

BAB III METODE PENELITIAN

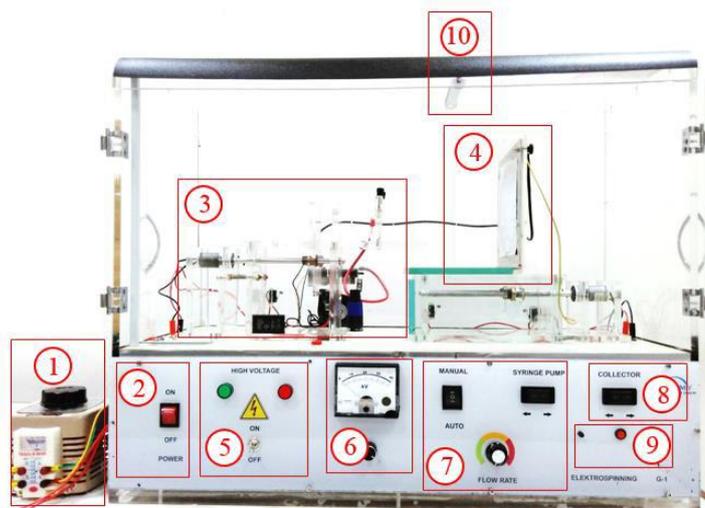
3.1 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. PVA gohsenol (*polyvinyl alcohol*)
2. Aquades.
3. Lendir bekicot.

3.2 Alat Penelitian

1. Mesin *electrospinning*, berfungsi sebagai pembentuk serat nano.



Gambar 3.1 Alat *Electrospinning* G1 Fakultas Teknik Mesin UMY

Nama Komponen

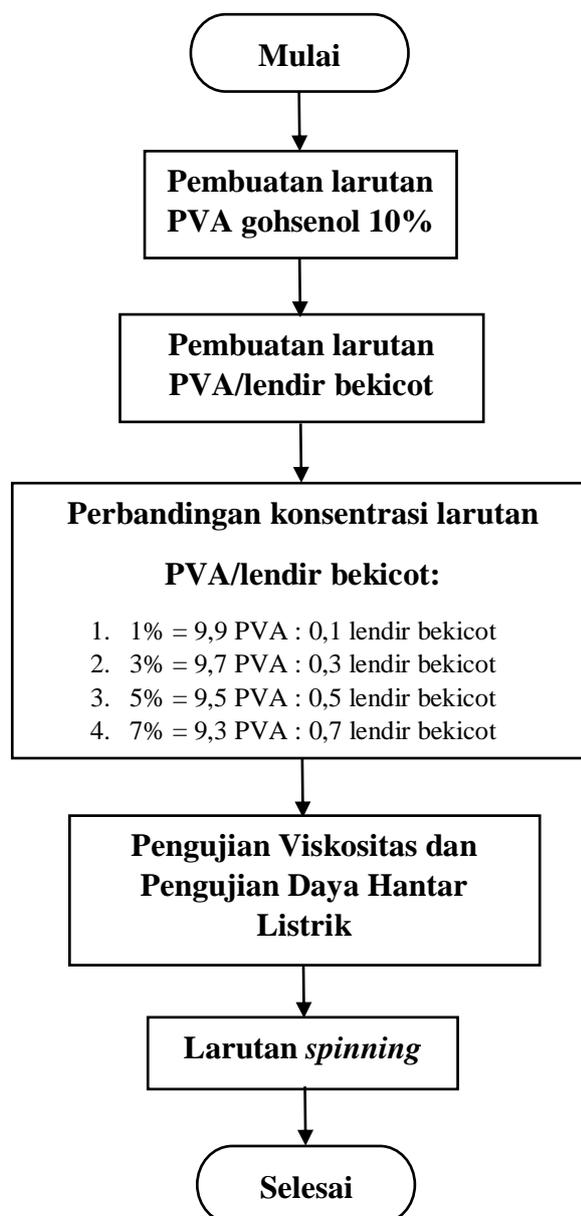
- | | |
|--------------------------------------|-----------------------------|
| 1. Pengatur tegangan manual | 8. Tombol pengatur kolektor |
| 2. Tombol ON/OFF | 9. Tombol pengatur lampu |
| 3. Pengumpan (tempat syringe) | 10. Lampu |
| 4. Kolektor | |
| 5. Saklar ON/OFF high voltage | |
| 6. Voltmeter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

