

BAB III METODE PENELITIAN

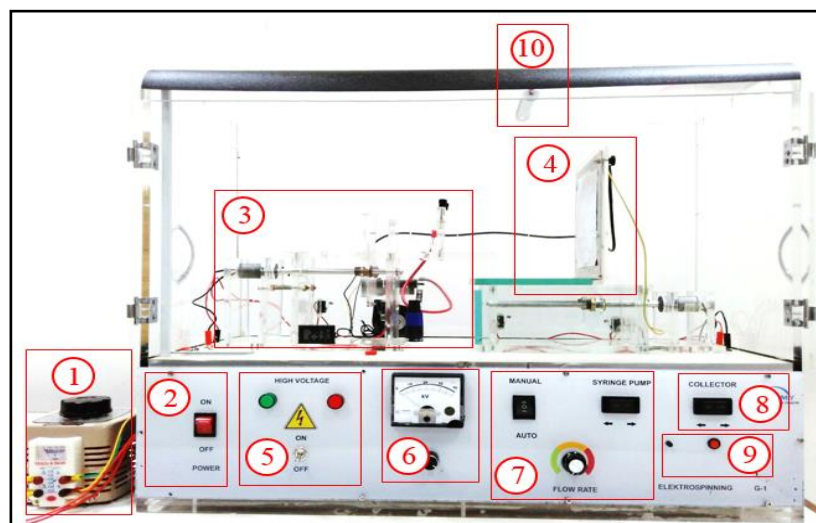
3.1. Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan adalah sebagai berikut:

1. Polivinil alkohol (PVA) gohsenol ($M_w = 22.000 \text{ g/mol}$)
2. Aquades
3. *Aloe vera powder*
4. Nanoemulsi kitosan yang digunakan diproduksi oleh Dr. Yusmaniar selaku dosen Fakultas MIPA dan Kimia di Universitas Negeri Jakarta.

3.2. Alat Penelitian

1. Mesin elektrospinning, berfungsi sebagai pembentuk serat nano. Alat elektrospinning yang digunakan adalah milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.1).



Gambar 3.1. Alat elektrospinning

Nama Komponen

- | | |
|---|-----------------------------|
| 1. Pengatur tegangan manual | 8. Tombol Pengatur kolektor |
| 2. Tombol ON/OFF | 9. Tombol pengatur lampu |
| 3. Pengumpan (tempat syringe) | 10. Lampu |
| 4. Kolektor | |
| 5. Saklar ON/OFF <i>high voltage</i> | |
| 6. Voltmeter | |
| 7. Tombol Pengatur laju alir <i>syringe</i> | |

2. *Optical microscope*, berfungsi sebagai alat bantu untuk mengoptimasi kondisi parameter elektrospinning. Alat *optical microscope* yang digunakan adalah milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.2).



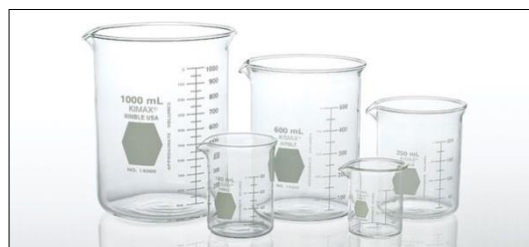
Gambar 3.2. *Optical microscope*

3. *Hot plate stirrer*, berfungsi sebagai pengaduk dan pemanas (Gambar 3.3).



Gambar 3.3. *Hot plate stirrer*

4. Gelas ukur, berfungsi sebagai pengukur dan wadah pembuatan larutan (Gambar 3.4).



Gambar 3.4. Gelas ukur

5. Timbangan digital, berfungsi untuk menimbang bahan (Gambar 3.5).



Gambar 3.5. Timbangan digital

6. *Syringe pump* 10 ml, berfungsi sebagai tempat larutan polimer elektrospinning (Gambar 3.6).



Gambar 3.6. *Syringe*

7. Aluminium foil, berfungsi sebagai pengumpul fiber (Gambar 3.7).



Gambar 3.7. Aluminium foil

8. Pipet, berfungsi untuk menghisap dan memindahkan cairan dalam skala kecil (Gambar 3.8).



Gambar 3.8. Pipet

9. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dari kontaminasi (Gambar 3.9).



