

## BAB III METODE PENELITIAN

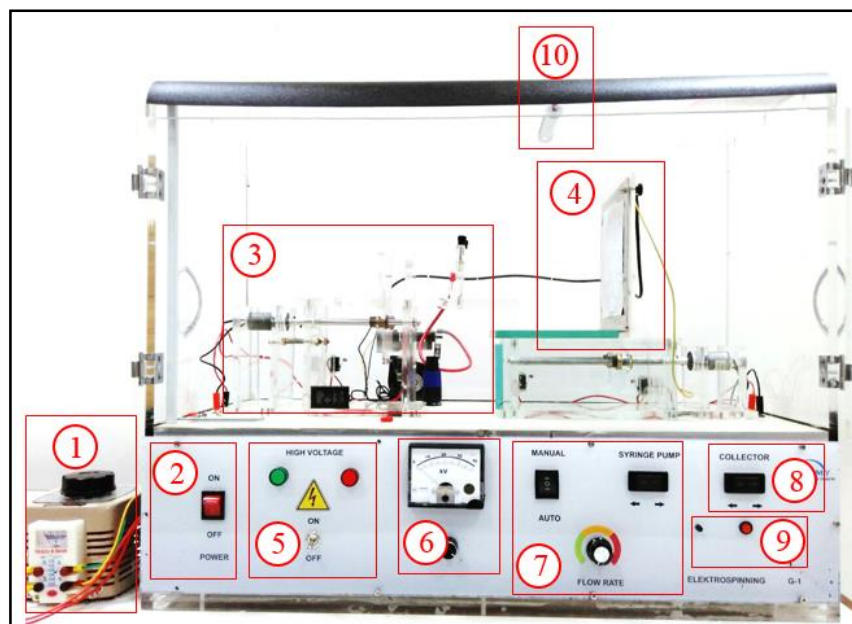
### 3.1. Bahan penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. PVA gohsenol (*polyvinyl alcohol*).
2. Aquades.
3. Nano emulsi kitosan ukuran partikel rata-rata 100 nm (Erdawati and Tri Suharto, 2011).

### 3.2. Alat Penelitian

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



**Gambar 3.1.** Alat *Electrospinning*

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.



**Gambar 3.2.** *Hot plate stirrer*

3. Jarum suntik (needle), berfungsi sebagai pengumpulan kutub positif.



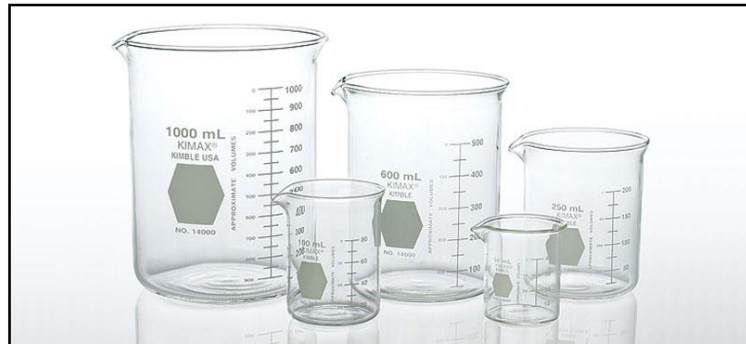
**Gambar 3.3.** Jarum suntik (*needle*)

4. Aluminium foil, berfungsi sebagai pengumpul serat nano.



**Gambar 3.4.** *Aluminium foil*

5. Gelas ukur, berfungsi sebagai pengukur larutan yang akan dibuat.



**Gambar 3.5.** Gelas ukur

6. Pipet, berfungsi untuk mengambil dan memindahkan cairan dalam skala kecil.



**Gambar 3.6.** Pipet

7. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dari kontaminasi.