2. Hot plate stirrer, berfungsi sebagai pengaduk dan pemanas.
3. Jarum suntik (needle), berfungsi sebagai pengumpan kutub positif.
4. Aluminium foil, berfungsi sebagai pengumpul serat nano.
5. Gelas ukur, berfungsi sebagai pengukur larutan yang akan dibuat.
6. Pipet, berfungsi untuk mengambil dan memindahkan cairan dalam skala kecil.
7. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dari kontaminasi.
8. Masker, berfungsi untuk menjaga kesehatan sekaligus menghindari kontaminasi.
9. Jrigen pembuangan, berfungsi sebagai pengumpul larutan yang sudah tidak terpakai.
10. Tisu, berfungsi untuk membersihkan alat yang akan digunakan.
11. Timbangan digital, berfungsi untuk menimbang massa sampel.
12. Stopwatch, berfungsi sebagai pengukur waktu selama penelitian.
13. Termometer, berfungsi sebagai pengukur suhu larutan selama pemanasan.
14. Spatula, berfungsi sebagai penambah atau pengurang bahan kimia padatan dalam skala kecil.
15. Pinset, berfungsi sebagai alat bantu menjepit maupun mengambil sampel.
16. *Syringe pump* 10 ml, berfungsi sebagai tempat larutan polimer *electrospinning*.

3.3 Pelaksanaan Penelitian

Berikut merupakan diagram alir dari proses pembuatan larutan, optimasi parameter proses electrospinning dan pembuatan membran *nanofiber* serta pengujian sampel.

3.3.1 Pembuatan Larutan PVA/Lendir bekicot



Gambar 3.2 Diagram alir langkah kerja 1

Pada proses pembuatan polimer PVA/lendir bekicot terdapat beberapa tahap yang harus dilakukan, yaitu :

1. Diawali tahap pembuatan larutan PVA murni dilakukan dengan menimbang 100 gram aquades lalu menuangkan ke dalam gelas ukur 100ml dan 10 gram PVA yang ditempatkan pada gelas ukur 10ml.
2. Gelas ukur yang telah berisi aquades dengan berat 100 gram dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan putaran 200-300 rpm dan suhu 80°. Kemudian menuangkan 10 gram PVA kedalam aquades perlahan-lahan agar saat proses pelarutan PVA tidak mengalami gumpalan. Seperti pada (gambar 3.3).



Gambar 3.3 Proses penuangan PVA kedalam aquades

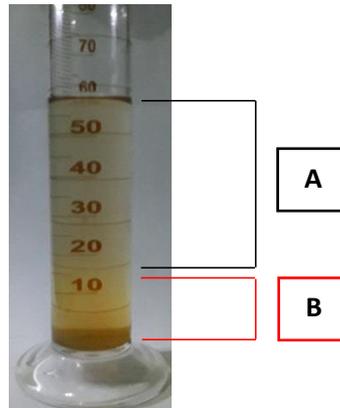
3. Proses pelarutan PVA menggunakan magnetic stirrer membutuhkan waktu 1jam dengan suhu 80° konstan. Waktu 1jam dihitung setelah larutan mencapai suhu 80° agar mendapatkan larutan yang homogen.
4. Larutan PVA yang sudah jadi kemudian didiamkan dengan suhu ruangan selama ± 12 jam dan disimpan didalam wadah yang benar-benar terjaga kerapatannya.
5. Mempersiapkan lendir bekicot untuk dipadukan dengan larutan PVA. Cara pengambilan lendir bekicot terdapat beberapa metode, salah satunya yaitu dengan metode kedap udara. Bekicot yang sudah dipersiapkan kemudian dimasukkan kedalam plastik dengan jumlah 25 bekicot yang berukuran besar maupun kecil. Bekicot yang digunakan adalah bekicot yang berada di area persawahan. Setelah itu, udara yang ada didalam plastik yang telah berisi bekicot dihilangkan dan diikat rapat agar udara luar tidak bisa masuk. Tujuannya adalah ketika didalam plastik tidak ada sirkulasi udara maka udara didalam plastik