Gambar 3.9. Sarung tangan nitril

10. Stopwatch, berfungsi sebagai pengukur waktu selama penelitian (Gambar 3.10).



Gambar 3.10. Stopwatch

11. Termometer, berfungsi sebagai pengukur temperatur larutan selama pemanasan (Gambar 3.11).



Gambar 3.11. Termometer

12. Spatula, berfungsi sebagai penambah atau pengurang bahan kimia padatan dalam skala kecil (Gambar 3.12).



Gambar 3.12. Spatula

13. Pinset, berfungsi sebagai alat bantu, baik menjepit maupun mengambil sampel (Gambar 3.13).



Gambar 3.13. Pinset

14. Jerigen pembuangan, berfungsi sebagai wadah pengumpul larutan yang sudah tidak terpakai (Gambar 3.14).

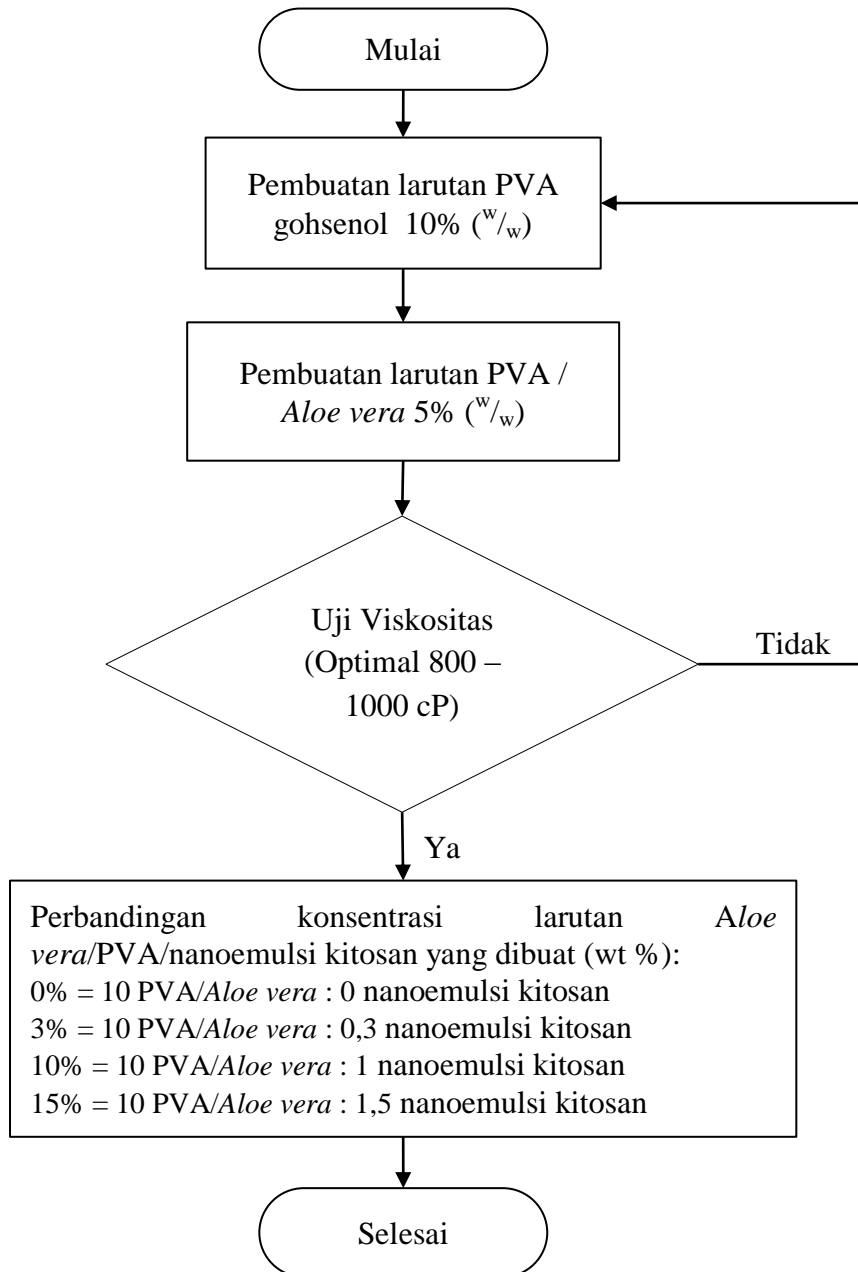


Gambar 3.14. Jerigen pembuangan

3.3. Pelaksanaan Penelitian

Berikut merupakan diagram alir dari proses pembuatan larutan, optimasi parameter proses elektrosinning, dan pembuatan membran hibrid nanofiber dan pengujian sampel.

3.3.1 Pembuatan Larutan



Gambar 3.15. Diagram alir proses pembuatan larutan

Proses persiapan larutan dilakukan dalam beberapa tahap. Adapun tahap pertama adalah membuat larutan PVA 10% ($^w/w$), yaitu dengan melarutkan 10 gram PVA ke dalam 100 gram aquades (Gambar 3.16). Proses pelarutan dilakukan pada suhu $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam dengan menggunakan *hot plate stirrer* untuk mendapatkan kondisi larutan yang homogen, kemudian diamkan hingga mencapai suhu ruangan.



