

BAB IV

METODE PENELITIAN

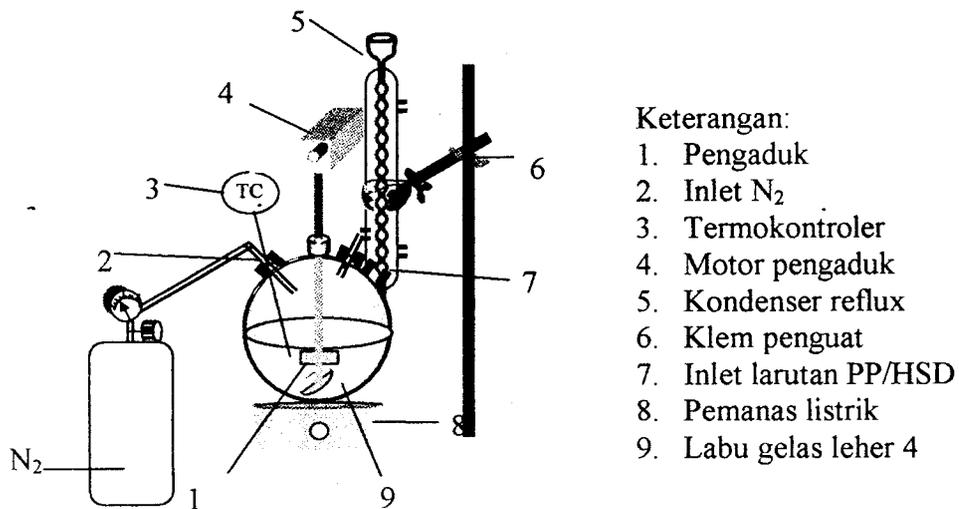
4.1. Bahan

Pada penelitian ini digunakan bahan plastik polipropilena (PP) dari bekas kemasan gelas air minum mineral, karena mudah didapat dan relatif dapat dianggap murni. Sedangkan untuk bahan polietilena (PE) digunakan jenis *Density Polyethylene* (HDPE) (suhu leleh 131,85 °C, dan berat molekul >30000) yang diperoleh dari PT. Candra Asri Petro Chemical Cilegon. PE bekas kemasan umumnya banyak mengandung additif seperti zat pewarna, sehingga untuk kajian kelarutannya menggunakan PE virgin dengan anggapan tidak ada perbedaan yang besar data kelarutan sampah PE dengan PE virgin. Berat molekulnya dapat ditentukan dengan metode Mark-Houwink-Sakurada, dimana pelarut yang digunakan adalah p-xylene. Bahan bakar diesel yang digunakan sebagai pelarut adalah jenis minyak solar atau high speed diesel (HSD), yang diperoleh dari PT. Pertamina (Persero). Data komposisi minyak solar, yang diperlukan untuk perhitungan korelasi model termodinamik, dianggap sama dengan komposisi minyak diesel yang dipublikasikan oleh Coutinho dkk (2002), karena densitinya sama. Untuk mencegah terjadinya kebakaran pada proses pelarutan plastik dalam minyak solar, digunakan gas Nitrogen sebagai purging. Untuk mengontrol penurunan suhu larutan polimer pada saat pengamatan cloud point digunakan Paraffin oil. Pada penelitian tahap pembuatan emulsified polymer fuel digunakan bahan-bahan lain, yaitu surfaktan dan aquades. Surfaktan yang digunakan adalah surfaktan non ionik yang mampu mengemulsikan dengan HLB berkisar antara 4 – 6 (emulsi air dalam minyak)