suhunya akan semakin meningkat, Dengan kenaikan suhu tersebut maka bekicot akan keluar merambat sambil mengeluarkan lendirnya. Lendir tersebut akan berkumpul menjadi satu dibagian bawah plastik sehingga dengan mudah kita dapat menuangkan kedalam gelas yang sudah dipersiapkan. Lendir bekicot yang sudah didapatkan kemudian dilakukan tahap filtrasi menggunakan penyaring agar lendir yang didapatkan bersih dari kotoran. Pengambilan lendir bekicot dengan metode kedap udara ini lebih efektif dikarenakan bekicot yang telah di ambil lendirnya, 24jam berikutnya dapat di ambil lendir bekicotnya lagi. Berbeda dengan metode memecah cangkang pada bagian ujung bekicot maka dengan waktu 24jam tidak dapat di ambil lagi lendirnya dikarenakan ketika setelah usai pengambilan lendir bekicot cangkang dalam posisi terpecah, sehingga ketika bekicot kita kembalikan ke habitatnya dan bekicot melakukan aktifitas maka lendir tersebut akan keluar terus menerus selama cangkang tersebut masih dalam kondisi pecah. Proses pengambilan lendir bekicot menggunakan metode kedap udara dapat dilihat pada (gambar 3.4).



Gambar 3.4 Proses pengambilan lendir bekicot

6. Lendir bekicot yang telah disaring kemudian diendapkan selama ± 3 jam guna memisahkan sisa kotoran yang tidak dapat melewati proses filtrasi. Kemudian lendir bekicot yang digunakan pada bagian A, Sedangkan pada bagian B merupakan sisa dari endapan, terlihat pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 (A). Bagian lendir bekicot yang digunakan, (B). Endapan lendir bekicot.

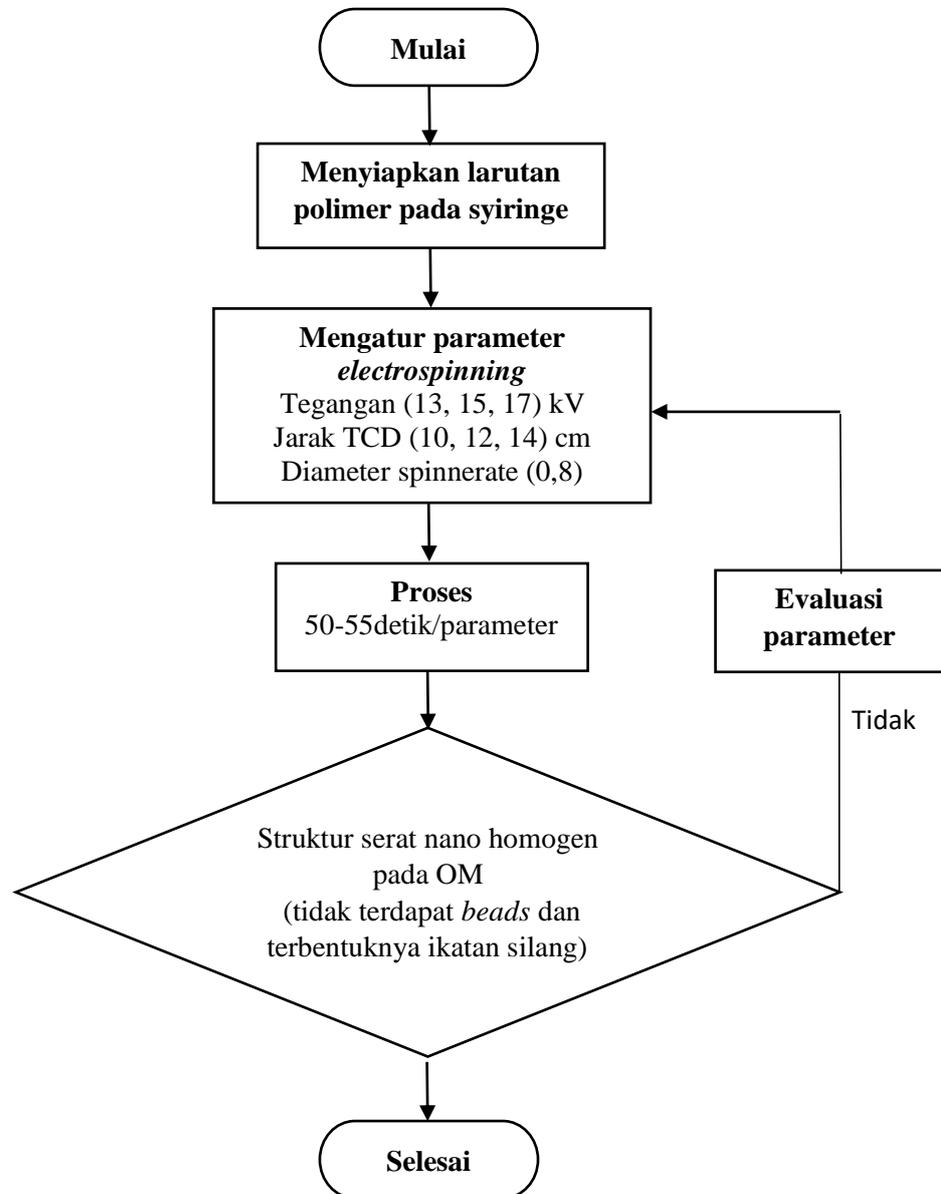
7. Langkah selanjutnya lendir bekicot dipadukan dengan larutan PVA menggunakan magnetic stirrer putaran 200-300rpm tanpa menggunakan suhu selama 3 jam. Dengan perbandingan konsentrasi sebagai berikut :