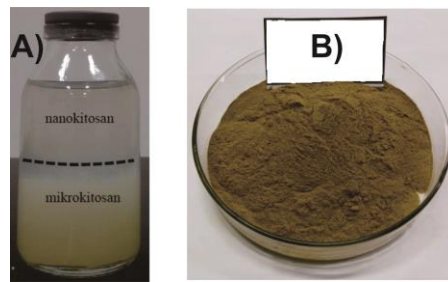
Gambar 3.16. Proses pembuatan larutan PVA 10% ($^w/w$)

Tahap selanjutnya ialah pembuatan larutan A (matriks *Aloe vera*/PVA), yaitu dengan mencampur 5 gram *aloe vera powder* ke dalam 100 gram larutan PVA 10% ($^w/w$). Proses pencampuran dilakukan dengan menggunakan metode yang sama dengan pembuatan larutan PVA 10% ($^w/w$) sebelumnya (Gambar 3.17). Selanjutnya larutan A dioptimasi dengan alat *viscoumeter* untuk mengetahui nilai kekentalan dari larutan (800 – 1000 cP).



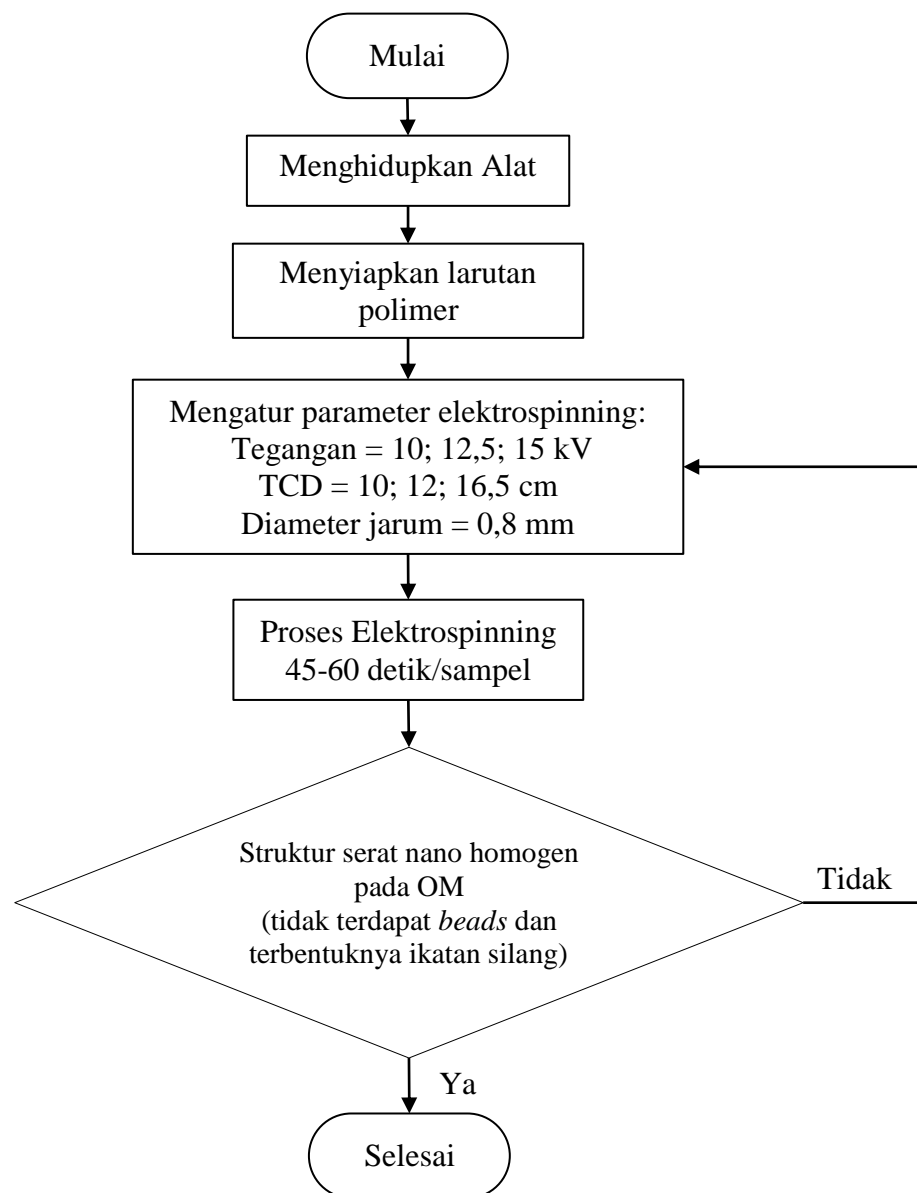
Gambar 3.17. Proses pembuatan larutan A (matriks *Aloe vera*/PVA)

Tahap terakhir adalah membuat larutan B, C, dan D yang masing-masing susunan penambahannya adalah 0,3 gram, 1 gram, dan 1,5 gram (wt %) nanoemulsi kitosan pada 10 gram larutan A selama 1 jam dengan suhu rendah antara 35°C - 40°C . Nanoemulsi kitosan dan *aloe vera powder* yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.18).



