

BAB III METODE PENELITIAN

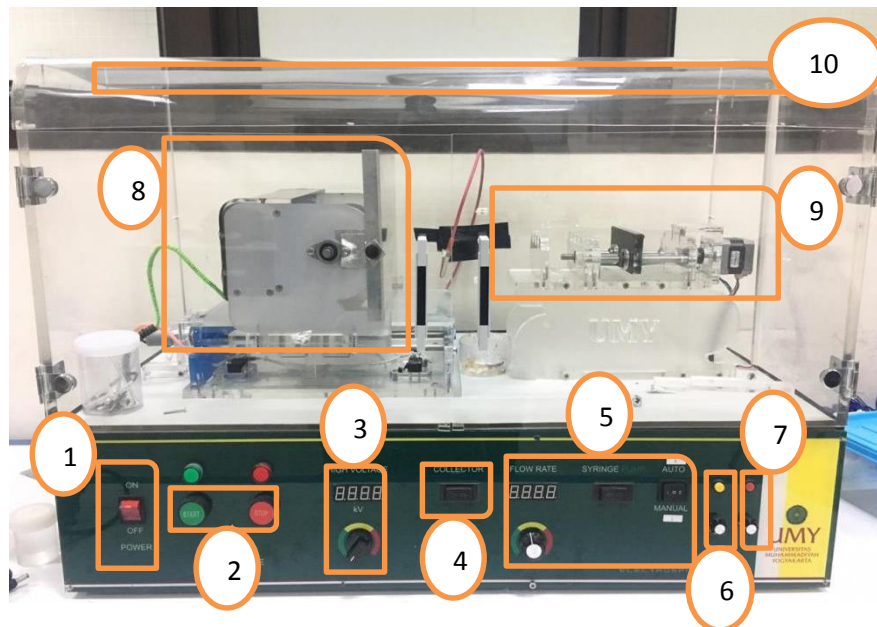
3.1 Bahan Penelitian

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian adalah sebagai berikut :

1. Polivinil alkohol (PVA) goshenol ($M_w = 22.000$ g/mol)
2. Aquades
3. Kitosan nanoemulsi

3.2 Alat Penelitian

1. Mesin Elektropinning, Berfungsi sebagai alat untuk memfabrikasi membran *nanofiber*. Mesin elektrosinning yang digunakan dalam penelitian merupakan milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.1)



Gambar 3.1 Mesin electrospinning

Keterangan Komponen :