**Gambar 3.7.** Sarung tangan nitril

8. Masker, berfungsi menjaga kesehatan sekaligus menghindari kontaminasi.



**Gambar 3.8.** Masker

9. Jrigen pembuangan, berfungsi sebagai pengumpul larutan yang sudah tidak terpakai.



**Gambar 3.9.** Jrigen pembuangan

10. Tisu, berfungsi untuk membersihkan alat yang akan digunakan.



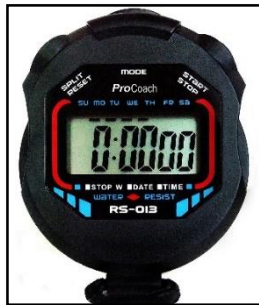
**Gambar 3.10.** Tisu

11. Timbangan digital, berfungsi untuk menimbang massa sampel.



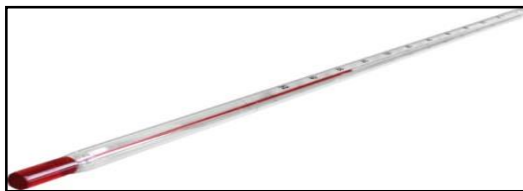
**Gambar 3.11.** Timbangan digital

12. Stopwatch, berfungsi sebagai pengukur waktu selama penelitian.



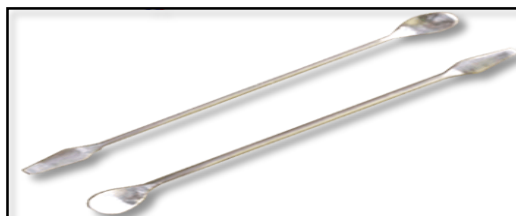
**Gambar 3.12.** Stopwatch

13. Termometer, berfungsi sebagai pengukur suhu larutan selama pemanasan.



**Gambar 3.13.** Termometer

14. Spatula, berfungsi sebagai penambah atau pengurang bahan kimia padatan dalam skala kecil.



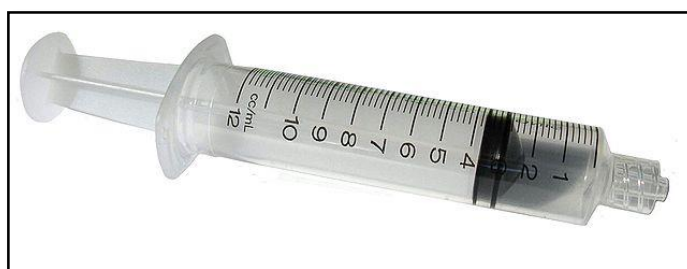
**Gambar 3.14.** Spatula

15. Pinset berfungsi sebagai alat bantu, baik menjepit maupun mengambil sampel.



**Gambar 3.15.** Pinset

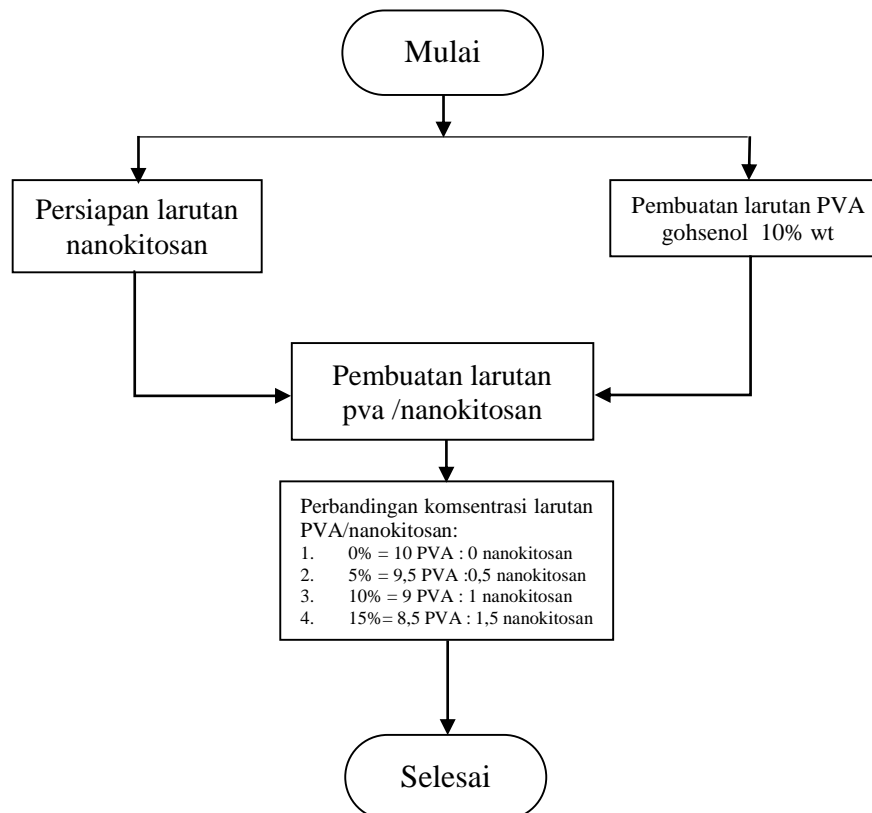
16. Syringe pump 10 ml, berfungsi sebagai tempat larutan polimer *electrospinning*.