Gambar 3.18. Bahan penelitian; (A) Nanoemulsi kitosan dan (B) *Aloe vera powder*

3.3.2 Optimasi Elektrosinning

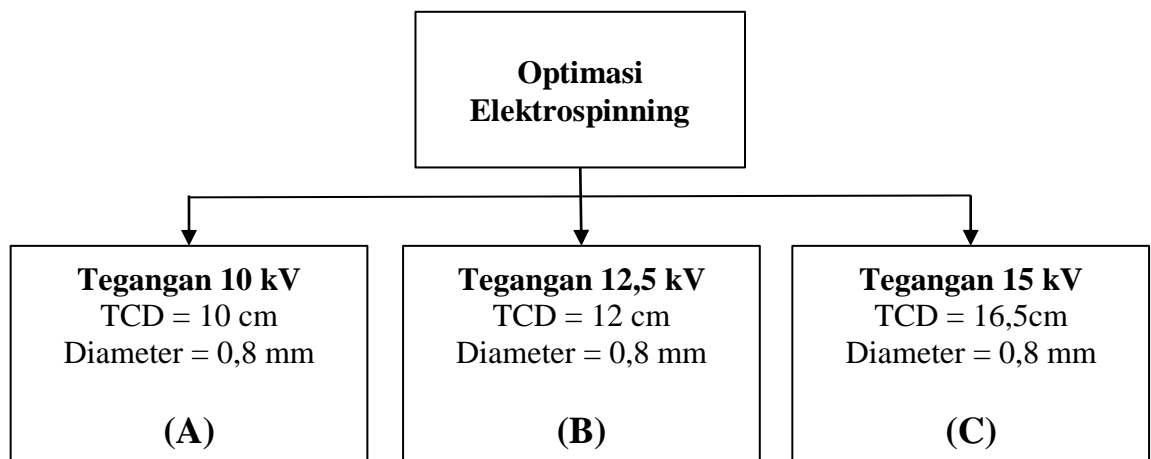


Gambar 3.19. Diagram alir proses optimasi elektrosinning

Sebelum membuat membran sebaiknya perlu dilakukan pengaturan parameter proses pada alat elektrospinning seperti tegangan dan jarak TCD, sehingga serat yang dihasilkan sesuai dengan yang diinginkan. Dalam prakteknya, langkah pertama yang dilakukan adalah menyalakan alat elektrospinning. Selanjutnya, menyiapkan *syringe* 10 ml yang telah diisi 3 ml dari larutan polimer PVA 10% (^w/_w). Kaca preparat yang telah disiapkan, dilekatkan pada kolektor dengan menggunakan bantuan perekat. Setelah itu, alat elektrospinning dijalankan sesuai dengan variasi parameter yang sudah ditentukan pada Gambar 3.21 selama 45 - 60 detik /sampel.



