

BAB III METODE PENELITIAN

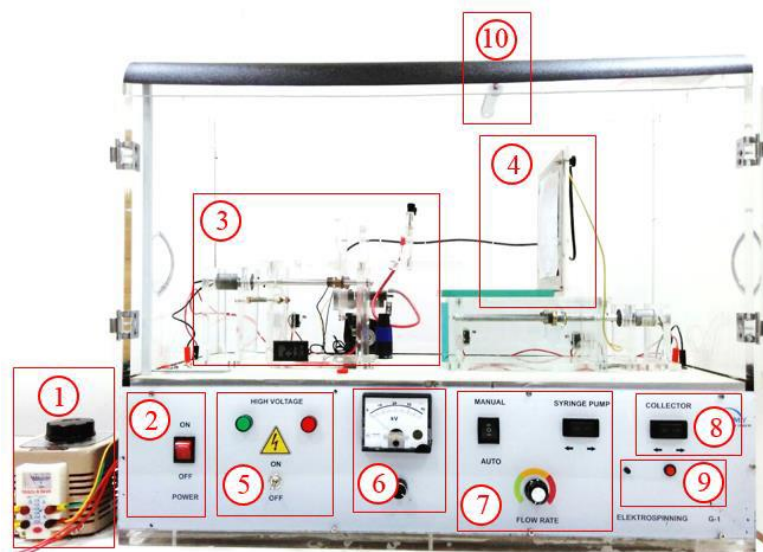
3.1 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. PVA gohsenol (*polyvinyl alcohol gohsenol*) ($M_w = 22.000 \text{ g/mol}$), di peroleh dari CV. Multi kima Yogyakarta.
2. Aquades.
3. Gel aloe vera alami yang digunakan adalah *aloe vera* jumbo pontianak diperoleh dari Erlin sheva, Soka asri permai blok T9, Jl, Raya Kadisoka, Kadisoko, Purwomartani, Kec. Kalasan, Kota Yogyakarta, Daerah Istimewa Yogyakarta.
4. Aloe vera ekstrak bubuk.

3.2 Alat Penelitian

1. Mesin *electrospinning* yang berfungsi sebagai pembentuk *nanofiber*. Mesin *electrospinning* yang digunakan adalah milik laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah yogyakarta dan merupakan salah satu fasilitas alat penelitian mahasiswa dibidang material (Gambar 3.1).



Gambar 3.1 Alat *electrospinning* G1 Fakultas Teknik Mesin UMY.