**Gambar 3.16.** *Syringe*

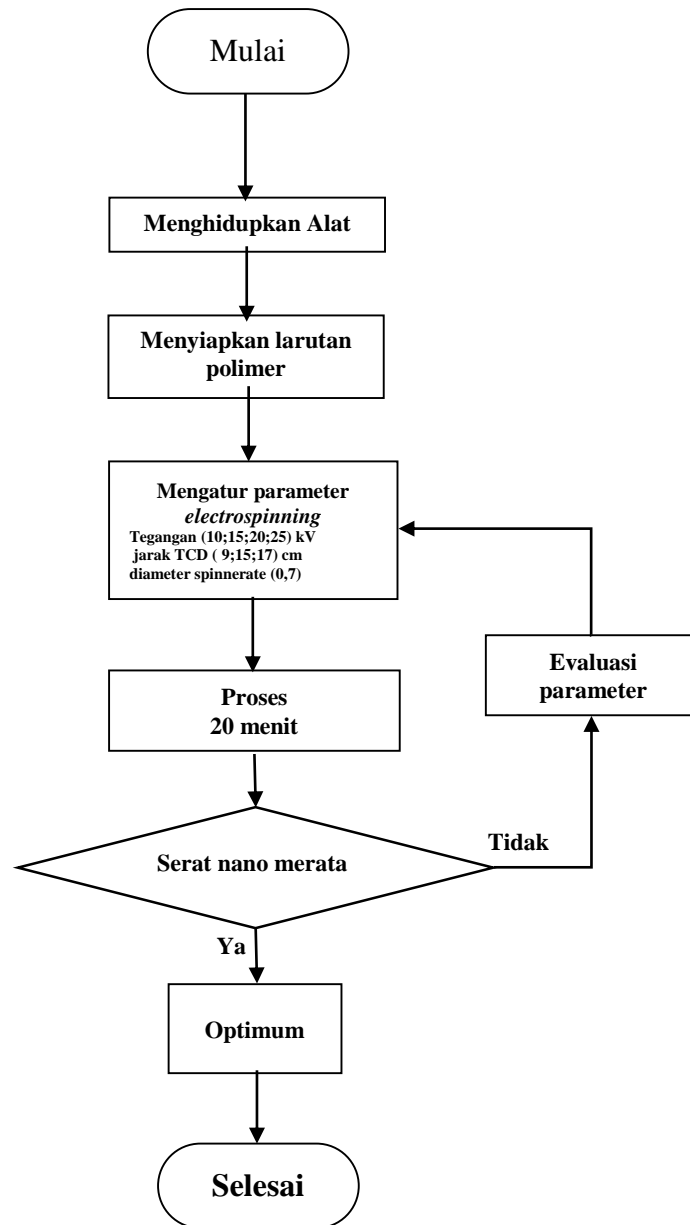
### 3.3. Skema langkah kerja

#### 3.3.1. Pembuatan larutan PVA/nanokitosan



**Gambar 3.17.** Diagram alir langkah kerja 1

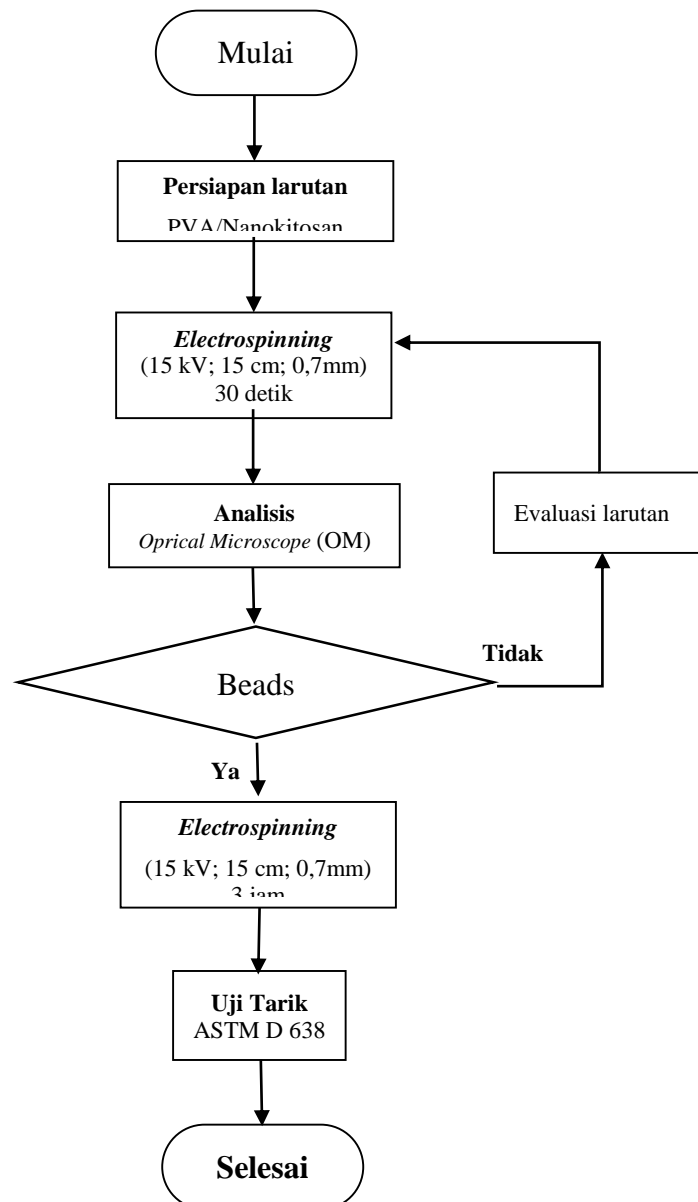
### 3.3.2. Optimasi *electrospinning*



Gambar 2.18. Diagram alir langkah kerja 2

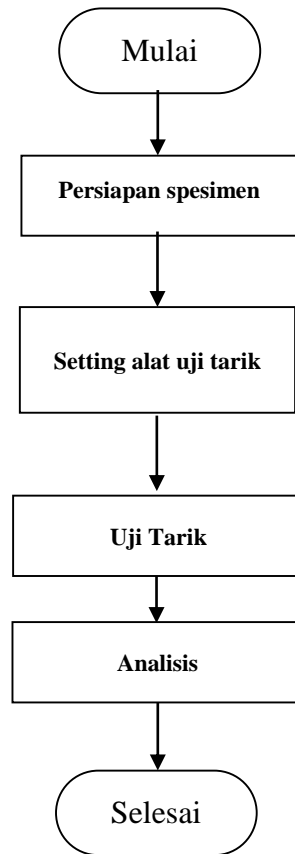


### 3.3.3. Pembuatan serat nano PVA/nanokitosan



Gambar 3.19. Diagram alir langkah kerja 3

### 3.3.4. Pengujian tarik



**Gambar 3.20** Diagram alir langkah kerja 4

### 3.4. Pelaksanaan penelitian

#### 3.4.1. Persiapan Alat

Peralatan yang akan digunakan (gelas beker, gelas ukur, spatula, corong kaca) terlebih dahulu dicuci dengan air sabun, dibilas dengan aquades dan disterilkan menggunakan etanol lalu dikeringkan menggunakan *hair dryer*. Alat lainnya yang tidak perlu dicuci seperti Pinset, gunting dan magnetic stirrer juga disterilkan menggunakan etanol.

