

BAB III

METODE PENELITIAN

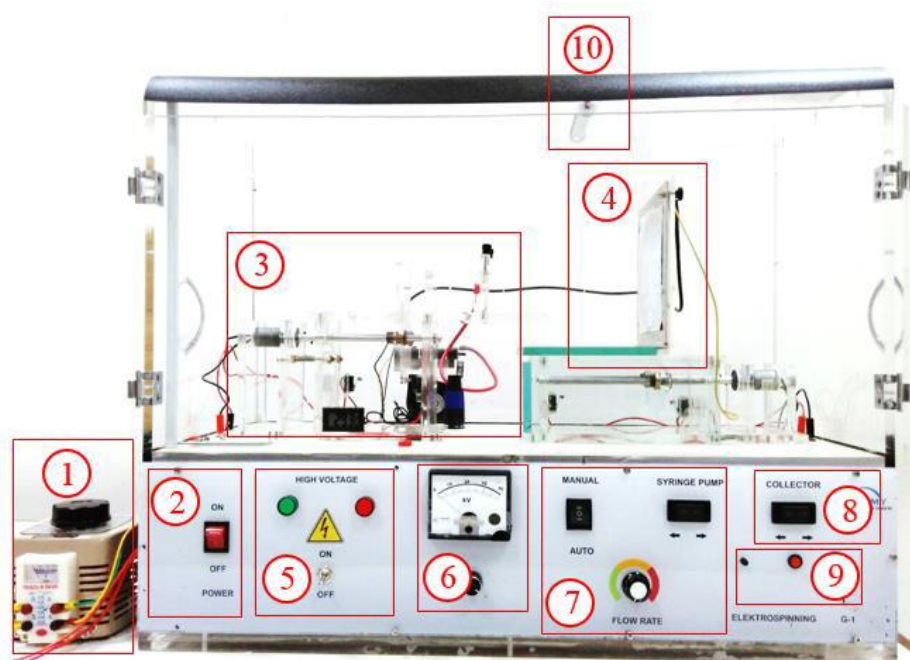
3.1. Bahan penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. (*polyvinyl alcohol*) PVA gohsenol (teknis)
2. PVA 85.000-124.000 (analisis)
2. Aquades

3.2. Alat Penelitian

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



Gambar 3.1. *Electrospinning*

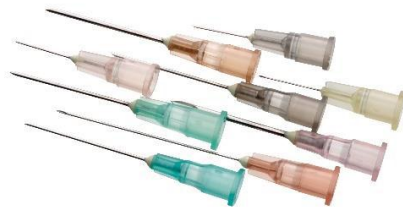
Nama Komponen

1. Pengatur tegangan manual
 2. Tombol ON/OFF
 3. Pengumpan (tempat syringe)
 4. Kolektor
 5. Saklar ON/OFF high voltage
 6. Voltmeter
 7. Tombol Pengatur laju alir
 8. Tombol Pengatur kolektor
 9. Tombol pengatur lampu
 10. Lampu
2. Hot plate stirrer, berfungsi sebagai pengaduk dan pemanas.



Gambar 3.2. *Hot plate stirrer*

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



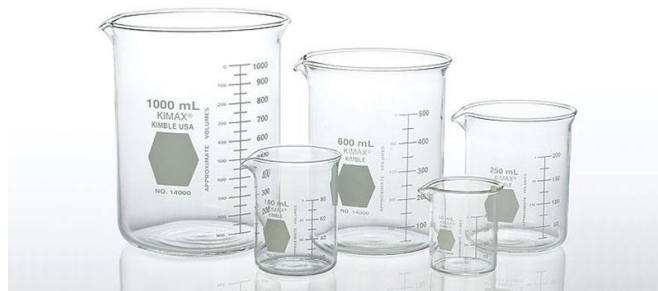
Gambar 3.3. Jarum suntik (*needle*)

1. Alumunium foil, berfungsi sebagai pengumpul serat nano.



Gambar 3.4. Alumunium foil

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



Gambar 3.5. Gelas ukur

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



Gambar 3.6. pipet

- Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dari kontaminasi.