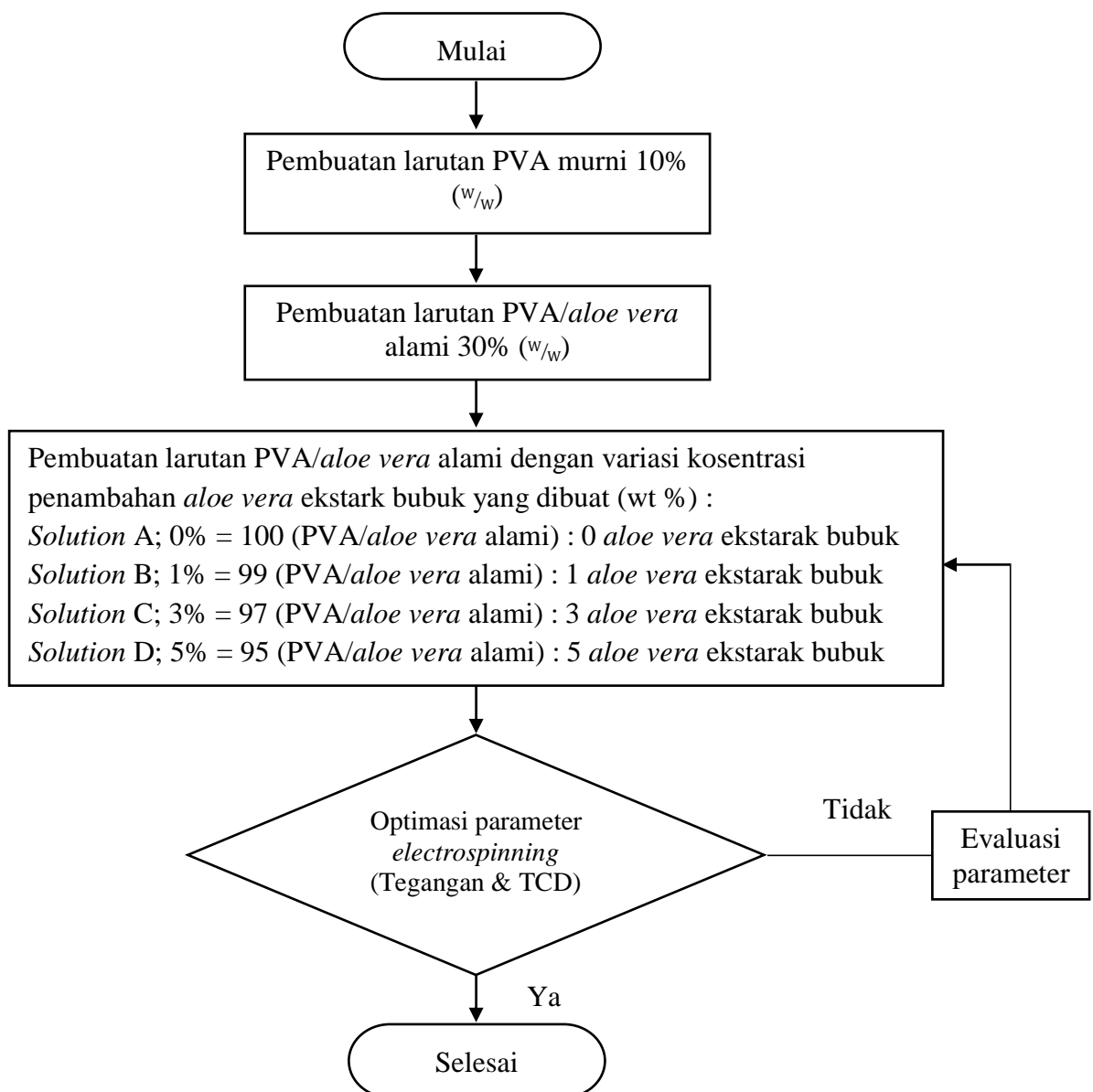
Nama Komponen

- | | |
|---|-----------------------------|
| 1. Pengatur tegangan manual | 8. Tombol pengatur kolektor |
| 2. Tombol ON/OFF | 9. Tombol pengatur lampu |
| 3. Pengumpan (tempat <i>syringe</i>) | 10. Lampu |
| 4. Kolektor | |
| 5. Saklar ON/OFF <i>high voltage</i> | |
| 6. Voltmeter | |
| 7. Tombol pengatur laju alir <i>syringe</i> | |
2. *Hot plate stirrer*, berfungsi sebagai pengaduk dan pemanas larutan.
 3. *Optical microscope*, berfungsi sebagai alat bantu untuk mengoptimasi kondisi parameter *electrospinning*.
 4. Jarum suntik (*needle*), berfungsi sebagai pengumpan kutub positif.
 5. Timbangan digital, berfungsi sebagai menimbang bahan.
 6. Gelas ukur, berfungsi sebagai wadah dan pengukur larutan yang akan digunakan.
 7. Aluminium foil, berfungsi sebagai pengumpul/penampungan serat nano.
 8. Syringe pump 10 ml, berfungsi sebagai tempat larutan polimer *electrospinning*.
 9. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dari kontaminasi.
 10. Stopwatch, berfungsi sebagai pengukur waktu selama penelitian.
 11. Pipet, berfungsi untuk menghisap dan memindahkan larutan dalam skala kecil.
 12. Termometer, berfungsi sebagai pengukur temperatur larutan selama proses pemanasan dan pengadukan larutan.
 13. Spatula, berfungsi sebagai penambah atau pengurang bahan kimia dalam skala kecil.
 14. Jerigen pembuangan, berfungsi sebagai wadah penampung larutan yang tidak terpakai.
 15. Corong kaca, berfungsi sebagai alat bantu dalam melakukan proses penyaringan.
 16. Kertas saring, berfungsi untuk memisahkan zat terlarut dengan zat padat.

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 murni dan Larutan PVA/*aloe vera* alami/*aloe vera* ekstrak



Gambar 3.2 Diagram alir proses pembuatan larutan PVA murni dan PVA/*aloe vera* alami/*aloe vera* ekstrak.

Proses pembuatan larutan dilakukan dalam beberapa tahap, adapun tahap pertama yaitu dengan memisahkan gel *aloe vera* alami dari kulitnya kemudian direndam didalam air bersih selama 5 menit demi memisahkan eksudat dari gel. Gel yang telah direndam kemudian dihaluskan menggunakan blender selama 3 menit (Gambar 3.3).



Gambar 3.3 Penghalusan gel *aloe vera* alami menggunakan blender.

Tahapan yang kedua yaitu menyaring larutan *aloe vera* alami menggunakan kertas saring, proses ini dilakukan secara berulang-ulang sebanyak 3 kali yang bertujuan agar memisahkan/mengurangi zat padat yang terdapat didalam larutan semaksimal mungkin (Gambar 3.4).



Gambar 3.4 Proses penyaringan gel *Aloe vera* alami.