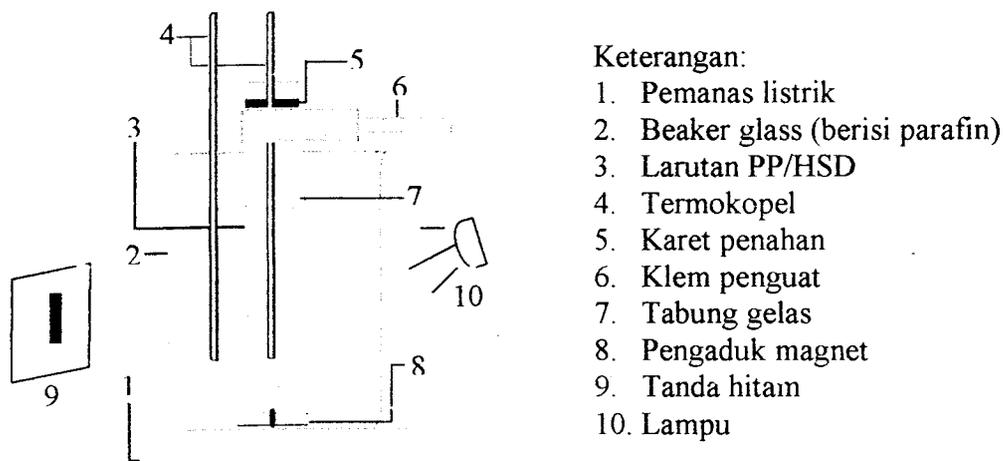
4.2. Alat

Peralatan eksperimen yang digunakan meliputi peralatan untuk melarutkan plastik dalam HSD seperti terlihat pada Gambar 4.1.a, dan peralatan untuk mengamati kelarutan pada kondisi cloud point seperti terlihat pada Gambar 4.1.b.

Peralatan untuk peiehan dan pelarutan polipropilena meliputi labu leher empat berukuran 1 liter, motor pengaduk, pemanas elektrik, kondensor reflux untuk mencegah penguapan pelarut, termokopel (akurasi ± 1 °C) dan pengendali suhu (termokontroler). Peralatan dan metode pengamatan cloud point mengadopsi pada standar ASTM D2500. Peralatan tersebut terdiri dari beaker glass berukuran 1 liter (untuk oil bath), tabung gelas, termokopel (akurasi ± 1 °C), dan pengaduk magnetik.

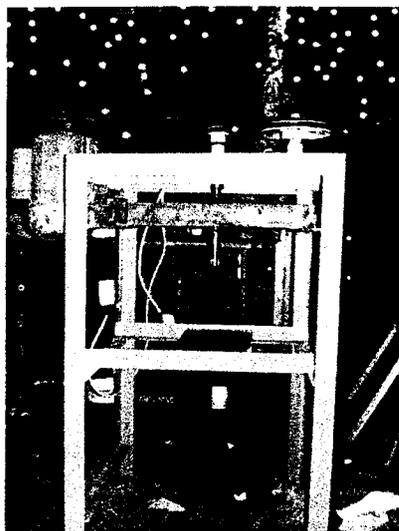


Gambar 4.1.a. Skema Peralatan untuk Pelarutan Plastik dalam HSD



Gambar 4.1.b. Skema Peralatan untuk Pengamatan Cloud Point

Pembuatan bahan emulsified polymer fuel menggunakan Homogenizer, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2.