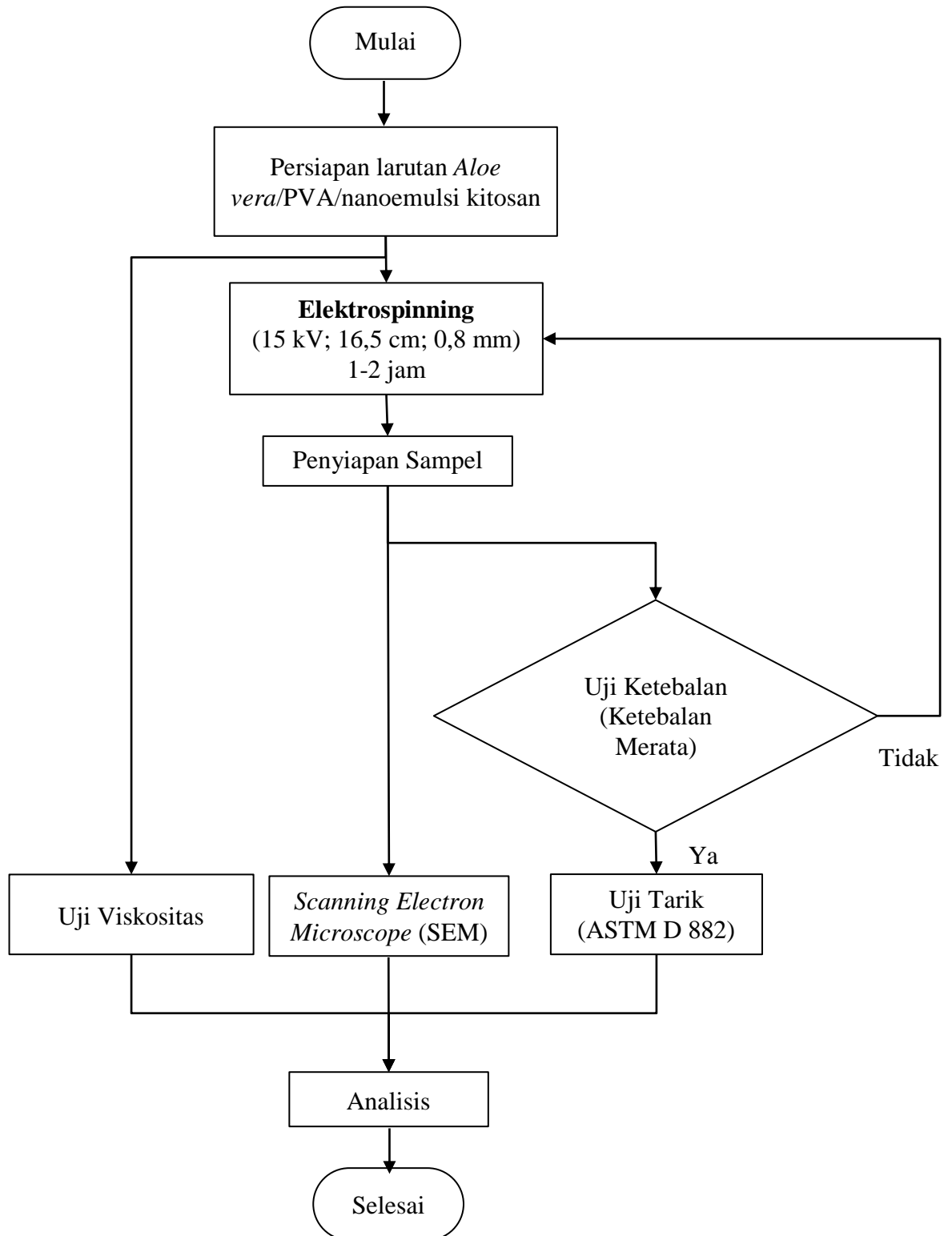
Gambar 3.20. Kaca preparat



Gambar 3.21. Variasi optimasi parameter proses

Hasil dari ketiga variasi yang telah dijalankan dengan alat elektrospinning, dapat dianalisa dengan menggunakan alat *optical microscope*. Alat *optical microscope* yang digunakan adalah alat milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.2).

3.3.3 Pembuatan Membran Hibrid Nanofiber dan Pengujian Sampel



Gambar 3.22. Diagram alir proses pembuatan membran dan pengujian sampel

Setelah larutan dibuat dan didapatkan optimasi parameter proses elektrospinning, hal selanjutnya adalah membuat membran hibrid nanofiber untuk dijadikan sampel pengujian. Pembuatan membran dilakukan dengan mempersiapkan larutan A, B, C, dan D yang dimasukkan kedalam *syringe* 10 ml dan menggunakan tegangan 15 kV, jarak TCD 16,5 cm, serta *flow rate* 8,33 μ l/min. Persiapan spesimen untuk uji viskositas, SEM, dan uji tarik dibahas pada sub bab instrumen analisis dan pengujian sampel.

3.3.3.1 Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

3.3.3.1.1 Preparasi Sampel Uji Viskositas

Persiapan sample untuk uji viskositas telah dilakukan dalam sub bab proses persiapan larutan. Pengujian viskositas bertujuan untuk mengetahui kadar kekentalan larutan dari penambahan nanoemulsi kitosan terhadap matriks *Aloe vera*/PVA. Alat yang digunakan untuk uji viskositas adalah alat milik Laboratorium Teknologi Pertanian Universitas Gadjah Mada (Gambar3.23).



Gambar 3.23. Alat *viscometer DV-II+ Pro*

3.3.3.1.2 Preparasi Sampel *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Adapun persiapan sampel SEM diambil dari sebagian kecil hasil fabrikasi membran hibrid nanofiber yang dibuat selama 30 menit (Gambar 3.24). Tujuan dari analisis membran adalah untuk mengetahui morfologi membran dengan melihat struktur serat, diameter, dan ikatan silang (*crosslink*) yang ada pada membran.