Tahapan yang ketiga yaitu pembuatan larutan PVA murni 10% yaitu dengan melarutkan 10 gram PVA bubuk kedalam 100 gram aquades (Gambar 3.5). Proses pelarutan dilakukan pada suhu $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam dengan menggunakan *hot plate stirer* guna mendapatkan kondisi larutan yang homogen.



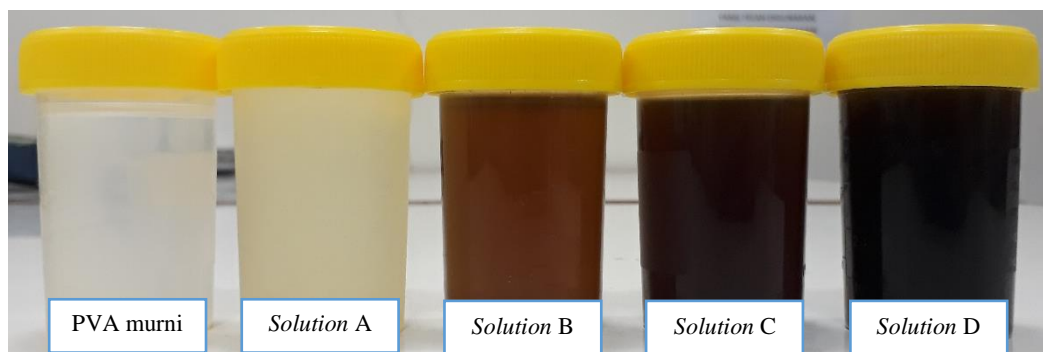
Gambar 3.5 Pembuatan larutan PVA murni.

Tahapan yang keempat yaitu *solution A* (*matriks PVA/aloe vera alami*) dibuat dengan mencampur 30 gram larutan *aloe vera* alami kedalam 70 gram larutan PVA, proses pencampuran dilakukan selama 3 jam (Gambar 3.6).



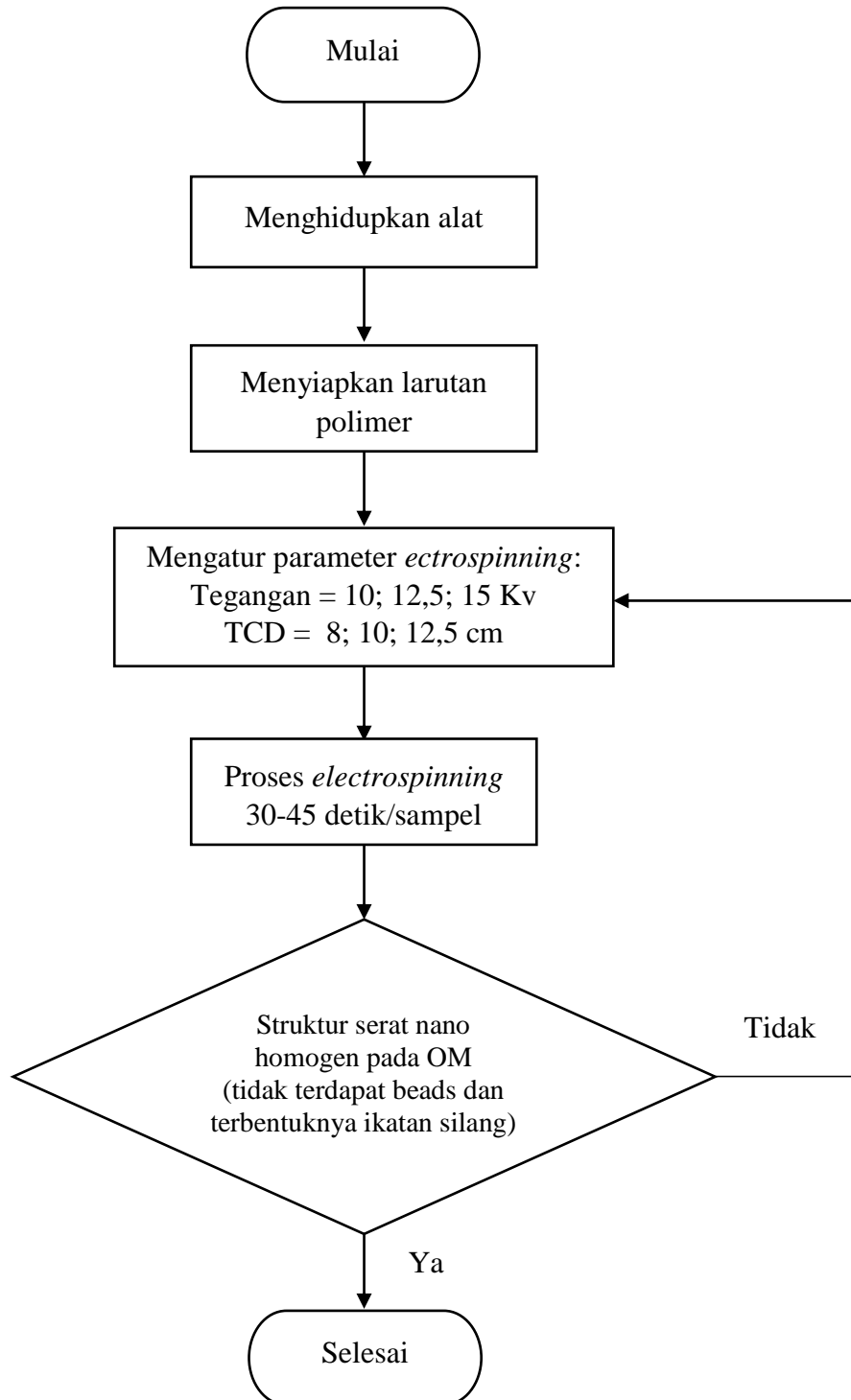
Gambar 3.6 Proses pembuatan larutan A.

