		X_{i12}		X_{ij2}		X_{ic2}		
			
		X_{i1t}		X_{ijt}		X_{ict}		
	A_r	X_{r11}		X_{rj1}		X_{rc1}	$T_{r..}$	\bar{X}
		X_{r12}		X_{rj2}		X_{rc2}		
			
X_{r1t}			X_{rjt}		X_{rct}			
S kolom	$T_{.1.}$		$T_{.j.}$		$T_{.c.}$	$T_{...}$		
Rata-rata	\bar{X}		\bar{X}		\bar{X}		\bar{X}	

Sumber : Dr. Slamet Wahyudi, ST., MT., 96, 2006

Dalam perhitungan menggunakan rumus sebagai berikut:

1. Jumlah kuadrat total (JKT)

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \sum_{k=1}^t X_{ijk}^2 - \frac{(T_{...})^2}{rct}$$

2. Jumlah kuadrat faktor A (JKA)

$$JKA = \frac{\sum_{i=1}^r T_{i..}^2}{ct} - \frac{(T_{...})^2}{rct}$$

3. Jumlah kuadrat faktor B (JKB)

$$JKB = \frac{\sum_{j=1}^c T_{.j.}^2}{rt} - \frac{(T_{...})^2}{rct}$$

4. Jumlah pengaruh interaksi faktor A dan faktor B (JKAB)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c T_{ij.}^2}{t} - \frac{(T_{...})^2}{rct} \longrightarrow JKAB = JKP - JKA - JKB$$

5. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = JKT - JKA - JKB - JKAB$$

Apabila masing-masing suku dibagi dengan derajat bebasnya, akan diperoleh nilai varian dari masing-masing suku tersebut. Nilai ini sering disebut dengan kuadrat tengah yang disingkat KT. Nilai varian tersebut adalah:

1. Kuadrat tengah faktor A (KTA)

$$KTA = \frac{JKA}{(r-1)}$$

2. Kuadrat tengah faktor B (KTB)

$$KTB = \frac{JKB}{(c-1)}$$

3. Kuadrat tengah interaksi faktor A dan faktor B (KTAB)

$$KTAB = \frac{JKAB}{(r-1)(c-1)}$$

4. Kuadrat tengah galat (KTG)

$$KTG = \frac{JKG}{rc(t-1)}$$

Untuk menguji ketiga hipotesis diatas kita mencari harga F_{hitung} masing-masing sumber keragaman (faktor waktu transesterifikasi, faktor persentase metanol dan interaksi faktor waktu transesterifikasi dan variasi persentase

metanol). Kemudian hasilnya dibandingkan dengan F_{tabel} pada derajat bebas dengan nilai α tertentu. Nilai F_{hitung} dari masing-masing sumber keragaman adalah sebagai berikut:

1. F_{hitung} dari faktor temperatur

$$F_1 = \frac{KTA}{KTG}$$

3. F_{hitung} dari faktor variasi persentase metanol

$$F_2 = \frac{KTB}{KTG}$$

4. F_{hitung} dari interaksi faktor temperatur dan variasi persentase metanol

$$F_3 = \frac{KTAB}{KTG}$$

Tabel 3.3 Analisis varian

Sumber Varian	JK	Db	KT	F_{hitung}	$F\alpha$
Antar A	JKA	$db_1 = r-1$	KTA	F_1	
Antar B	JKB	$db_2 = c-1$	KTB	F_2	
Interaksi AB	JKAB	$db_3 = db_1 \cdot db_2$	KTAB	F_3	
Galat	JKG	$db_4 = rc(t-1)$	KTG		
Total	JKT	$rc(t-1)$			