Tabel 3.1. Perbandingan konsentrasi PVA/Lendir bekicot

NO	Konsentrasi Larutan (w/w)	Perbandingan (w/w)
1	PVA/lendir bekicot 1%	9,9 : 0,1
2	PVA/lendir bekicot 3%	9,7 : 0,3
3	PVA/lendir bekicot 5%	9,5 : 0,5
4	PVA/lendir bekicot 7%	9,3 : 0,7

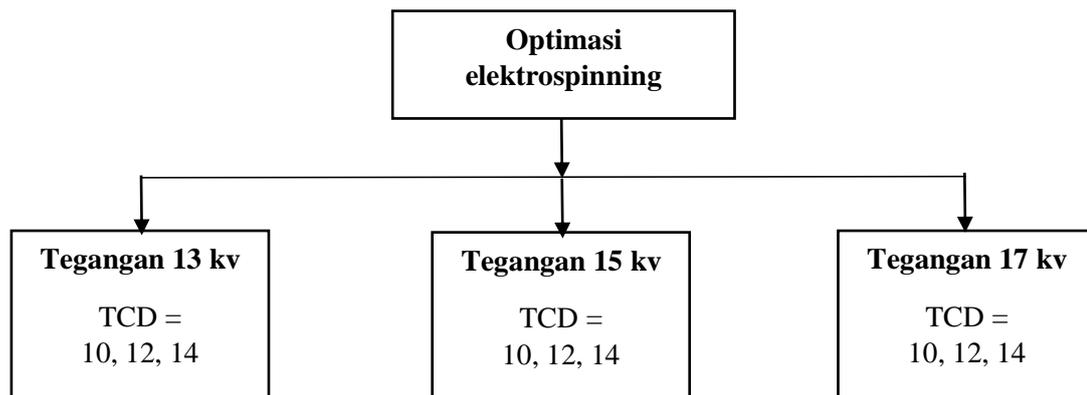
8. Polimer PVA/lendir bekicot disimpan ke dalam wadah yang tertutup rapat.