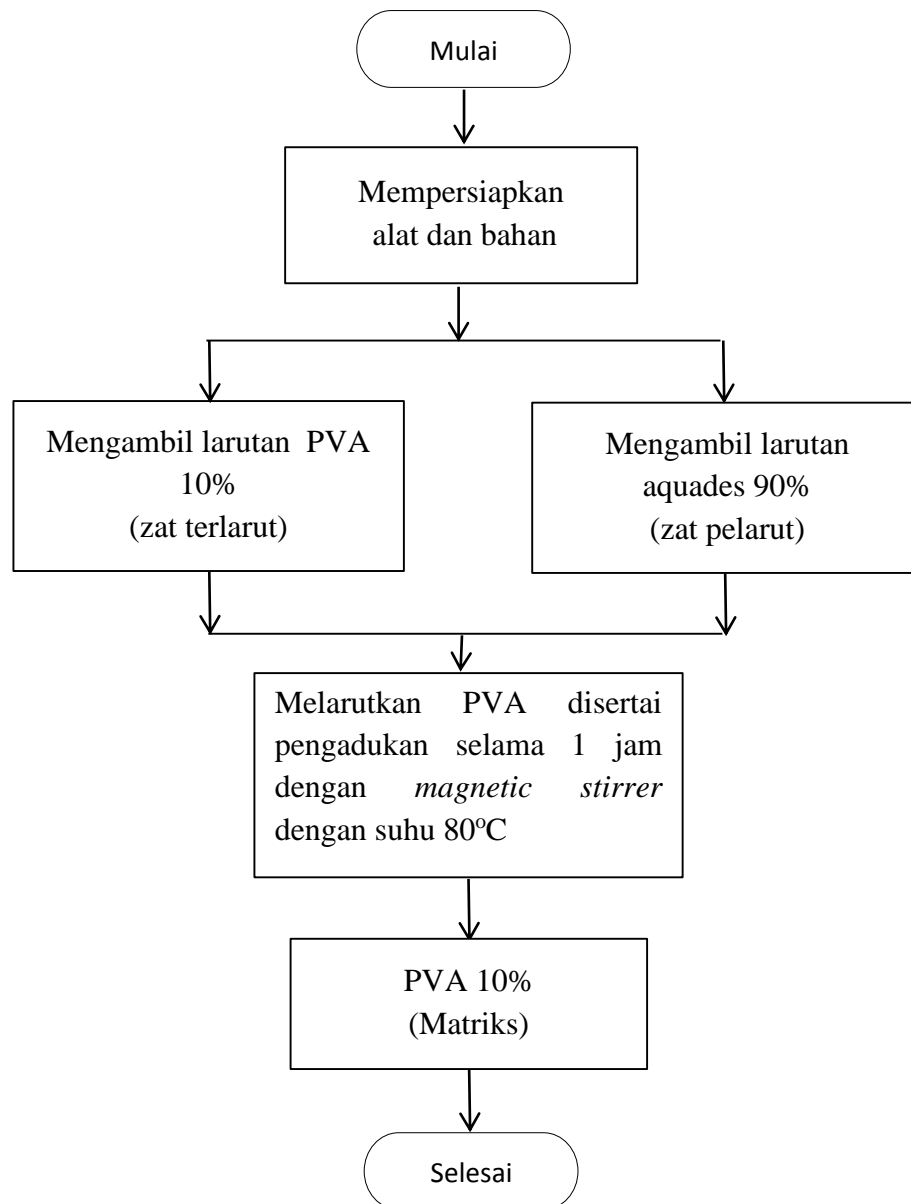
- | | |
|---------------------------------|-------------------------------|
| 1. Tombol ON/OFF | 6. Pengatur putaran drum |
| 2. Sakral ON/OFF high voltage | 7. Pengatur kecerahan lampu |
| 3. Pengatur tegangan | 8. Kolektor plate/drum |
| 4. Pengatur kolektor | 9. Pengumpan (tempat syringe) |
| 5. Pengatur laju aliran syringe | 10. Lampu |

2. Mikroskop optik , berfungsi sebagai alat bantu dalam mengoptimasi kondisi parameter elektrospinning , baik untuk uji optik maupun untuk uji ketebalan membrane *nanofiber* . Alat Mikroskop optik yang digunakan dalam penelitian merupakan milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.
3. *Hot plate stirrer*, berfungsi sebagai alat untuk membuat larutan menggunakan temperature
4. Timbangan digital, berfungsi untuk menimbang massa bahan yang akan digunakan.
5. Jarum suntik (*needle*) digunakan sebagai pengumpan kutub positif.
6. Syring pump 10 ml, berfungsi sebagai tempat untuk larutan elektrospinning.
7. Gelas ukur (*beker*) 10ml, 50ml ,100ml berfungsi sebagai wadah dalam pembuatan larutan dan untuk mengukur larutan.
8. Alumunium foil, berfungsi sebagai pelapis plat kolektor sekaligus tempat pengumpulan *nanofiber*.
9. Termometer kaca, berfungsi sebagai alat pengukur temperature dalam proses pengadukan larutan menggunakan temperature.
10. Pipet plastik, berfungsi untuk mengambil dan memindahkan larutan sesuai takaran yang di butuhkan.
11. Sarung tangan, berfnksi untuk melindungi diri dari kontaminasi.
12. Spatula, berfungsi sebagai alat untuk menambah atau mengurangi bahan kimia berbentuk serbuk dalam skala kecil.
13. Stopwatch, berfungsi untuk mengukur waktu yang dibutuhkan selama penelitian.
14. Pinset, berfungsi sebagai alat bantu untuk menjepit ataupun mengambil sampel.
15. *Double tip* berfungsi untuk merekatkan kaca preparat dengan plat saar optimasi.

16. *Tissue* berfungsi untuk membersihkan alat alat yang akan digunakan saat penelitian.