Gambar 3.7. Sarung tangan nitril

- Masker, berfungsi menjaga kesehatan sekaligus menghindari kontaminasi.



Gambar 3.8. Masker

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



Gambar 3.9. Jrigen pembuangan

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



Gambar 3.10. Tisu

8. Timbangan digital, berfungsi untuk menimbang massa sampel.



Gambar 3.11. Timbangan digital

9. Stopwatch, berfungsi sebagai pengukur waktu selama penelitian.



Gambar 3.12. *Stopwatch*

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



Gambar 3.13. *Syringe*

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



Gambar 3.14. *Spatula*

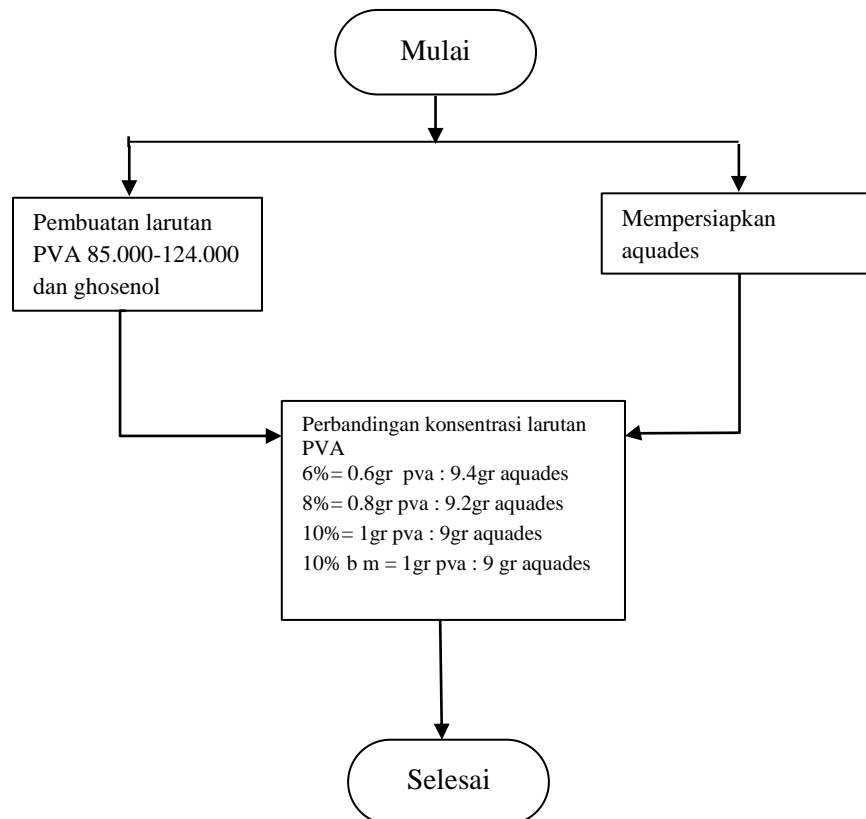
15. Pinset berfungsi sebagai alat bantu, baik menjepit maupun mengambil sampel.