#### 3.4.2. Pembuatan larutan PVA gohsenol dan nanokitosan

Pembuatan larutan PVA gohsenol dan nanokitosan, diawali dengan membuat larutan PVA yaitu menimbang 10 gram PVA gohsenol yang dimasukan kedalam 90 gram Aquades dan dipanaskan pada suhu 80°C disertai pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 300 rpm (Gambar 3.2) hingga larutan homogen. Setelah 1 jam larutan didiamkan selama 4 jam sehingga suhu larutan sama dengan suhu ruangan. Selanjutnya, nanokitosan yang digunakan dalam penelitian ini dalam bentuk nano emulsi kitosan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.21. Selanjutnya nanokitosan diambil menggunakan mikropipet dari mikrokitosan.



**Gambar 3.21.** Emulsi nanokitosan

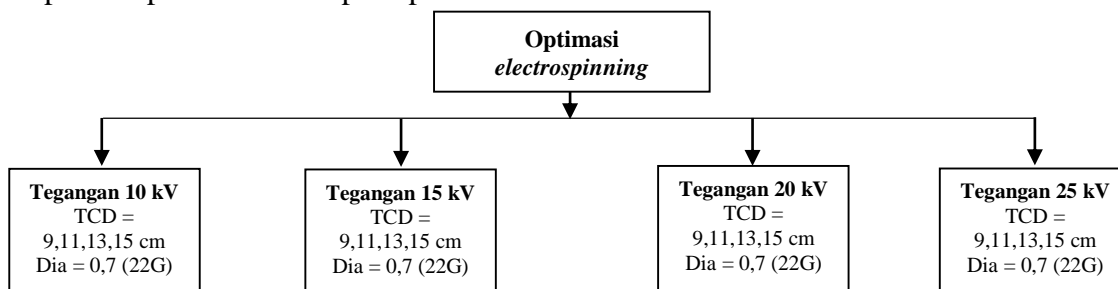
Selanjutnya larutan emulsi nanokitosan dipadukan dengan larutan PVA 10 % (w/w) dengan perbandingan konsentrasi sebagai berikut:

**Tabel 3.1.** Perbandingan konsentrasi larutan PVA/Nanokitosan

No	Konsentrasi Larutan	Perbandingan (w/w)
1	PVA/Nanokitosan 0% (w/w)	10:0
2	PVA/Nanokitosan 2% (w/w)	9,8:0,2
3	PVA/Nanokitosan 5% (w/w)	9,5:0,5
4	PVA/Nanokitosan 10% (w/w)	9:1
5	PVA/Nanokitosan 15% (w/w)	8,5:1,5

### 3.4.3. Optimasi *electrospinning*

Proses optimasi *electrospinning* diawali dengan menyiapkan larutan PVA 10%(w/w) sebanyak 8 ml dimasukan pada *syringe*. Tahap selanjutnya yaitu mengatur beberapa parameter yang mempengaruhi *electrospinning* diantaranya tegangan 10-25 kV, jarak 9-15 cm, diameter *spinnerate* 0,7 (22G) dengan waktu per-sampel 20 menit seperti pada Gambar 3.22.



**Gambar 3.22.** Optimasi parameter *electrospinning*

### 3.4.3. Pembuatan membran serat nano

Pembuatan membran serat nano dilakukan setelah parameter optimum *electrospinning* ditemukan. Pembuatan serat nano diawali dengan mempersiapkan konsentrasi larutan PVA/Nanokitosan dengan konsentrasi diantaranya 0%, 5%, 10%, 15%. ). Selanjutnya larutan PVA/Nanokitosan dengan berbagai variasi

konsentrasi dimasukan kedalam pipa pengumpan (*syringe*) yang diberi tegangan listrik *direct curent (DC)* dan diarahkan pada plat *collector* yang berfungsi sebagai pengumpul serat. Terdapat dua tahap pembuatan sampel pengujian pada proses ini, diantaranya sampel optik dan sampel uji tarik, terkait waktu pembuatan masing-masing 30 detik dan 3 jam per-spesimen. Proses *electrospinning* menggunakan alat hasil rekayasa di laboratorium nanomaterial teknik mesin (UMY) seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1.