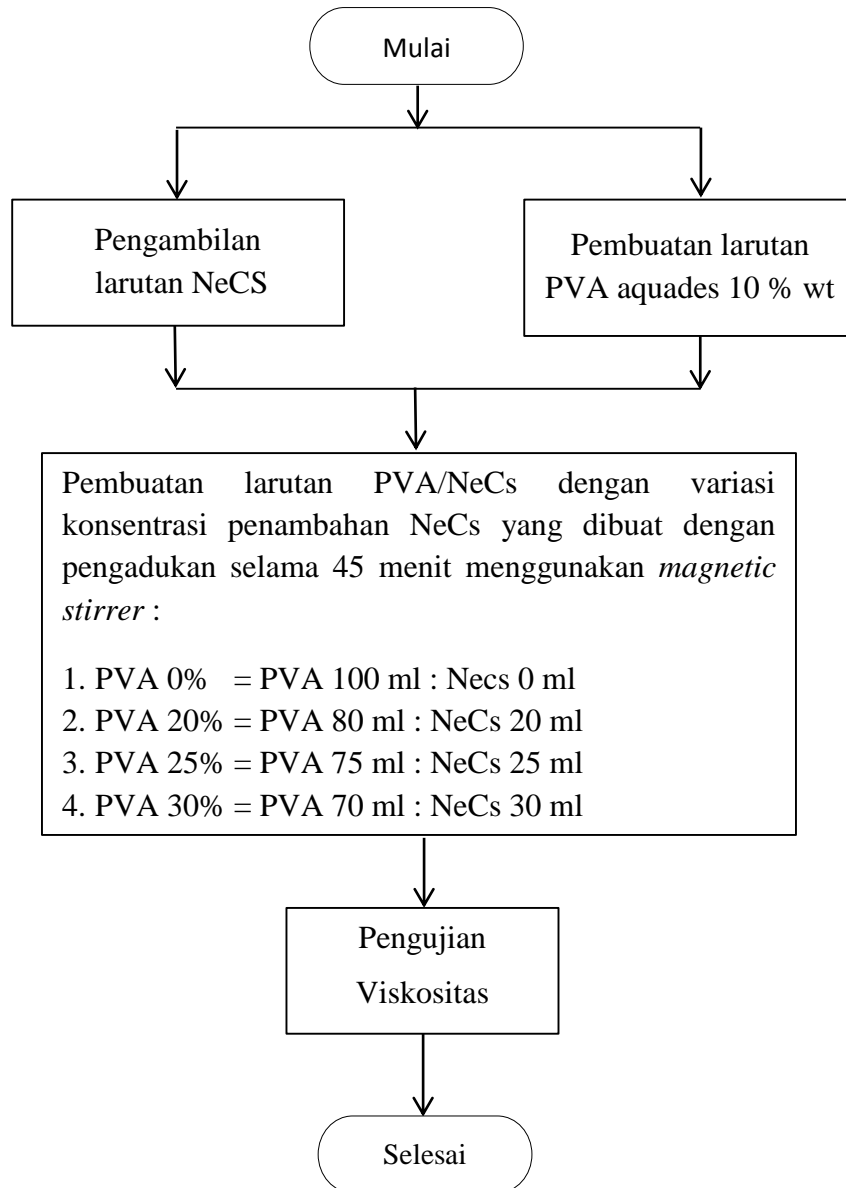
3.2 Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Pembuatan Larutan