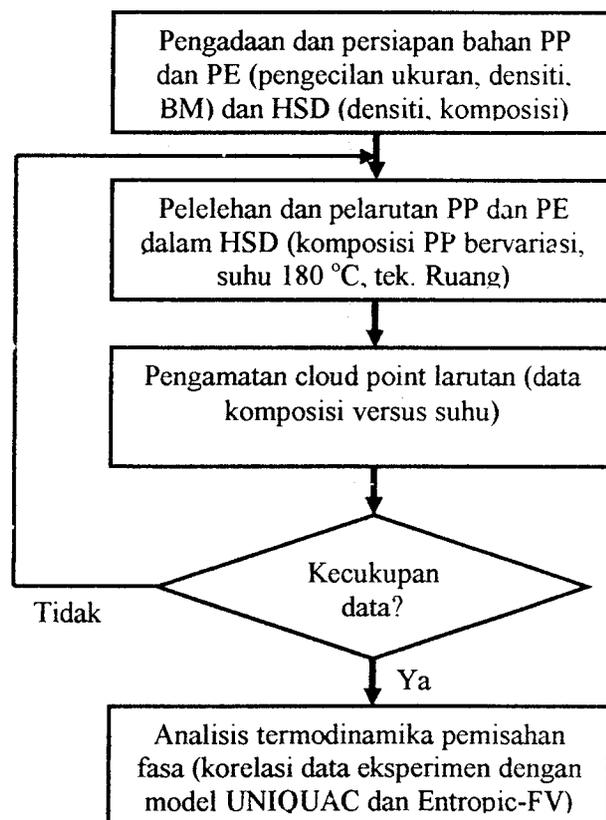
Gambar 4.2. Peralatan Homogenizer

4.3. Prosedur Penelitian

4.3.1. Prosedur Penentuan Kelarutan

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap, yaitu tahap eksperimen untuk mendapatkan data kelarutan PP dan kelarutan PE dalam HSD, dan tahap pembuatan korelasi termodinamika kelarutan menggunakan model UNIQUAC dan model Entropic-FV. Data kelarutan plastik dalam HSD dapat diperoleh dengan mengamati cloud point-nya, yaitu dengan mengamati suhu pada saat mulai terbentuknya padatan dalam larutan. Pengamatan cloud point dapat dilakukan secara visual karena larutan plastik dalam HSD bersifat bening. Cloud point dapat ditentukan ketika tanda hitam di belakang tabung gelas atau batang pengaduk di dalam tabung gelas tidak terlihat lagi (Wood dan Cooper, 2003; dan Baradie, dkk, 2004). Secara skematis, pentahapan penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Sejumlah tertentu PP yang sudah dibersihkan dan dikeringkan, dicampur dengan minyak solar dalam peralatan pelarutan. Selanjutnya campuran tersebut dipanaskan hingga suhu diatas suhu leleh PP (suhu leleh 163 °C) sampai seluruh PP larut. Selama pemanasan, campuran diaduk dengan kecepatan konstan 200 rpm agar suhu campuran homogen. Untuk mencegah terjadinya pembakaran dari campuran, digunakan gas Nitrogen sebagai purging.



Gambar 4.3. Skema Prosedur Penelitian

Penentuan cloud point dilakukan dengan menggunakan cuplikan larutan sebanyak 20 ml, yang dimasukkan ke dalam tabung gelas pada peralatan kedua. Cuplikan dalam tabung gelas ditutup, kemudian dicelupkan dalam oil bath (yaitu paraffin oil) yang berada dalam beaker glass. Paraffin tersebut sebelumnya sudah dipanaskan hingga 150° C, untuk mencegah terjadinya pendinginan larutan yang ada dalam tabung gelas secara spontan. Setelah larutan dicelupkan dalam paraffin,

pemanas dimatikan sehingga suhu paraffin turun perlahan-lahan, diikuti dengan penurunan suhu larutan plastik. Laju penurunan suhu rata-rata dari larutan plastik adalah 1 °C/menit. Untuk menjaga homogenitas suhu, oil bath diaduk secara terus-menerus dengan menggunakan pengaduk magnetik. Pengamatan cloud point larutan dilakukan secara visual, yang dibantu dengan suatu lampu penerang. Cloud point ditandai oleh perubahan larutan menjadi keruh, dan tanda hitam pada bagian belakang dari tabung gelas tidak dapat terlihat lagi. Suhu pada saat terbentuknya cloud dicatat sebagai suhu cloud point.

Untuk memvalidasi data yang diperoleh, eksperimen diulang beberapa kali pada komposisi PP yang sama. Eksperimen dilakukan pada komposisi PP yang bervariasi. Eksperimen juga dilakukan untuk sistem PE-HSD, dengan peralatan dan prosedur yang sama seperti untuk sistem PP-HSD.