### 3.5. Instrumen analisis dan pengujian sampel

#### 3.5.1. Preparasi sampel uji optical microscope (OM)

OM digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dan ketebalan sampel uji. Sampel uji yang dianalisis menggunakan OM diletakan diatas preparat kaca seperti pada Gambar 3.23 dan dibuat menggunakan *electrospinning* dengan waktu 30 detik.



**Gambar 3.23.** Sampel *optical microscope*

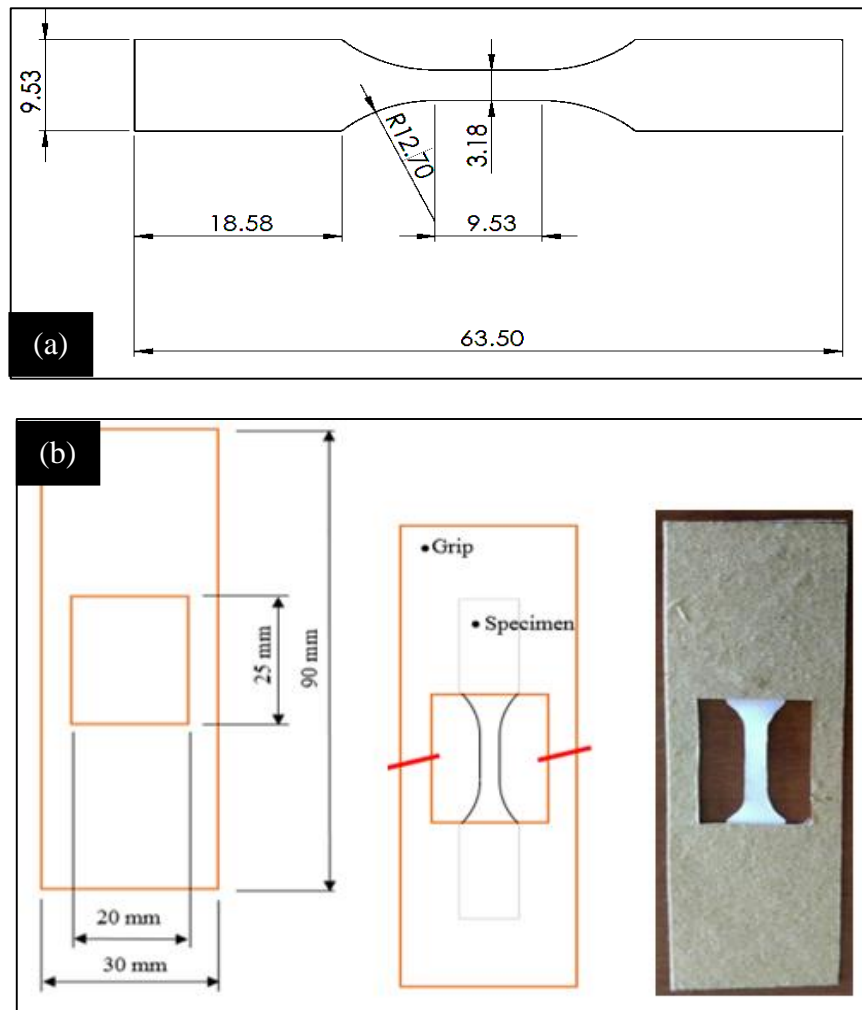
#### 3.5.2. Preparasi sampel uji mekanik

Pengujian tarik dilakukan untuk mengetahui pengaruh struktur serat nano terhadap kuat tarik membran. Mesin yang digunakan adalah mesin uji tarik yang ada di Laboratorium Teknik Pertanian Universitas Gadjah Mada.

Adapun spesifikasi mesin tersebut sebagai berikut :

Merk	: Zwick
Seri	: 0,5
Asal	: German
Load cell	: 50 kg
Speed testing	: 10 mm/menit

Langkah awal adalah pembuatan spesimen sesuai dengan standard ASTM D 638 tipe V (Gambar 3.24a). Spesimen uji tarik diberikan grip seperti Gambar 3.24b sebagai pemegang spesimen memudahkan pengujian.