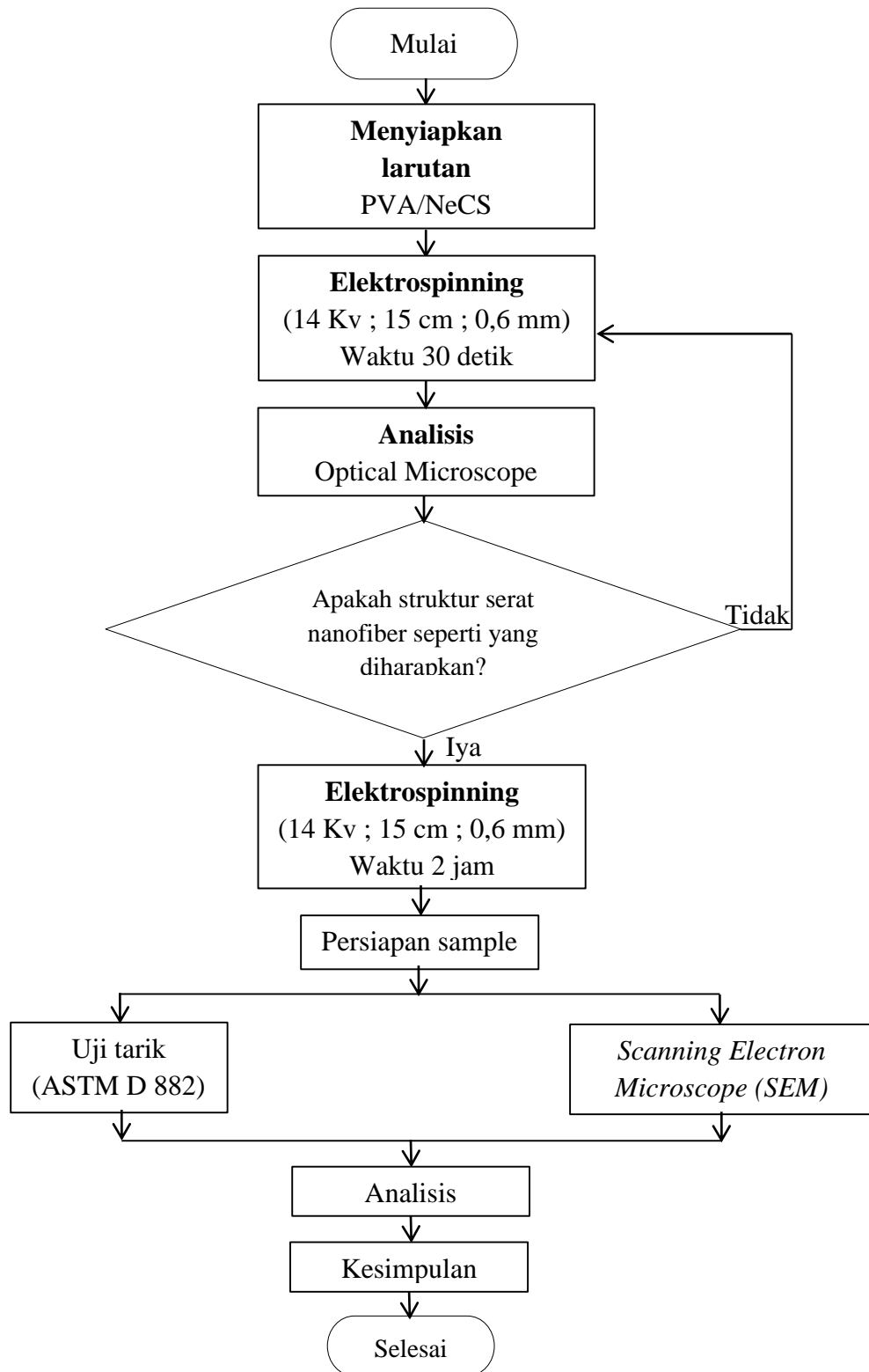
Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan larutan matrik PVA 10%

3.3.2 Pembuatan Larutan PVA/NeCS



Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan larutan, pengujian viskositas dan konduktivitas larutan

3.3.3 Fabrikasi Serat Nano PVA/NeCs



Gambar 3.3 Gambar alir fabrikasi membran PVA/NeCs, Uji tarik, SEM

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Preparasi Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan untuk penelitian seperti gelas ukur, termometer kaca, spatula dan spinbar di cuci bersih menggunakan air sabun dan di sterilkan menggunakan alkohol, sedangkan untuk bahan yang dibutuhkan di pastikan sudah tersedia dan tercukupi.

3.4.2 Pembuatan Larutan PVA

Pembuatan larutan PVA yaitu dengan cara melarutkan 10 gr PVA ke dalam 90 gr aquades, langkahnya sebagai berikut :

1. Timbang aquades sebanyak 90 gr dan PVA 10 gr dengan gelas ukur yang sudah steril.
2. Letakan Spinbar kedalam gelas ukur, kemudian taruh gelas ukur di atas *hot plate stearer*, lalu putar *spinbar* 200 rpm dan masukan PVA ke dalam gelas ukur secara perlahan agar tidak menggumpal.
3. Atur *hot plate strarer* pada suhu 80°C kemudian siapkan *stopwatch* dan aduk selama 60 menit.
4. Setelah 60 menit pengadukan, larutan di diamkan dalam ruangan agar suhunya sama dengan ruangan kemudian pindahkan larutan dari gelas ukur ke botol penyimpanan lalu tutup.