Selanjutnya data kelarutan (komposisi versus suhu cloud point) yang diperoleh dari eksperimen, digunakan untuk menentukan parameter interaksi dari model UNIQUAC dan Entropic-FV. Data eksperimen penentuan cloud point pada sistem PP-HSD digunakan untuk menentukan nilai parameter interaksi, α_{ij} , dari persamaan (13). Parameter-parameter tersebut diperoleh dengan melakukan fitting data eksperimen menggunakan fungsi obyektif:

$$\text{Minimisasi: } OF = \sum_{i=1}^n \left| \frac{T_{hit} - T_{eksp}}{T_{eksp}} \right| \quad (19)$$

Dimana T_{hit} dan T_{eksp} masing-masing adalah parameter hasil prediksi dan hasil eksperimen. Penyelesaian problem optimasi dari persamaan (19) dapat dilakukan dengan menggunakan metoda Hooke-Jeeve, sebagai mana sudah diuraikan oleh Rao (1996).

Data eksperimen dan model-model yang diperoleh akan ditampilkan dalam bentuk tabel, grafik dan persamaan-persamaan.

4.3.2. Prosedur Pembuatan Emulsified Polymer Fuel

Campuran polipropilena dan minyak solar didinginkan hingga suhu kamar dan sesudahnya dicampurkan dengan air dan surfaktan dengan massa tertentu untuk diaduk dalam homogenizer (Gambar 4.3). Pencampuran ini dilakukan sesuai HLBnya, untuk surfaktan dengan HLB rendah dicampur terlebih dahulu dengan solar, sedangkan surfaktan dengan HLB tinggi dicampur dengan aquadest yang telah terlebih dahulu dipanaskan sehingga didapatkan campuran yang homogen yang selanjutnya diperoleh Emulsified Polymer Fuel (EPF). EPF tersebut selanjutnya dianalisa untuk menentukan propertinya.

4.3.3. Pengujian Kestabilan Emulsified Polymer Fuel

Pada tahap ini dilakukan analisa tentang kestabilan dari emulsi yang dihasilkan serta melihat fenomena penambahan surfaktan dan pengaruhnya terhadap kestabilan emulsi PP-HSD-air melalui visualisasi molekul yang dihasilkan. Tahap analisisnya meliputi :

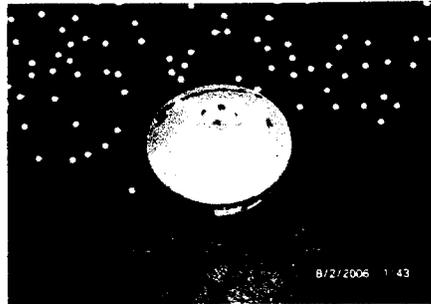
4.3.3.1. Analisa Optik.

Untuk mengetahui ukuran partikel dari emulsi yang kemudian bisa digunakan sebagai acuan dari kestabilan emulsi maka sampel dianalisa dengan menggunakan mikroskop dengan perbesaran 100 kali. Dari visualisasi yang dihasilkan dapat dilihat globulan globulan yang terbentuk serta persebarannya sehingga bisa diketahui stabil tidaknya emulsi yang terbentuk.

4.3.3.2 Sentrifugasi.

Untuk mengetahui kestabilan dari EPF yang dihasilkan dapat disentrifugasi dengan menggunakan centrifuge (Gambar 4.4), dimana emulsi dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan diputar dengan kecepatan tinggi hingga jangka waktu 1 – 2 jam, hal ini sesuai dengan ASTM D-96. Bila emulsi yang dihasilkan telah stabil maka setelah proses sentrifugasi emulsi tidak akan membentuk lapisan, karena berarti

antara partikel air dan minyak mampu terikat dengan baik dan tidak terpisah kembali meskipun telah diputar dengan kecepatan yang tinggi.