3.3.2 Optimasi Parameter *Electrospinning*



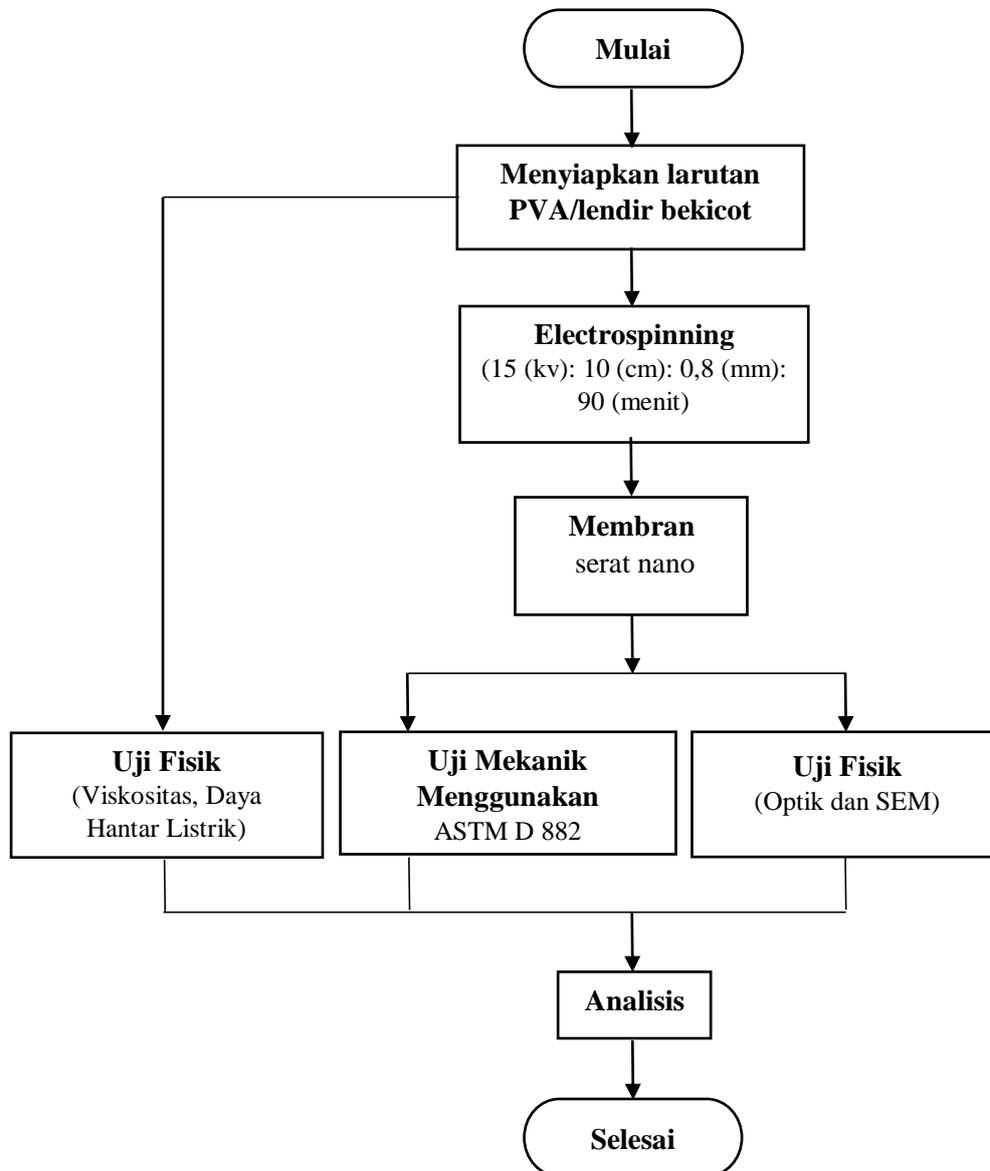
Gambar 3.6 Diagram alir langkah kerja 2

Optimasi *electrospinning* dilakukan menggunakan alat *Microscope Optic* untuk melihat hasil *electrospinning* pada parameter yang sudah ditentukan sebelumnya. Tahap optimasi diawali dengan mempersiapkan bahan seperti syringe dan larutan PVA. Kemudian larutan PVA 10% dituangkan ke syringe sebanyak 10 ml dan pastikan didalam syringe tidak ada gelembung udara sedikitpun agar ketika proses optimasi membran tidak terputus. Setelah itu memasang *syringe* pada alat *electrospinning* dan mengatur parameter yang mempengaruhi proses *electrospinning* diantaranya jarak dari ujung spinnerate ke plat kolektor TCD, tegangan, diameter *spinnrate* dan timer selama 50 detik. Kondisi paling optimal (menghasilkan *beads* sedikit atau tanpa *beads* dan tidak terbentuknya serat melingkar) yang diamati menggunakan *microscop optic*. Yang kemudian akan dilanjutkan untuk proses *electrospinning*.



Gambar 3.7 Optimasi parameter proses *electrospinning*.

3.3.3 Pembuatan Membran Serat Nano PVA/Lendir bekicot



Gambar 3.8 Diagram alir langkah kerja 3

Pembuatan membran *nanofiber* menggunakan mesin *electrospinning* dengan parameter optimum hasil optimasi menggunakan *Optical Microscope* yaitu TCD 10 cm, tegangan = 15 kV dan diameter *spinnrate* 0,8 mm. Waktu yang digunakan berbeda dengan saat proses optimasi, pada proses pembuatan membran nanofiber membutuhkan waktu 45 menit hasil membran digunakan untuk pengujian SEM (scanning electron microscope) dan 90 menit hasil membran digunakan untuk pengujian Tarik. Hasil membrane dapat dilihat pada (Gambar 3.9).