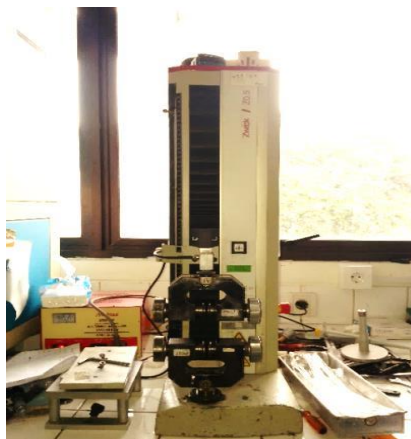
Gambar 3.24. Sampel SEM

3.3.3.1.3 Preparasi Sampel Uji Tarik

Tujuan dilakukannya pengujian tarik adalah untuk mengetahui pengaruh dari struktur nanofiber terhadap kuat tarik membran. Pembuatan membran dilakukan selama 2 - 3 jam dan alat yang digunakan dalam pengujian ini adalah alat milik Laboratorium Teknik Pertanian Universitas Gadjah Mada. Spesifikasi alat pengujian tarik disajikan pada Tabel 3.1 dan Gambar 3.25.

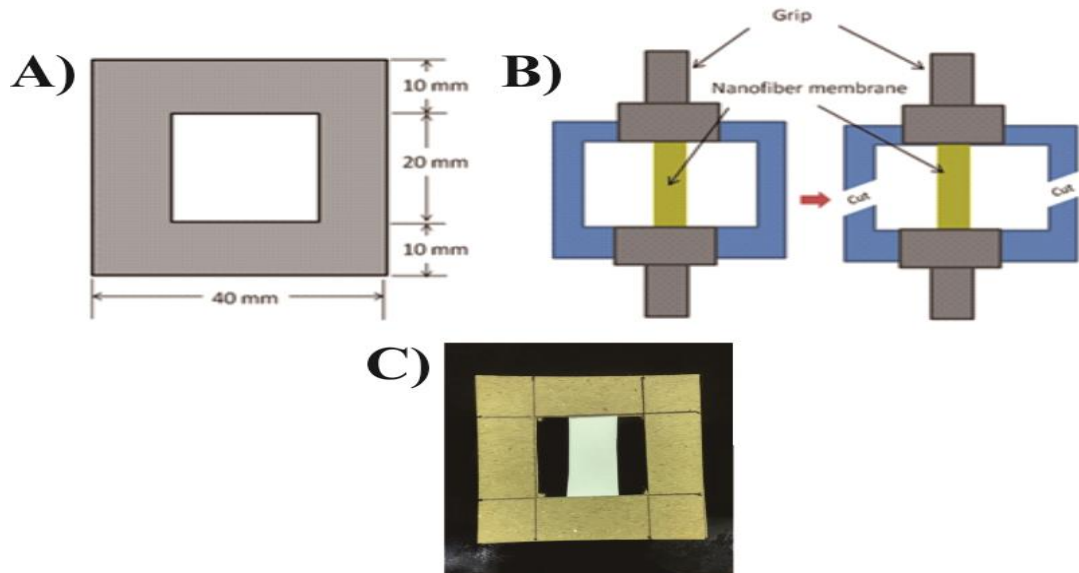
Tabel 3.1. Spesifikasi alat pengujian tarik

Zwick BL-GRS500N	
Model	Zwick
Tahun	2001
Type	KAD-Z
Seri	0,5
Asal	German
<i>Load cell</i>	500 N
<i>Speed testing</i>	10 mm/menit



Gambar 3.25. Universal Testing Machine Zwick 0,5

Proses preparasi sampel uji tarik dapat menyesuaikan dengan standar ASTM D 882 (Gambar 3.26).



Gambar 3.26. (A) Frame standar ASTM D 882, (B) Posisi grip terhadap sampel, (C) Preparasi sampel uji tarik (Wang, 2013)