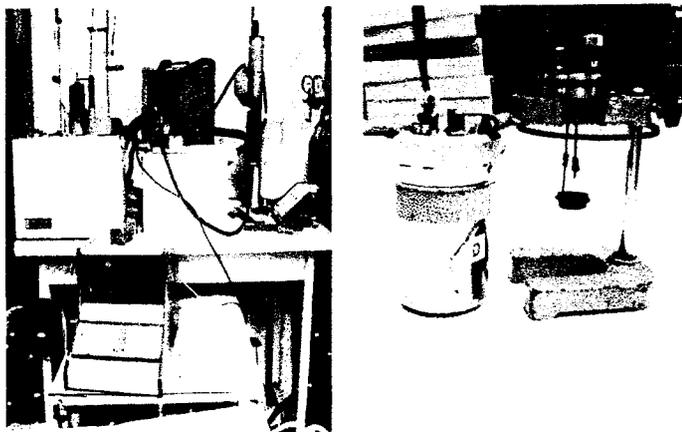
Gambar 4.4. Peralatan Sentrifuge

4.3.3.3. Karakterisasi Emulsified Polymer Fuel

Pada tahap ini dilakukan analisa tentang karakter dari EPF yang dihasilkan untuk kemudian dibandingkan dengan karakter dari HSD sehingga nantinya dapat diketahui kualitas dari EPF yang dihasilkan. Tahap analisa yang dilakukan meliputi:

Pengukuran *Heating Value*.

Untuk mengetahui nilai bakar dari EPF yang akan dibandingkan dengan nilai bakar HSD digunakan Bom Kalorimeter seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.5.



Gambar 4.5. *Bomb Calorimetric*

Sebelum digunakan, bom kalorimeter dikalibrasi terlebih dahulu dengan menggunakan asam benzoat yang mempunyai panas pembakaran 6,318 cal/g. Bahan bakar yang akan diuji diletakkan pada sampel cup dan dilakukan penimbangan. Kepala bom dipasang pada stand penyangga, kemudian sampel cup tadi diletakkan pada holder bom. Fuse wire pada kedua elektrode bom dipasang dan dibengkokkan ke permukaan sampel. Panjang fuse wire adalah 100 mm. Kemudian dilakukan pengisian oksigen pada bomb dengan menggunakan auto charger dengan tekanan 150 psi. Bucket diisi dengan air sebanyak 2 liter dan bom diletakkan dalam bucket pada posisi bagian bawah bom duduk pada circular boss pada bagian bawah bucket dan bucket diletakkan pada kalorimeter. Kabel anoda dan katoda pada kepala bom dihubungkan dan termometer dipasang hingga terendam. Setelah motor dihidupkan, jika temperatur jacket dan bucket telah disamakan, secara otomatis kalorimeter akan membakar bahan bakar dalam bom. Maka hasil nilai kalor akan terbaca pada layar monitor.

Pengukuran Densitas

Untuk mengetahui densitas dari EPF yang nantinya akan dibandingkan dengan densitas HSD dilakukan dengan penimbangan dengan menggunakan piknometer sehingga didapatkan berat dari EPF itu sendiri untuk kemudian dibagi dengan volume piknometer.

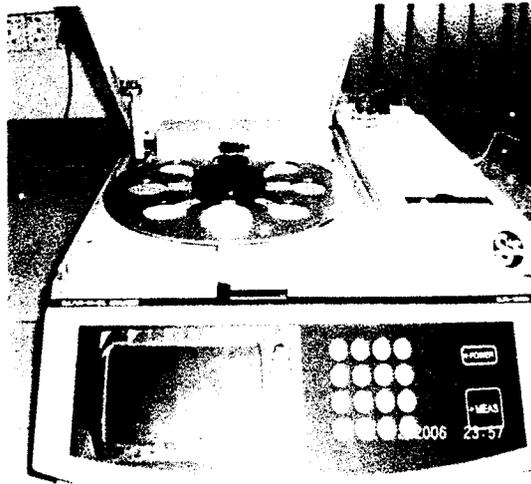
Pengukuran *Boiling Point*

Untuk mengetahui titik didih (*boiling point*) dari EPF yang nantinya akan dibandingkan dengan *boiling point* HSD dilakukan dengan mendistilasi dan didapatkan tetesan distilat pertama yang merupakan titik didihnya.