3.4.3 Proses Pembuatan Larutan PVA/NeCs

Proses pembuatan larutan PVA/NeCs menggunakan perbandingan sebagai berikut :

Tabel 3.1 Perbandingan konsentrasi larutan PVA/NeCs

No	Perbandingan (w/w)	PVA	NeCs
1	100:0	100	0
2	80:20	80	20
3	75:25	75	25
4	70:30	70	30

Proses pembuatan sebagai berikut :

1. Timbang larutan PVA dan larutan NeCs sesuai dengan perbandingan yang ada pada tabel 3.1
2. Campurkan larutan PVA dengan larutan NeCs ke dalam gelas ukur 100 ml kemudian masukan *spinbar*.
3. Letakan gelas ukur yang berisi larutan PVA/NeCs diatas *hot plate stearer*, atur kecepatan spinbar 200 rpm selama 45 menit dengan suhu 80°C.
4. Setelah 45 menit, larutan di diamkan didalam ruangan agar suhu larutan sama dengan suhu ruangan tersebut kemudian pindahkan larutan dari gelas ukur ke dalam botol penyimpanan lalu tutup.

3.4.4 Proses Pembuatan Membran *Nanofiber*

Proses pembuatan membran *nanofiber* PVA/NeCs menggunakan alat *electrospinning* dengan seri HK-9 hasil rekaya Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY), proses pembuatan membran sebagai berikut :

1. Menyiapkan *syringe* 10 ml dengan *needle* 0,6 mm (23G).
2. Memasukan larutan PVA/NeCs dengan perbandingan (100:0, 80:20, 75:25, 70:30) (w/w) ke dalam *syringe*.
3. Kemudian lapiasi *needle* dengan alumunium foil dan masukan *syringe* ke dalam elektrospinning.
4. Memfabrikasi larutan selama 2 jam dengan jarak 15 cm dengan tegangan 14 kV
5. Setelah jadi, membran di diamkan selama 24 jam di tempat vakum yang sudah disediakan.

3.5 Instrumen Pengujian dan Analisis Sampel

3.5.1 Preparasi Sampel Pengujian Optik

Pengujian Optik menggunakan alat *Optical Microscope* Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY) berjenis Mikro dengan perbesaran 100x. Preparasi sampel menggunakan kaca preparat.

Langkah pengujian sebagai berikut :

1. Bersihkan kaca preparat dengan alkohol.
2. Berikan double tip dibagian belakang kaca preparat agar dapat menempel dengan plat kolektor. Kemudian *running* larutan selama 30 detik
3. Lepas kaca preparat dan memindahkan ke alat *Optical Microscope* untuk dilakukan pengamatan struktur.

3.5.2 Preparasi Sampel Pengujian Viskositas

Pengujian viskositas menggunakan viskometer brookfield seperti gambar 3.5 milik Laboratorium Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gajah Mada. Preparasi sampel sesuai dengan sub bab 3.4.3 dengan ketentuan minimal larutan 75 ml. Tujuan dari pengujian viskositas adalah mengetahui berapa nilai viskositas dari masing masing larutan.



Gambar 3.5. Viskometer Brookfield

3.5.3 Preparasi Sampel Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian *scanning electron microscope* menggunakan SEM Hitachi SU 3500 pada gambar 3.6 yang dimiliki Balai Penelitian Teknologi Bahan Alam Lembaga Ilmu Pengetahuan (BPTBA LIPI). Preparasi sampel pengujian SEM dibuat menggunakan electrospinning selama 30 menit setiap variasinya. Setelah 30 menit kemudian membran di ambil bagian tengahnya sebesar 1cm^2 tanpa melepas aluminium foil. Tujuan dari pengujian ini untuk mengetahui morfologi dan struktur serat membran nanofiber.



Gambar 3.6 *scanning electron microscope* (SEM) Hitachi SU 3500

3.5.4 Preparasi Sampel Pengujian Tarik

Pengujian tarik menggunakan *Universa Testing Machine Zwick 0.5* pada gambar 3.6 yang di miliki Laboratorium Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gajah Mada. Preparasi sampel pengujian tarik menggunakan Frame dengan ASTM D882 seperti pada gambar 3.8, standar pengujian ini digunakan untuk membran dengan ketebalan kurang dari 1mm (0,040 in). Membran *nanofiber* dalam pengujian ini di

buat menggunakan *electrospinning* dengan lama fabrikasi 2 jam. Membran *nanofiber* dipotong dengan ukuran 2 cm x 1 cm.