Tahapan yang terakhir yaitu *solution B*, *C* dan *D* yang masing-masing disiapkan dengan konsentrasi penambahan 1 gram, 3 gram dan 5 gram *aloe vera ekstrak* bubuk ke *solution A*, kemudian diaduk selama 1 jam pada kondisi suhu $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ dan selama 2 jam tanpa suhu. Hasil larutan polimer A, B, C dan D dapat dilihat pada (Gambar 3.7).



Gambar 3.7 Larutan PVA murni serta *solution A*, *B*, *C*, dan *D*.

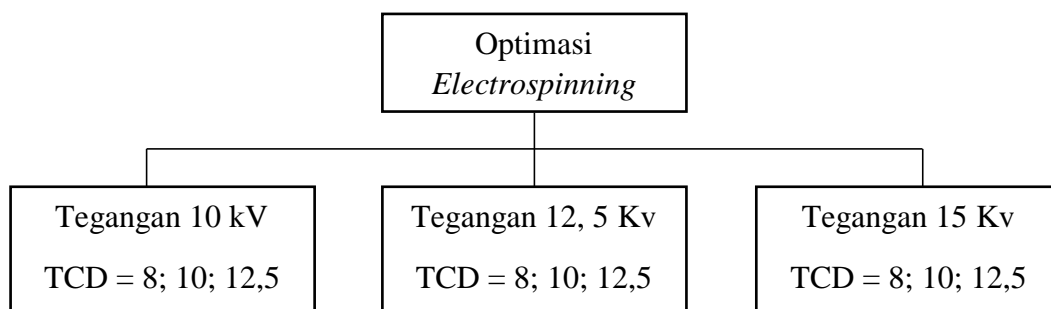
3.3.2 Optimasi Parameter *Electrospinning*



Gambar 3.8 Diagram alir proses optimasi *electrospinning*.