Gambar 3.9 Hasil fabrikasi menggunakan *electrospinning*.

3.3.3.1 Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

3.3.3.1.1 Preparasi Sampel Uji *Optical Microscope* (OM)

Penggunaan *Optical Microscope* bertujuan unrtuk mengetahui kondisi optimum dari *electrospun* serta digunakan untuk mengukur ketebalan membran *nanofiber* guna persiapan sampel uji tarik. Sampel yang digunakan untuk uji *Optical Mircscope* dibuat menggunakan kaca preparat dengan metode *electrospinning* selama 50-55 detik. Hasil optimasi ini dapat dilihat seperti (Gambar 3.10).



Gambar 3.10 Sampel *optical microscope*.

3.3.3.1.2 Preparasi Pengujian Viskositas

Sampel yang digunakan untuk pengujian viskositas merupakan larutan PVA/lendir bekicot dengan variasi lendir bekicot 1%, 3%, 5% dan 7%. Setiap sampel dibuat dengan perlakuan yang sama dan masing-masing sampel sebanyak 75 ml. Pengujian viskositas dilakukan di Laboratorium uji Rekayasa Proses Pengolahan fakultas teknologi pertanian Universitas Gadjah Mada menggunakan alat uji Viskometer merk Brookfield seperti pada (Gambar 3.11).



Gambar 3.11 Viskometer Brookfield.

3.3.3.1.3 Preparasi Pengujian Daya Hantar Listrik (DHL)

Sampel yang digunakan untuk pengujian daya hantar listrik (DHL) sama halnya dengan sampel untuk pengujian Viskositas. Pada pengujian ini sampel yang digunakan menggunakan polimer sebanyak 20ml untuk setiap sampelnya.

3.3.3.1.4 Preparasi Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM (Scanning Electron Microscope) merupakan salah satu jenis mikroskop yang digunakan untuk melihat permukaan sampel dari *object solid* secara langsung. Perbesaran pada SEM dapat diatur dan dapat mencapai kisaran 6 kali lipat dari sekitar 10 sampai 500,000 kali sehingga SEM mampu melihat morfologi permukaan sampai kurang dari $1\mu m$. Penyiapan sampel yang digunakan untuk pengujian SEM terdapat beberapa tahap yang harus dilakukan terlebih dahulu, diantaranya:

1. Pembuatan membran serat nano dibuat dengan lama waktu masing-masing konsentrasi 45 menit dikarenakan dengan lama waktu 45 menit membran yang terdapat pada aluminium foil sudah dapat diambil.
2. Membran yang telah diambil dari aluminium foil selanjutnya dipotong pada bagian yang sekiranya paling tebal dengan ukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$.
3. Membran siap dilakukan pengujian SEM.

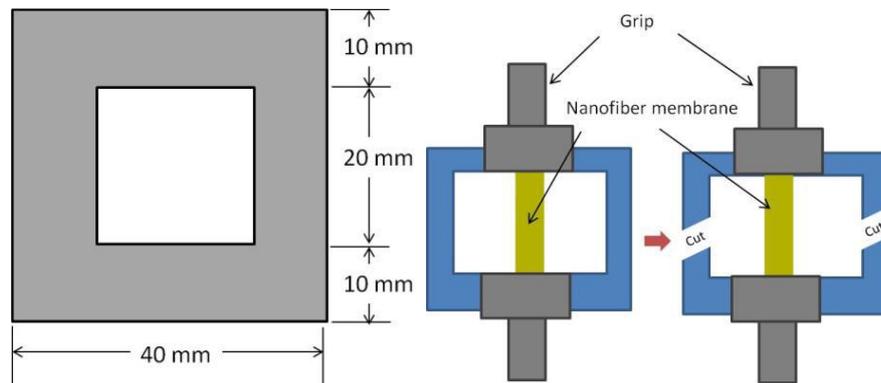
3.3.3.1.5 Preparasi pengujian Tarik

Pengujian Tarik dilakukan untuk mengetahui pengaruh struktur serat nano terhadap kuat tarik membrane. Pengujian ini dilakukan menggunakan mesin yang ada di laboratorium teknik pertanian Universitas Gajah Mada dengan spesifikasi alat sebagai berikut:

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

Spesemen atau membrane yang akan dilakukan uji tarik harus memenuhi persyaratan sesuai dalam standar ASTM D882 adalah sebagai berikut:

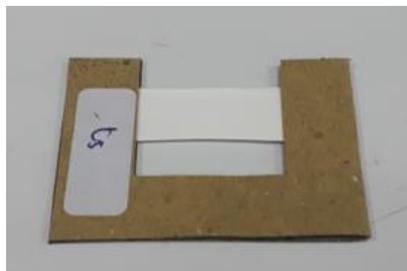
1. Dimensi spesimen : 40 x 10 mm
2. Gauge length : 20 mm
3. Strain rate : 5
4. Load cell : 100 N



Gambar 3.12 Dimensi spesimen dan grip ASTM D882.

Pada pengujian Tarik membrane serat nano, terdapat beberapa tahap yang harus dilakukan terlebih dahulu, diantaranya:

1. Pembuatan membran serat nano dibuat dengan lama waktu 90 menit agar membrane yang terdapat pada aluminium foil dapat kita ambil.
2. Membran yang telah diambil dari aluminium foil selanjutnya dipotong pada bagian yang sekiranya paling tebal dengan ukuran 40 x 10 mm dan diletakkan pada grip.



Gambar 3.13 Posisi grip pada spesimen.

3. Setelah membran telah dibuat dengan persyaratan sesuai dalam standar ASTM D882, selanjutnya membrane diukur ketebalannya dengan menggunakan *Microscope Optik* (MO) yang ada di laboratorium Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Pada saat mengukur ketebalan, grip dipotong sebelah agar dapat mempermudah mengukur ketebalannya.
4. Pengukuran ketebalan diambil 5 bagian (bagian samping kanan 2 kali pengukuran, kiri 2 kali pengukuran dan tengah 1 kali pengukuran) agar ketebalan yang didapatkan benar-benar valid.

5. Selanjutnya spesimen yang telah diketahui ketebalannya, dilakukan uji Tarik dengan menghidupkan mesin, memasang grip pada mesin uji Tarik dan menginput data ke software mesin uji Tarik.
6. Data secara otomatis akan keluar pada software dan dapat langsung di cetak untuk menganalisa hasil kuat Tarik dari spesimen yang telah dilakukan uji Tarik.

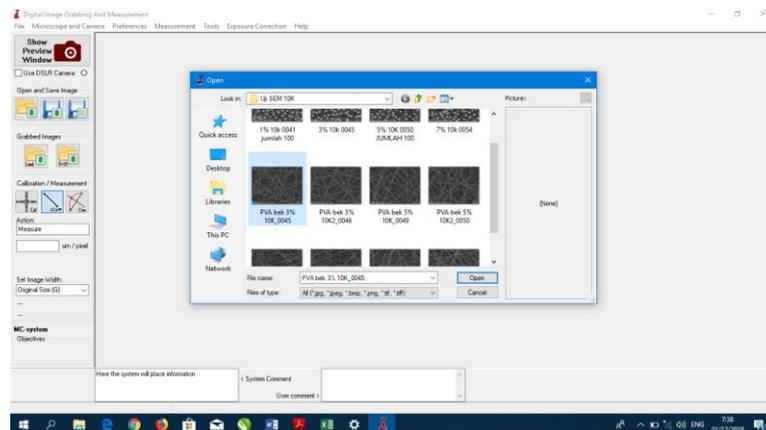
3.4 Teknik Analisis

Tahapan yang dilakukan untuk mendapatkan hasil perilaku campuran dan membran nanofiber PVA/lendir bekicot. Terdapat 2 teknik analisis yang akan dilakukan. Analisis sifat fisik: viskositas polimer, daya hantar listrik (DHL) dan morfologi membran nanofiber untuk diketahui struktur serta diameter serat. Analisis sifat mekanik: menganalisa kuat tarik membran nanofiber untuk mendapatkan nilai (regangan, tegangan dan elastisitas)