Langkah pembuatan spesimen uji sebagai berikut :

1. Siapkan frame sesuai pada gambar 3. 8 (A)
2. Siapkan membran nanofiber yang sudah di potong dengan ukuran 2 cm x 1 cm.
3. Tempelkan membran pada frame dengan bantuan double tip sesuai gambar 3.10 (C)

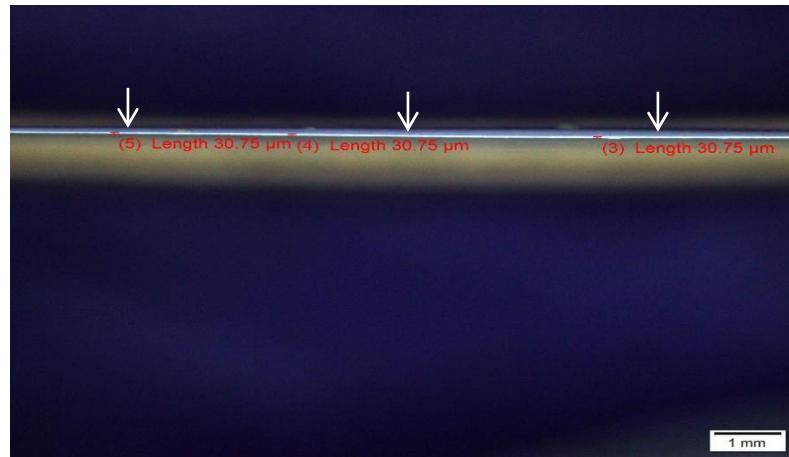
Setelah siap, ukur ketebalan spesimen menggunakan *Optical Microscope*.

Langkah mengukur ketebalan membran :

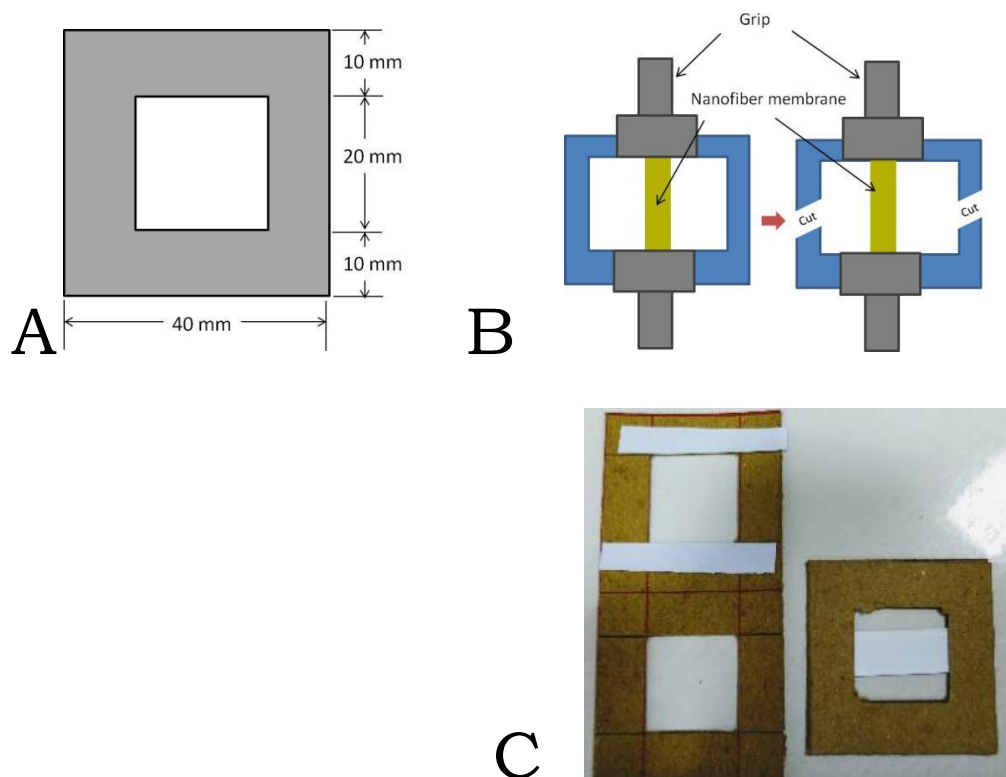
1. Frame bagian samping dipotong 1 cm hingga membran terlihat.
2. Kemudian jepit frame dengan plastisin lalu letakan di atas meja optik.
3. Atur *Optical Microscope* hingga membran terlihat dengan jelas.
4. Ukur ketebalan di 3 titik pada membran (kiri, tengah, kanan).
5. Kemudian hitung ketebalan rata-rata.