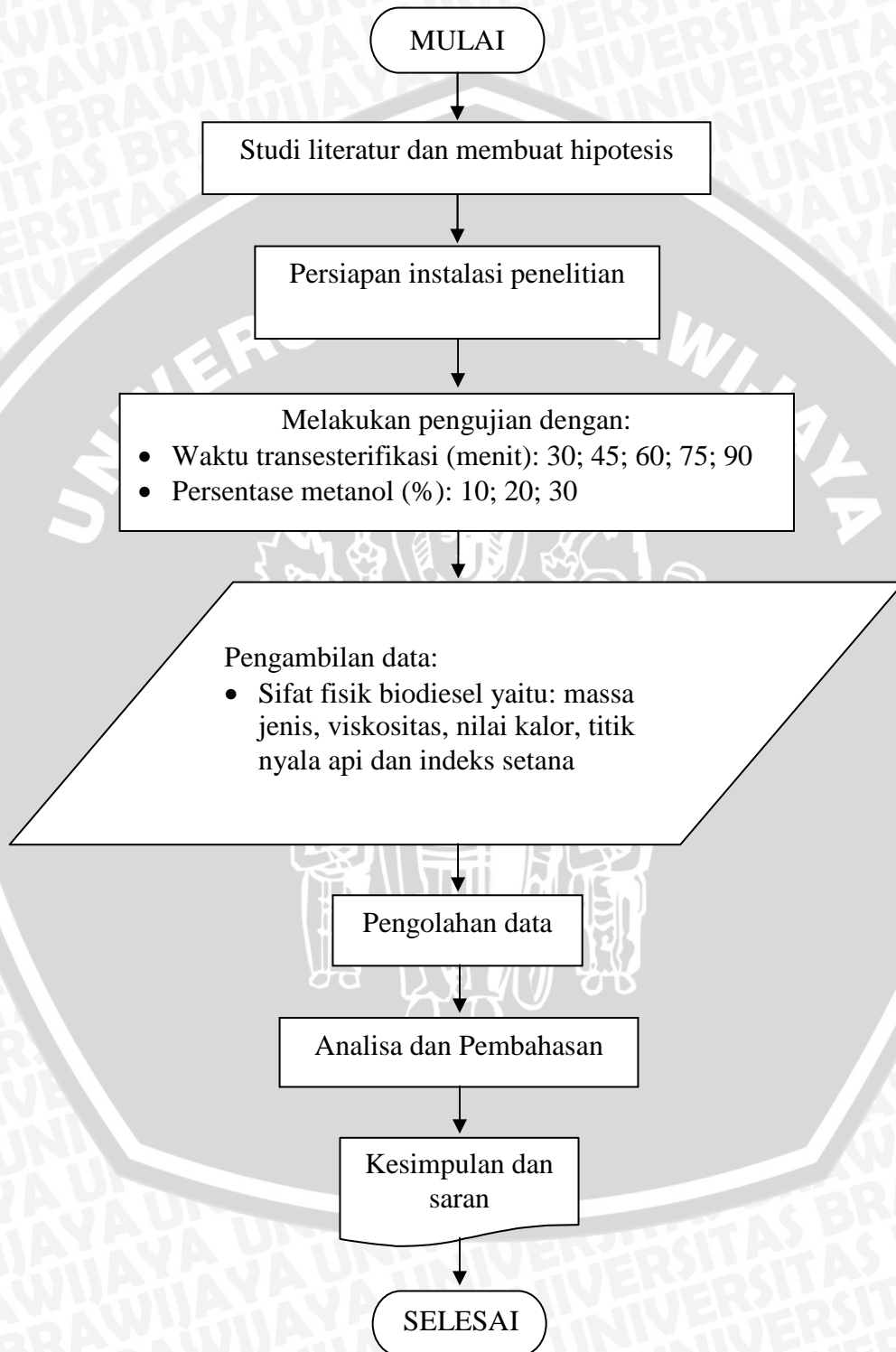
Sumber : Dr. Slamet Wahyudi, ST., MT., 98, 2006

Kesimpulan yang diperoleh:

1. Bila $FA_{\text{hitung}} > FA_{\text{tabel}}$ maka H_0^1 ditolak dan H_1^1 diterima, ini menyatakan bahwa variasi waktu transesterifikasi berpengaruh terhadap sifat fisik biodiesel minyak biji alpukat.
2. Bila $FB_{\text{hitung}} > FB_{\text{tabel}}$ maka H_0^2 ditolak dan H_1^2 diterima, ini menyatakan bahwa variasi persentase metanol berpengaruh terhadap sifat fisik biodiesel minyak biji alpukat.
3. Bila $FAB_{\text{hitung}} > FAB_{\text{tabel}}$, maka H_0^3 ditolak dan H_1^3 diterima, ini menyatakan bahwa variasi waktu transesterifikasi dan persentase metanol berpengaruh terhadap sifat fisik biodiesel minyak biji alpukat.

3.8 Diagram Alir Penelitian

Untuk memudahkan dalam melakukan penelitian maka dibuat diagram alir penelitian seperti ditunjukkan pada gambar 3.3.



Gambar 3.8 Diagram Alir Penelitian