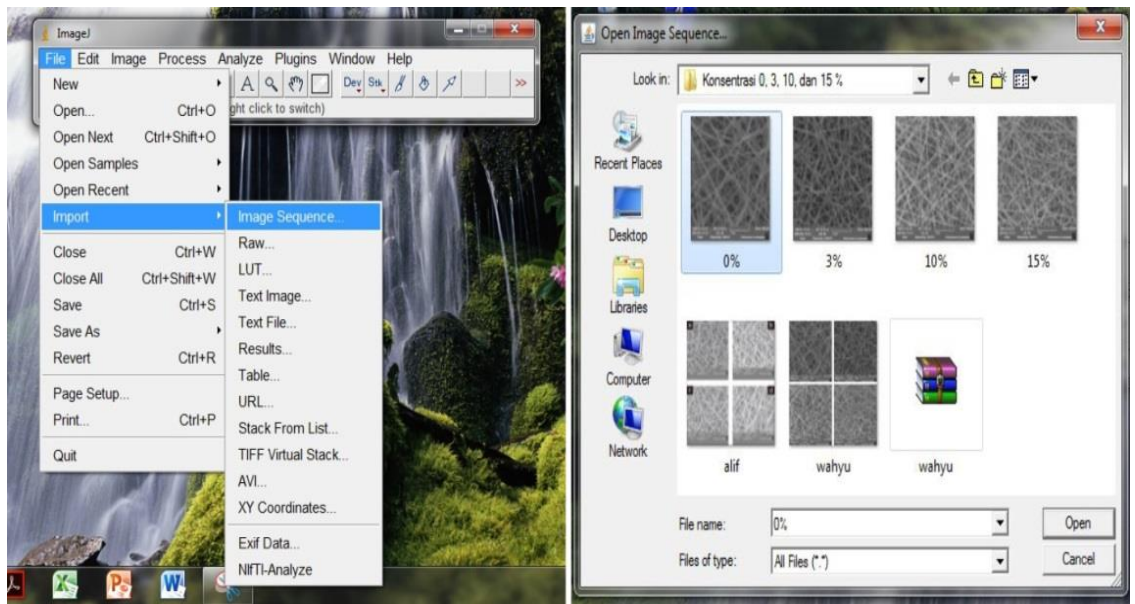
Berikut merupakan penjelasan dalam penggunaan standar ASTM D882:

1. Dimensi sampel: 40 x 10 mm
2. *Gauge length*: 20 mm
3. *Strain rate*: 10 mm/min
4. *Load cell*: 400 N

3.4 Software *ImageJ*

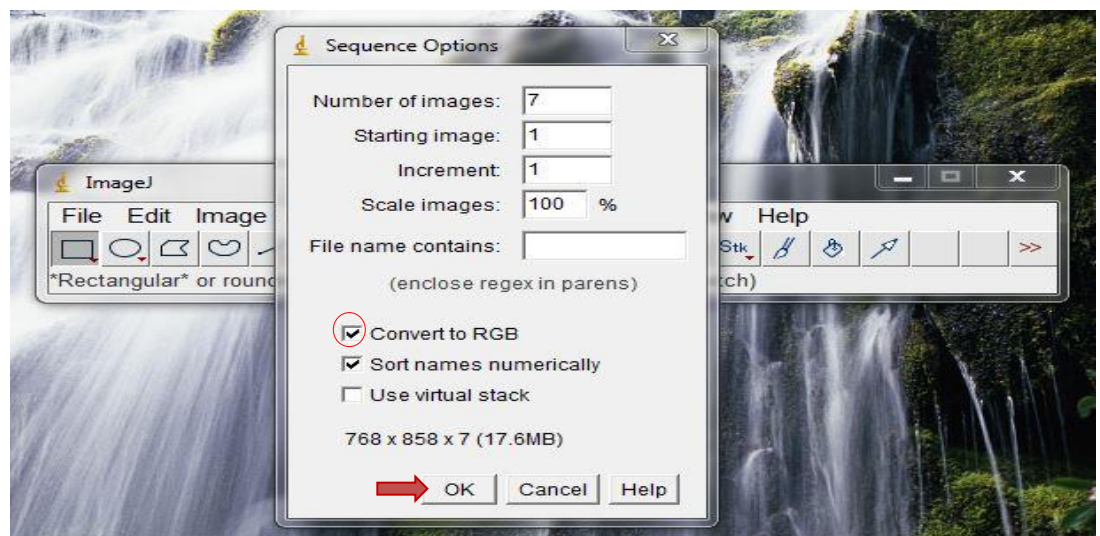
Software ImageJ merupakan salah satu metode untuk mengetahui ukuran distribusi diameter nanofiber pada penambahan konsentrasi nanoemulsi kitosan 0-15%. Berikut merupakan langkah-langkah penggunaan *software ImageJ* untuk mengukur distribusi diameter nanofiber:

1. Membuka *software ImageJ* pada tampilan desktop.
2. Melakukan “Impor” data dan pilih hasil citra SEM yang ingin di ukur diameternya (Gambar 3.27).