Gambar 3.7 *Universal Testing Machine Zwick 0.5*



Gambar 3.8 Diameter membran



Gambar 3.9 (A) Frame dengan ASTM D882, (B) Posisi saat pengujian tarik, (C) Contoh Frame dan Sample

3.6 Teknik Analisis

Pada penelitian ini ada dua langkah analisis yang di gunakan yaitu :

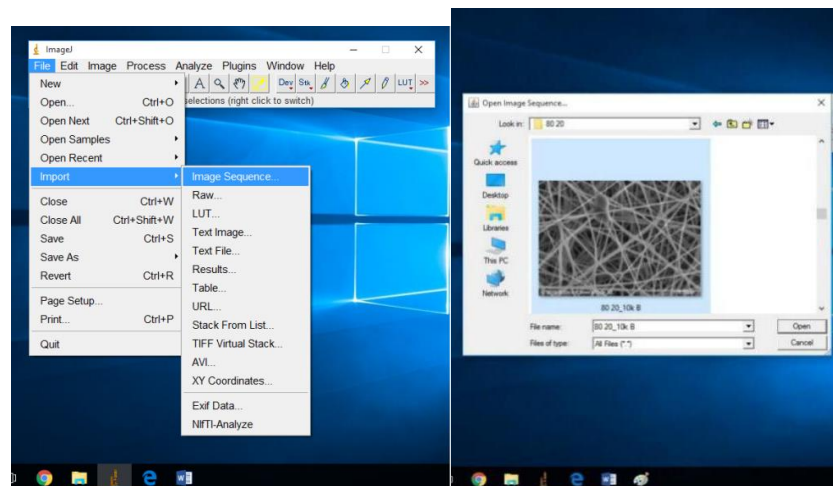
1. Menganalisis sifat dari larutan yang digunakan untuk membuat membran *nanofiber* menggunakan alat viskometer.
2. Menganalisis sifat mekanis antara lain tegangan, regangan, dan modulus elastisitas dari membran PVA/NeCs berdasarkan hasil yang di dapat dari uji tarik, kemudian dilakukan analisis sifat fisis membran *nanofiber* dengan perhitungan diameter dan distribusi serat pada membran.

3.6.1 Karakterisasi Morfologi Membran Nanofiber

Struktur morfologi permukaan membran PVA/NeCs di amati menggunakan SEM. Diameter *nanofiber* di ukur menggunakan *software* ImageJ pada 100 titik secara acak. Pengamatan dilakukan pada perbesaran 10.000x dalam 2 spot. Dari hasil pengukuran 100 titik kemudian dihitung rata-rata untuk dibandingkan dengan sampel yang lain.

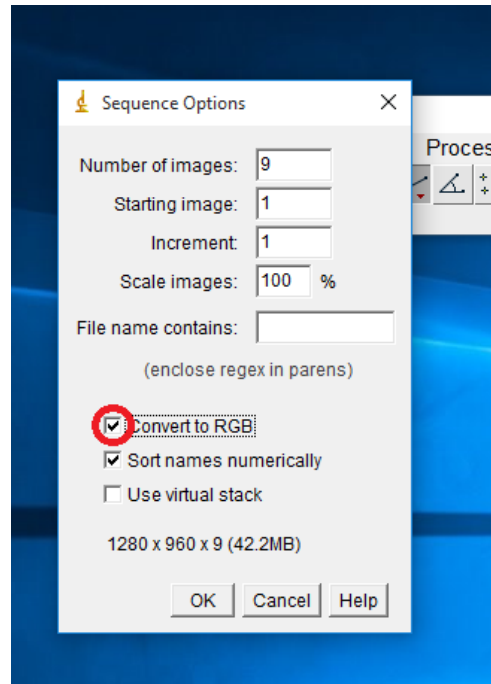
Langkah-langkah penggunaan *software* Image J :