3.4.1 Karakterisasi Morfologi Membran *Nanofiber*

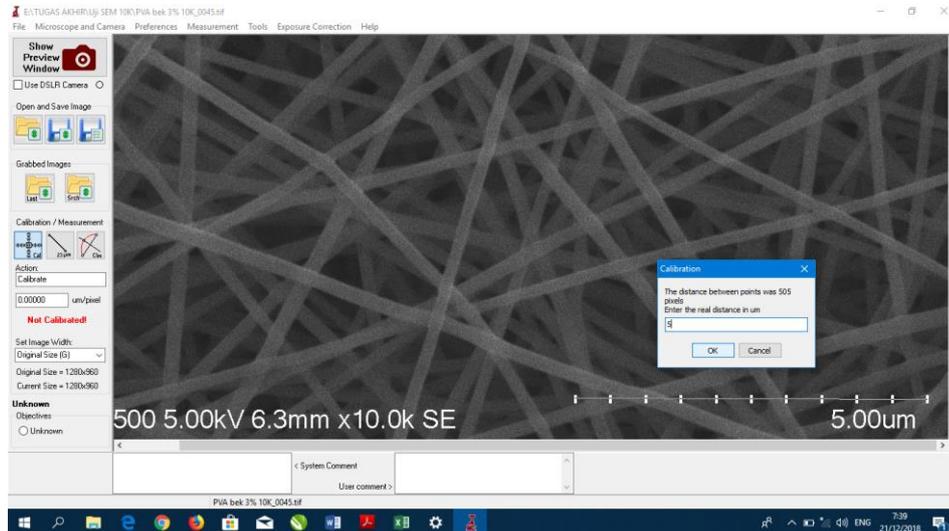
Software micam 2.0 merupakan salah satu metode untuk mengetahui morfologi membran nanofiber dan ukuran distribusi nanofiber pada penambahan konsentrasi lendir bekicot 1-7%. Berikut merupakan langkah-langkah penggunaan *software micam 2.0* pada tampilan desktop:

1. Membuka *software micam 2.0* pada tampilan desktop.
2. Melakukan “import” data dan pilih hasil citra SEM yang ingin diukur diameternya (Gambar 3.14).



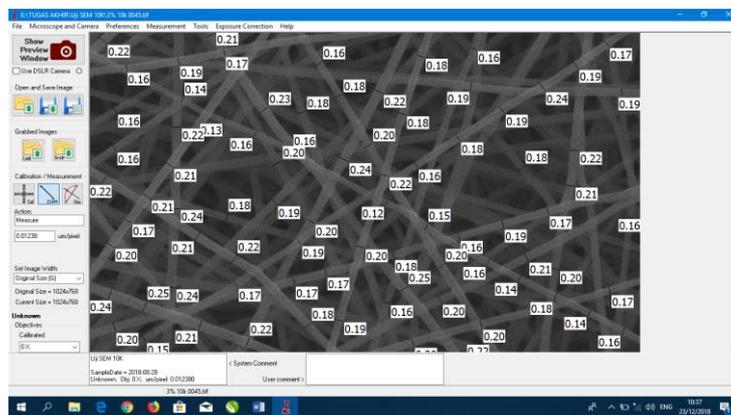
Gambar 3.14 Import data hasil citra SEM.

- Melakukan *set scale* ukuran foto hasil citra SEM, kemudian isi kolom ukuran dalam satuan micro (Gambar 3.15).



Gambar 3.15 Set scale ukuran foto citra SEM.

- Melakukan pengukuran secara acak dengan menandai 100 titik yang berbeda pada foto hasil uji SEM dapat dilihat pada Gambar 3.16. Tujuannya adalah untuk mendapatkan hasil diameter nanofiber yang detail pada setiap titiknya.



Gambar 3.16 Pengukuran secara acak dengan menandai 100 titik yang berbeda

3.4.2 Analisis Kuat Tarik

Sifat mekanik dari membran *nanofiber* PVA/lendir bekicot (1%, 3%, 5% dan 7%) dianalisis menggunakan beberapa persamaan yaitu:

1. Tegangan

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots \dots \dots (3.1)$$

dengan :

σ = *Stress* atau tegangan (MPa)

F = *Force* atau gaya maksimum (N)

A = *Area* atau luas penampang membran *nanofiber* (mm²)

2. Regangan

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \dots \dots \dots (3.2)$$

Dengan :

ε = Regangan atau *strain*

ΔL = Selisih panjang awal dan akhir (mm)

L = Panjang awal (mm)

3. Modulus Elastisitas

$$\epsilon = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon} \dots \dots \dots (3.3)$$

ϵ = Modulus elastisitas (MPa)

$\Delta \varepsilon$ = Selisih regangan pada area elastis

$\Delta \sigma$ = Selisih tegangan pada area elastis