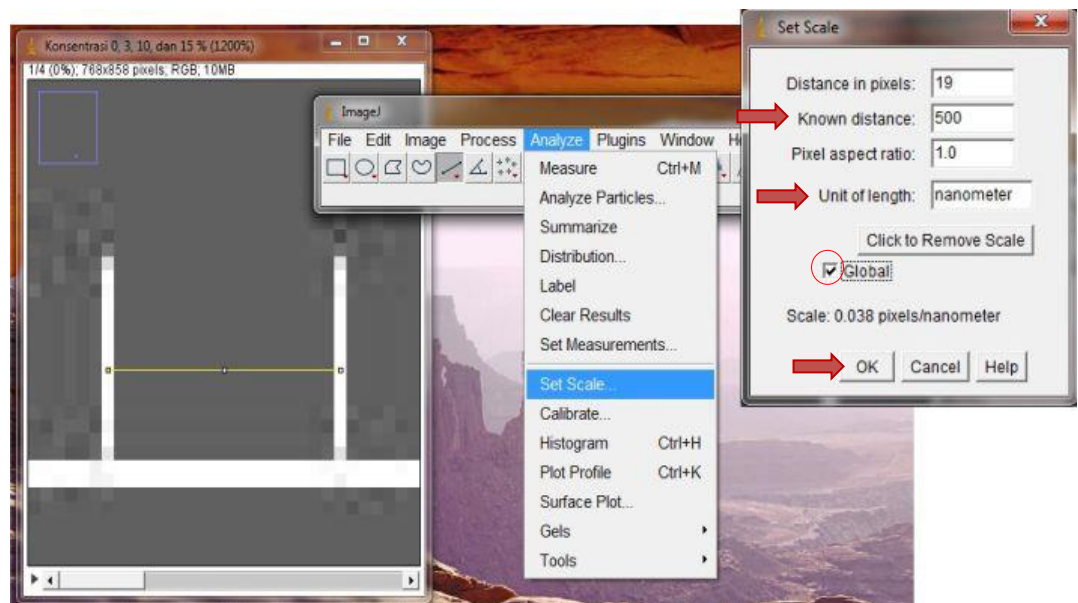
Gambar 3.27. Impor data hasil citra SEM

3. Mencentang kolom bertulisan “Convert to RGB” kemudian klik “OK” pada panel “Sequence Options” (Gambar 3.28).



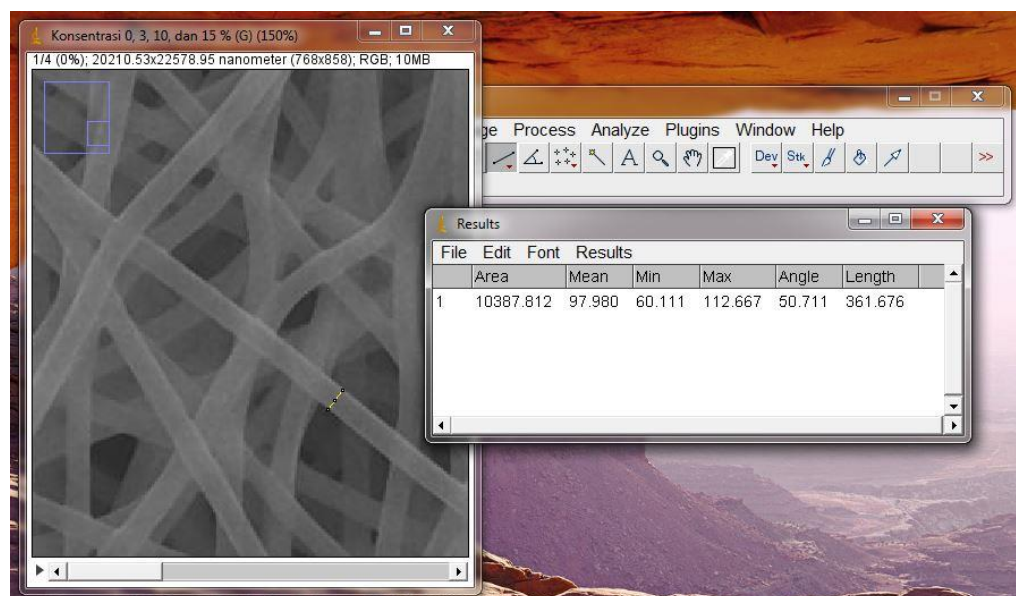
Gambar 3.28. Panel “Sequence Options”

4. Melakukan “Set Scale” ukuran foto hasil citra SEM, kemudian isi kolom “known distance” dengan skala 500 nm setelah itu isi kolom “unit of length” dengan tulisan “nanometer”, selanjutnya centang kolom bertuliskan “Global” dan klik “OK” (Gambar 3.29).



Gambar 3.29. “Set Scale” ukuran foto citra SEM

5. Melakukan pengukuran secara acak dengan menandai 100 titik yang berbeda pada foto hasil uji SEM. Tujuannya adalah untuk mendapatkan hasil diameter nanofiber yang detail pada setiap titiknya.



Gambar 3.30. Pengukuran 100 titik pada citra SEM