**Gambar 3.24.** (a) ASTMD 638 type V ;(b) Preparasi sampel uji tarik membran serat nano

### 3.5.2.1. Prosedur pengujian

Adapun langkah pengujian tarik yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Mengukur dimensi spesimen meliputi : panjang, lebar dan tebal seperti pada Gambar 3.26.
2. Membuat grip spesimen agar spesimen tidak rusak saat diuji.
3. Menandai setiap spesimen dengan kode tulisan agar tidak keliru.

4. Menghidupkan mesin.
5. Memasukan data spesimen dan data pengujian pada program komputer mesin uji tarik.
6. Memasang spesimen pada mesin uji tarik seperti pada Gambar 3.25.
7. Mencetak data pengujian tarik hasil pengujian.
8. Setelah mendapatkan data hasil pengujian tarik dilanjutkan dengan mengkarakterisasi modulus elastisitas, kuat tarik dan regangan.



**Gambar 3.25.** *Universal Testing Machine Zwick 0,5*



**Gambar 3.26.** Pengukuran ketebalan : a) Pemasangan sampel, b) Hasil pengukuran ketebalan menggunakan *optical microscope*

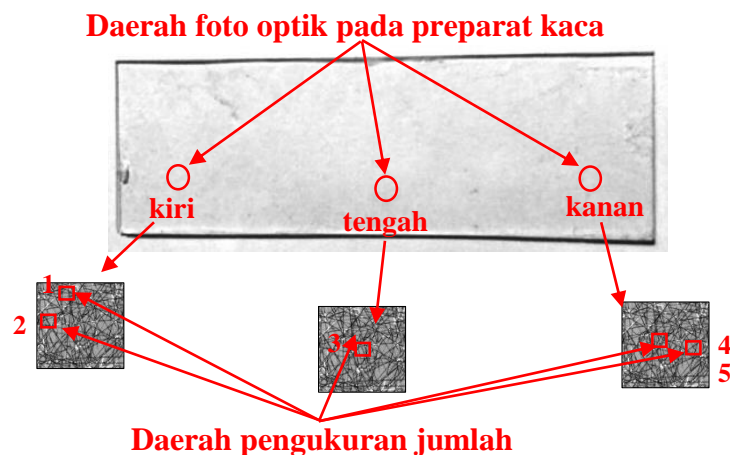
### 3.6. Teknik Analisis

Teknik analisis merupakan teknik yang digunakan untuk menganalisis membran serat nano PVA/Nanokitosan. Pada penelitian ini terdapat dua teknik analisis yang dilakukan. Analisis morfologi serat nano dilakukan dengan melakukan perhitungan jumlah beads sedangkan analisis kuat tarik dilakukan dengan melakukan perhitungan tegangan, regangan dan elastisitas membran serat nano. Adapun analisis kuat tarik yang dilakukan adalah sebagai berikut :



### 3.6.1. Perhitungan jumlah *beads*

Perhitungan jumlah *beads* yang dilakukan yaitu dengan mengambil lima foto (*crop*) dengan ukuran 3 cm x 2,5 cm dari tiga bagian foto optik yaitu foto samping kiri, foto tengah dan foto samping kanan pada preparat ukuran 2,54 cm x 7,62 cm seperti digambarkan pada Gambar 3.27.



Gambar 3.27. Ilustrasi perhitungan jumlah *beads*

### 3.6.2. Analisis sifat mekanik

Sifat mekanik membran serat nano PVA/Nanokitosan dianalisis menggunakan beberapa persamaan diantaranya :

- Tegangan

$$\sigma = F/A \dots \dots \dots (3.1)$$

dengan :

$\sigma$  = Tegangan

F = Gaya maksimum

A = Luas penampang membran serat nano

- Regangan

$$\varepsilon = \Delta L/L \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan :

$\varepsilon$  = Regangan

$\Delta L$  = Selisih panjang

L = Panjang awal

- Modulus Elastisitas

$$E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon \dots\dots\dots(3.3)$$

Dengan :

E = Modulus elastisitas

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

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