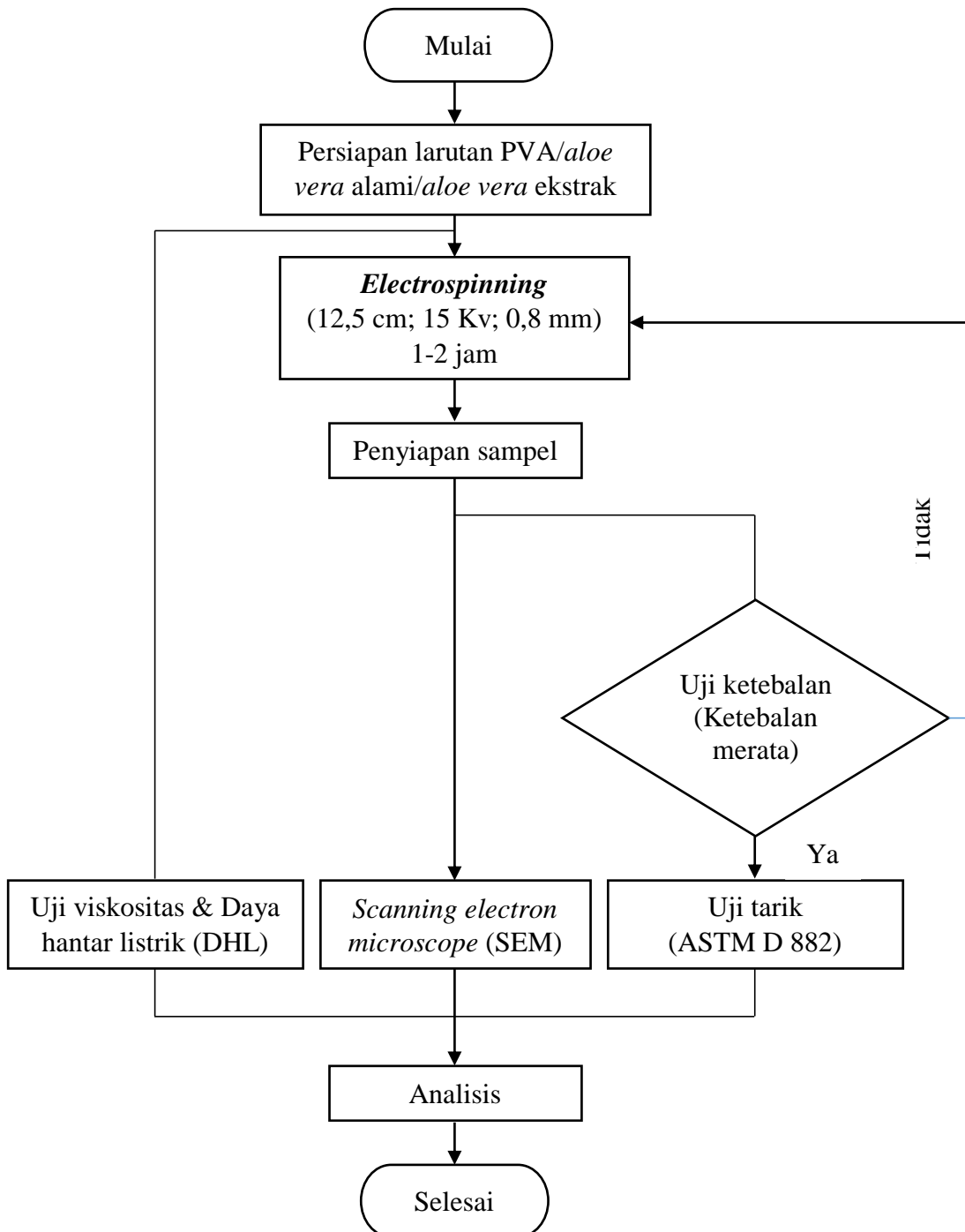
Parameter *electrospinning* yang berpengaruh terhadap proses pembentukan serat nano meliputi: jarak *spinneret* terhadap kolektor, konsentrasi polimer dan tegangan yang digunakan. Jarak *spinneret* terhadap kolektor yang digunakan pada penelitian ini 8-12,5 cm dan tegangan listrik 10-15 Kv (Gambar 3.9). Tahap optimasi diawali dengan mempersiapkan syringe dan polimer, kemudian polimer dimasukkan kedalam *syringe* sebanyak 10 ml dan pastikan bahwa didalam *syringe* tidak terdapat gelembung udara yang dapat menyebabkan serat terputus ketika proses optimasi.

Proses *electrospinning* dilakukan pada temperatur ruangan dan berlangsung selama 30-45 detik/sampel selanjutnya untuk mengetahui struktur membran, hasil dari optimasi *electrospinning* diamati menggunakan *optical microscope* (mikroskop optik). Kondisi optimal dapat ditandai dengan terdapatnya sedikit *beads* atau tanpa *beads* dan tidak terbentuknya serat melingkar pada morfologi membran.



Gambar 3.9 Optimasi parameter proses *electrospinning*.

3.3.3 Pembuatan Membran *Nanofiber* dan Pengujian Sampel



Gambar 3.10 Diagram alir proses pembuatan membran *nanofiber* dan pengujian sampel.

Setelah mendapatkan hasil optimal dari optimasi parameter proses *electrospinning*, proses selanjutnya adalah membuat membran *nanofiber* untuk digunakan sebagai sampel pengujian *scanning electron microscope* (SEM) dan uji tarik. Pembuatan membran *nanofiber* dilakukan dengan mempersiapkan larutan PVA serta Solution A, B, C dan D yang telah dimasukkan kedalam *syringe* 10 ml. Proses *electrospinning* menggunakan jarak *spinneret* terhadap kolektor 12,5 cm dan Tegangan 15 kV. Lamanya waktu proses pembuatan membran nanofiber 45 menit digunakan untuk pengujian *scanning electron microscope* (SEM) dan 90 menit digunakan untuk pengujian tarik. Membran hasil dari proses *electrospinning* dapat dilihat pada (Gambar 3.11).



Gambar 3.11 Membran hasil fabrikasi menggunakan mesin *electrospinning*.