Gambar 3.15. Pinset

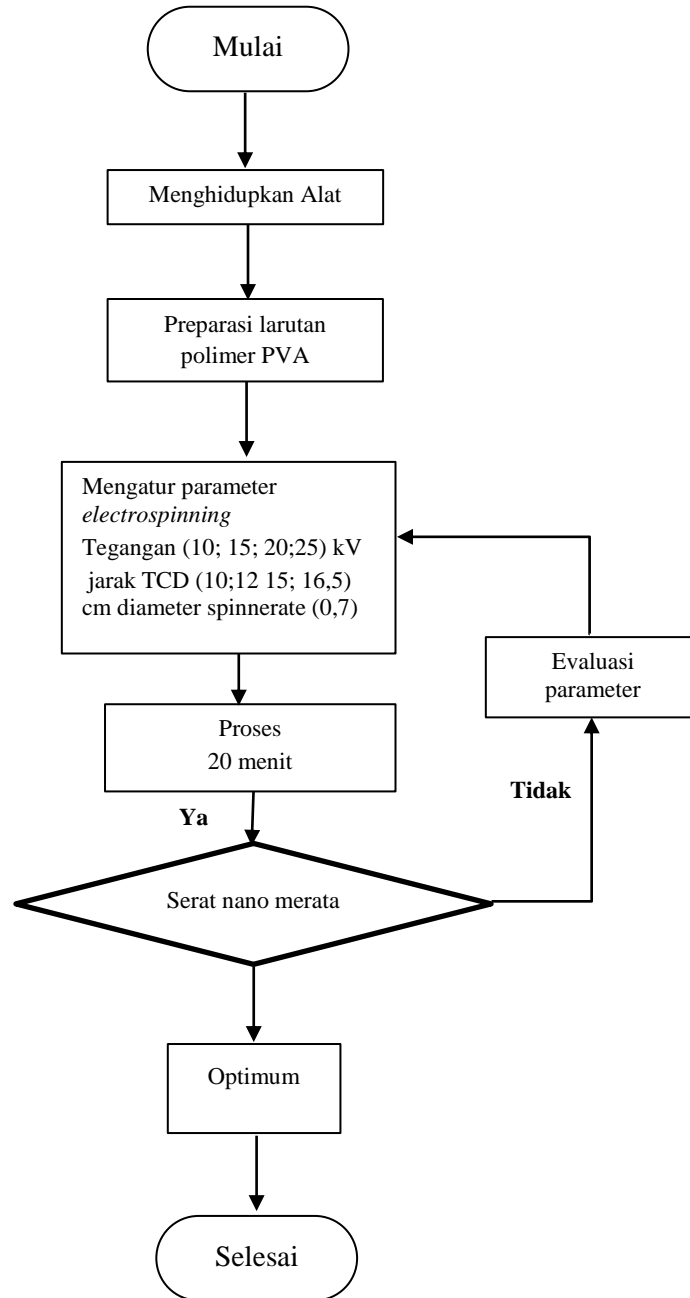
3.3 Diagram alir langkah Penelitian

3.3.1. Persiapan dan pembuatan larutan PVA



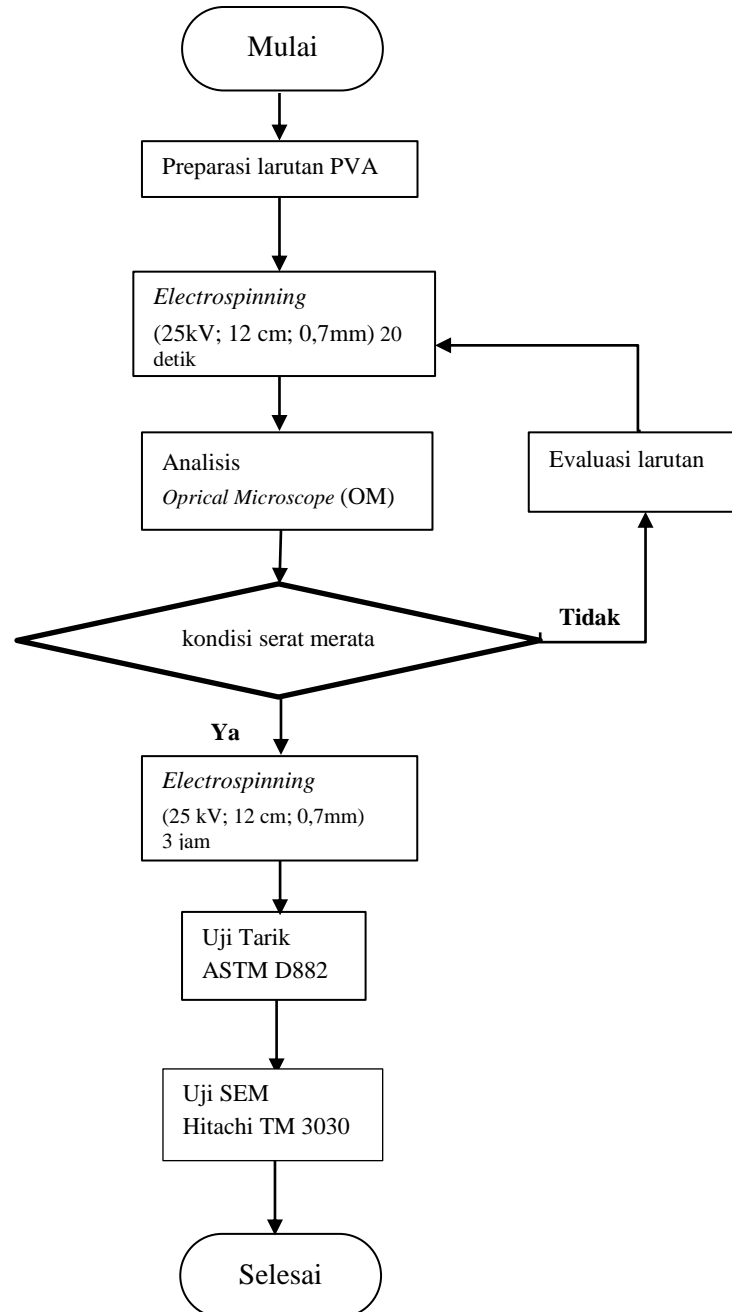
Gambar 3.16. Diagram alir langkah kerja 1