Pengukuran *Sulfure Content*

Untuk mengetahui kandungan sulfur yang ada didalam EPF yang nantinya akan dibandingkan dengan kandungan sulfur dari HSD dilakukan dengan menggunakan alat pengujian kandungan sulfur (Gambar 4.6, sesuai dengan ASTM D4294-01 yang menggunakan prinsip sinar X. Sampel ditempatkan dalam sorot X-

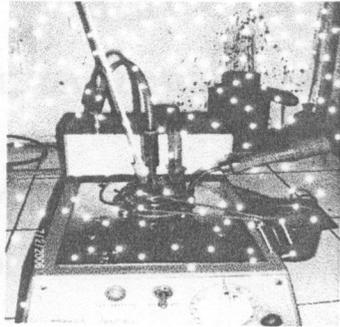
ray dan puncak intensitas garis sulfur pada 5373 Å, diukur intensitas layar belakang yang diukur pada panjang gelombang yang direkomendasikan sebesar 5190 Å (5473 Å untuk sebuah tabung target Rh) dikurangi dari intensitas puncak. Angka perhitungan bersih hasilnya kemudian diperbandingkan dengan kurva kalibrasi yang disiapkan sebelumnya untuk memperoleh kandungan sulfur dalam % massa.



Gambar 4.6. Peralatan Pengujian Kandungan Sulfur

Pengukuran *Flash Point*

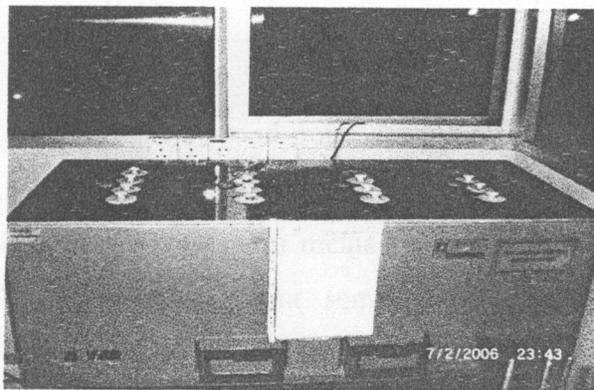
Untuk mengetahui nilai dari flash point dari EPF yang nantinya akan dibandingkan dengan flash point HSD dilakukan dengan menggunakan alat pengukur flash point jenis 'closed cup' (Gambar 4.7) dimana sampel sejumlah kurang lebih 80 ml dimasukkan kedalam cup tertutup dan diaduk kemudian api digerakkan sebagai indikator flash point nya dengan range suhu tertentu. Ketika flash point tercapai, api akan 'tertarik' ke dalam cup dan mati. Analisa Flash point dengan metode closed cup ini sesuai dengan ASTM D-93-61



Gambar 4.7. Peralatan Pengukuran Flash Point.

Pengukuran *Pour Point*

Untuk mengetahui nilai dari pour point dari EPF yang nantinya akan dibandingkan dengan pour point HSD dilakukan dengan menggunakan alat yang disebut Seta Cloud and Pour Point Refrigerant Unit (Gambar 4.8) dimana tabung yang berisi sampel dimasukkan kedalam ruang sampel yang didinginkan hingga suhu -34°C hingga suhu dimana sampel tidak dapat dituang, suhu inilah yang kemudian disebut dengan pour point. Metode pengujian ini sesuai dengan dengan ASTM D-97.



Gambar 4.8 Seta Cloud and Pour Point Refrigerant Unit.