3.3.3.1 Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

3.3.3.1.1 Preparasi Sampel Uji *Optical Microscope* (OM)

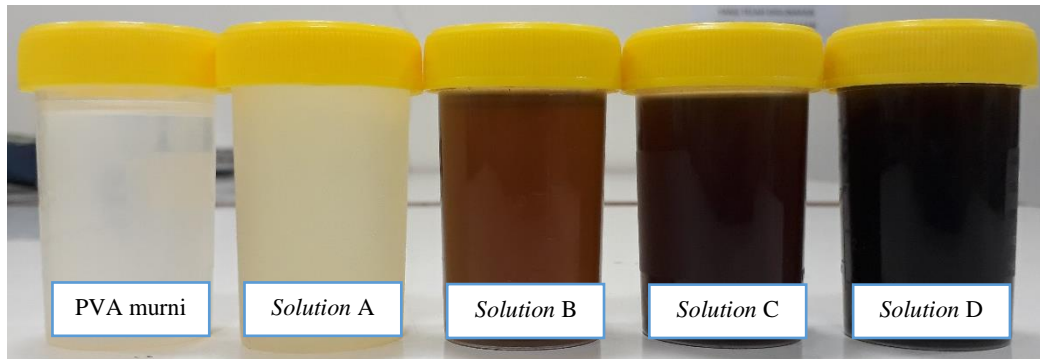
Optical microscope (OM) bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum membran dari hasil proses *electrospinning* serta dapat digunakan untuk mengukur ketebalan membran yang digunakan sebagai sampel pengujian tarik. Sampel yang dipakai guna pengamatan pada *optical microscope* dibuat dengan menggunakan kaca preparat sebagai penampung dari membran dengan metode *electrospinning* selama 30-45 detik/sampel seperti pada (Gambar 3.12). Pengujian mikroskop optik dilakukan di Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta menggunakan perbesaran 10-20 μm .



Gambar 3.12 Sampel Pengujian mikroskop optik.

3.3.3.1.2 Preparasi Sampel Pengujian Viskositas

Persiapan sampel uji viskositas telah dibahas pada sub bab proses persiapan larutan. Pengujian viskositas bertujuan untuk mengukur dan menganalisa tingkat kekentalan larutan dari penambahan 0 , 1, 3 dan 5 % *aloe vera* ekstrak bubuk terhadap matriks PVA/*aloe vera* alami dan PVA murni. Setiap sampel dibuat dengan perlakuan yang sama dan masing-masing minimal sebanyak 75 ml seperti pada (Gambar 3.12). Pengujian viskositas dilakukan di Laboratorium Uji Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gadjah Mada.

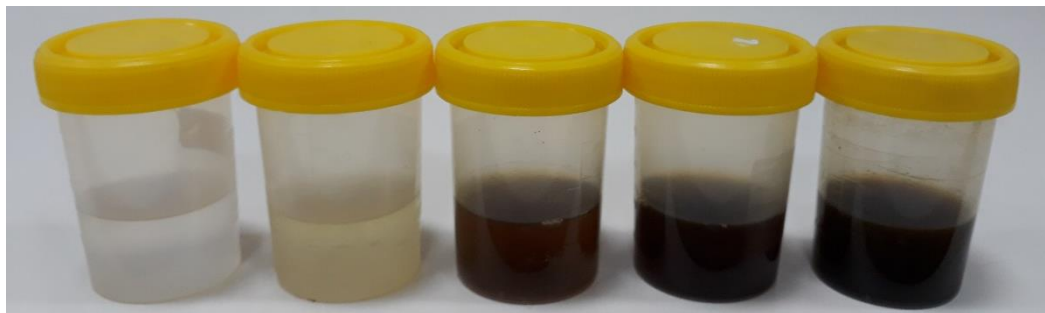


Gambar 3.13 Sampel pengujian viskositas.

3.3.3.1.3 Preparasi Sampel Pengujian Daya Hantar Listrik (DHL)

Berdasarkan daya hantar listriknya, suatu larutan dibedakan menjadi larutan elektrolit kuat dan non elektrolit, hal tersebut didasari dengan derajat ionisasi dari zat yang terlarut didalamnya. Untuk mengetahui sifat larutan berdasarkan daya hantar listriknya yaitu mengukur larutan tersebut dengan alat konduktometer. Sampel yang digunakan untuk dilakukan pengujian daya hantar listrik pada dasarnya sama dengan sampel uji viskositas, akan tetapi sampel yang

dibutuhkan hanya sebanyak 20 ml polimer/sampel seperti pada (Gambar 3.14). Pengujian daya hantar listrik dilakukan di Lembaga Kerja Kompilasi Data Laboratorium Pengujian LPPT Universitas Gadjah Mada.

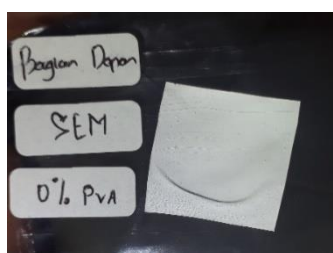


Gambar 3.14 Sampel pengujian daya hantar listrik.