1. Buka *software* ImageJ yang ada pada desktop.
2. “*Import*” data dan pilih hasil SEM yang akan di ukur diameternya (gambar 3.9)



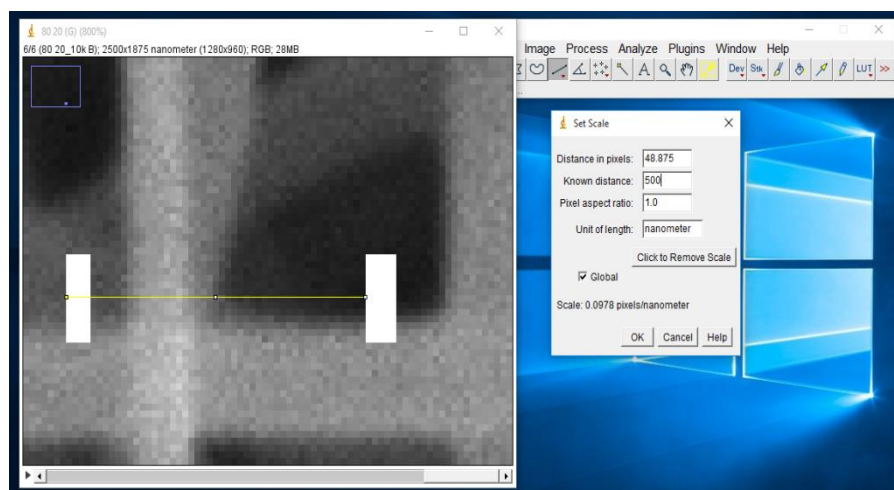
Gambar 3.10 *Import* data hasil pengujian SEM

3. Centang kolom “ Convert to RGB” kemudian pilih “OK” pada panel “Sequence Options” (gambar 3.10)



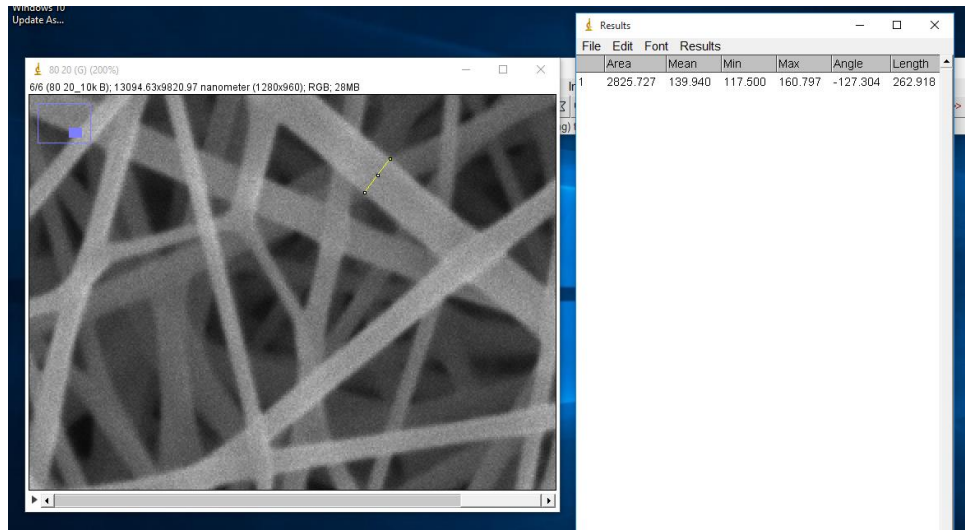
Gambar 3.11 Panel “Sequence Optional”

4. “Set Scale” Ukuran foto hasil citra SEM, Kemudian isi kolom “know distance” dengan skala 500 nm, setelah itu isi juga kolom “unit of length” dengan tulisan “ nanometer”, setelah itu centang kolom bertulisan “Global” dan klik “Ok”. (gambar 3.11)



Gambar 3.12 “Set Scale” ukuran foto hasil Uji SEM

5. Lakukan pengukuran secara acak dengan menandai 100 titik yang berbeda pada foto hasil uji SEM (gambar 3.13) Tujuannya untuk mendapatkan hasil diameter nanofiber yang jelas pada setiap titiknya.



Gambar 3.13 Pengukuran diameter pada hasil pengujian SEM