3.3.3.1.4 Preparasi Sampel Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron microscope (SEM) merupakan alat untuk melihat morfologi atau topografi permukaan benda uji (spesimen) dengan perbesaran dapat mencapai 1.000.000 kali. Penyiapan sampel uji SEM yaitu dengan memfabrikasi membran *nanofiber* selama 30 menit/sampel, hal ini dikarenakan dengan lama waktu 30 menit membran yang tertampung pada lembaran aluminium foil sudah dapat dipisahkan.

Membran yang tertampung pada aluminium foil kemudian dipotong minimum $1 \times 1 \text{ cm}^2$ untuk dijadikan sampel pengujian SEM (Gambar 3.15). Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium Pengujian Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia menggunakan alat uji SEM (Hitachi SU 3500) yang dapat dioperasikan dalam kondisi low vacuum (dapat dipergunakan untuk menguji semua jenis material baik organik maupun anorganik).



Gambar 3.15 Sampel pengujian *scanning electron microscope* (SEM).

3.3.3.1.5 Preparasi Sampel Pengujian Tarik

Pengujian tarik merupakan suatu pengukuran terhadap bahan untuk mengetahui keuletan dan ketangguhan pada tegangan tertentu. Pada pengujian tarik kedua ujung benda uji dijepit, salah satu ujung dihubungkan dengan perangkat penegang. Pada penelitian ini, pengujian tarik dilakukan untuk mengetahui pengaruh struktur terhadap kuat tarik membran *nanofiber*. Pengujian tarik dilakukan di Laboratorium Teknik Pertanian Universitas Gadjah Mada dengan menggunakan mesin uji tarik (Zwick BL-GRS500N). Spesifikasi alat sebagai berikut:

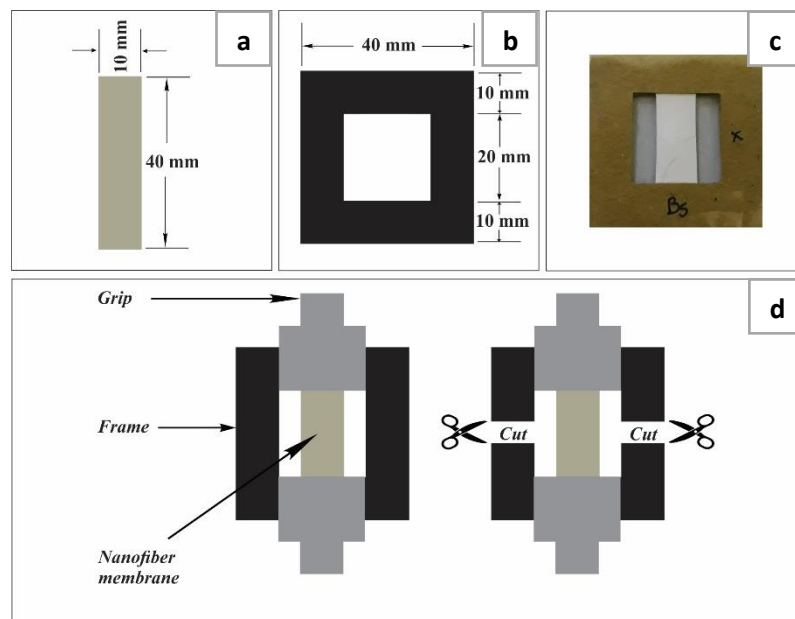
Tabel 3.1 Spesifikasi mesin pengujian tarik.

Mesin Pengujian Tarik	
Model	: Zwick BL-GRS500N
Tahun	: 2001
Type	: KAD-Z
Seri	: 0.5
Asal	: German
Load Cell	: 500 N
Speed Testing	: 10 mm/menit

Spesimen atau membran yang akan digunakan dalam pengujian tarik harus memenuhi standar ASTM D 882 adalah sebagai berikut:

1. Dimensi spesimen : 40 x 10 mm
2. Gauge length : 20 mm
3. Strain rate : 5 mm
4. Load cell : 500 N

Preparasi sampel pengujian tarik dapat menyesuaikan dengan standar ASTM D 882 seperti pada (Gambar 3.15).



Gambar 3.16 (a) Dimensi membran *nanofiber*, (b) Frame standar ASTM D 882, (c) Preparasi sampel pengujian tarik, (d) Posisi sampel terhadap grip.

Persiapan membran *nanofiber* PVA, PVA/Aloe vera alami dan PVA/Aloe vera alami + Aloe vera ekstrak untuk dilakukan pengujian tarik dibuat dalam beberapa tahap, yaitu:

1. Membran *nanofiber* dibuat dengan lama waktu pembuatan 50 menit guna membran yang tertampung pada lembaran alumunium foil dapat dipisahkan.
2. Membran *nanofiber* yang telah dipisahkan dari lembaran alumunium foil selanjutnya dipotong pada bagian yang tebal dengan ukuran 40 x 10 mm dan diletakkan pada grip (Gambar 3.16).
3. Membran *nanofiber* yang telah dibuat dengan standar ASTM D 882 kemudian diukur ketebalannya menggunakan *optical microscope* (OM). Grip bagian kanan dipotong guna mempermudah dalam melakukan pengukuran ketebalan.
4. Pengukuran ketebalan membran *nanofiber* ditentukan pada 5 titik yaitu bagian samping kanan sebanyak 2 kali pengukuran, kiri 2 kali pengukuran dan tengah 1 kali pengukuran. Hal ini dilakukan untuk mengetahui ketebalan dari tiap membran.
5. Selanjutnya spesimen yang telah diketahui ketebalannya dilakukan pengujian tarik.

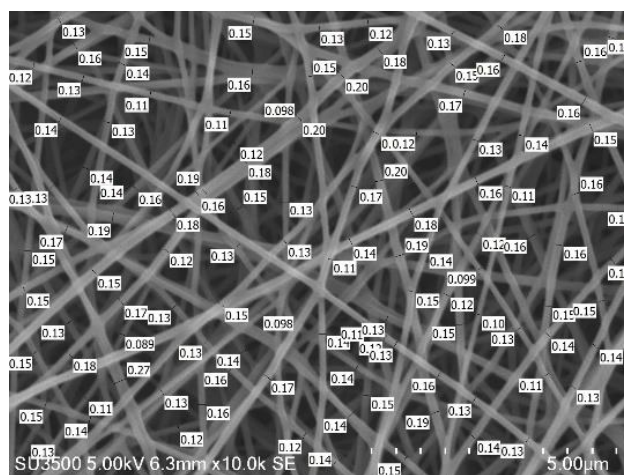
3.4 Pengolahan dan Analisis Data

Setelah semua data hasil pengujian terkumpul, kemudian data diolah dan dilakukan analisis data guna memecahkan masalah penelitian. Pengolahan data dibagi menjadi menjadi 2 bagian, yaitu : Pengolahan data hasil pengujian SEM dan pengolahan data hasil pengujian tarik.

3.4.1 Pengolahan Data Hasil Pengujian SEM

Pengolahan data hasil pengujian SEM menggunakan *software micam 2.0* bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran diameter *nanofiber* pada PVA murni dan penambahan konsentrasi *aloe vera* ekstrak bubuk 0-5%. Berikut merupakan langkah-langkah dalam penggunaan *software micam 2.0* pada tampilan dekstop:

1. Membuka *software micam 2.0* pada tampilan dekstop.
2. Melakukan “*import*” data, selanjutnya pilih hasil citra SEM.
3. Melakukan “*set scale*” ukuran foto hasil citra SEM, kemudian isi kolom ukuran dalam satuan micro.
4. Melakukan pengukuran diameter *nanofiber* secara acak di 100 titik yang berbeda pada foto hasil citra SEM dapat dilihat seperti (Gambar 3.17). Tujuannya untuk mendapatkan hasil penyebaran diameter nanofiber secara merata.



Gambar 3.17 Pengukuran diameter *nanofiber* secara acak di 100 titik.

Setelah didapatkan data distribusi ukuran diameter pada tiap konsentrasi polimer, selanjutnya data tersebut diolah menggunakan *microsoft excel* untuk menentukan rata-rata dari diameter nanofiber dan disajikan dalam bentuk grafik.

3.4.2 Pengolahan Data Hasil Pengujian Tarik

Pengolahan data hasil pengujian tarik diolah menggunakan persamaan tegangan, regangan dan modulus elastisitas sebagai berikut:

1. Tegangan

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

Dengan: σ = *stress* atau tegangan (MPa)

F = *force* atau gaya (N)

A_0 = *area* atau luas penampang awal membran *nanofiber* (mm²)

2. Regangan

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

Dengan: ε = *strain* atau regangan

ΔL = pertambahan panjang (mm)

L = panjang awal (mm)

3. Modulus elastisitas

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

Dengan: σ = *stress* atau tegangan (MPa)

ε = *strain* atau regangan

3.4.3 Analisis Data

Setelah dilakukan pengolahan data, selanjutnya dianalisis guna dapat menyimpulkan hasil dari penelitian yang telah dilakukan

Analisis data dibagi menjadi 2 bagian, yaitu :

1. Analisis sifat fisis pada hasil pengujian viskositas polimer, daya hantar listrik (DHL) polimer, *optical microscope* dan *scanning electron microscope* (SEM).
2. Analisis sifat mekanis pada hasil pengujian tarik.