3.3.2. Optimasi *electrospinning*



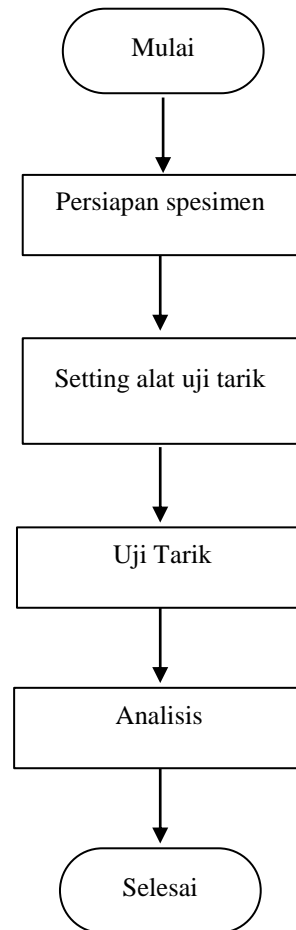
Gambar 3.17. Diagram alir langkah kerja 2

3.3.3. Fabrikasi nanofiber PVA



Gambar 3.18. Diagram alir langkah kerja 3

3.3.4. Pengujian tarik



Gambar 3.19. Diagram alir langkah kerja 4

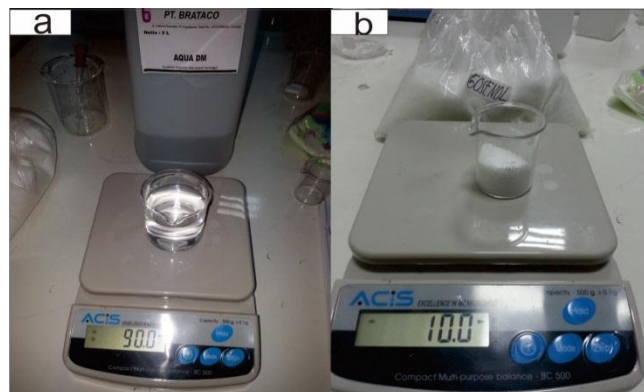
1.4. Pelaksanaan penelitian

1.4.1. Persiapan Alat

Peralatan yang akan digunakan (gelas ukur, spatula, *syringe*, pipet) 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.

1.4.2. Pembuatan larutan PVA gohsenol dan PVA 85.000-124.000

Pembuatan larutan PVA gohsenol dan PVA (BM 85.000-124.000), diawali dengan membuat larutan PVA yaitu menimbang 10 gram PVA gohsenol yang dimasukkan kedalam 90 gram Aquades dan dipanaskan pada suhu 80°C disertai pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 300 rpm dengan waktu 1 jam hingga larutan homogen. Sedangkan untuk PVA (BM 85.000-124.000) dengan waktu 3 jam. Setelah itu larutan didiamkan selama 4 jam sehingga suhu larutan sama dengan suhu ruangan.



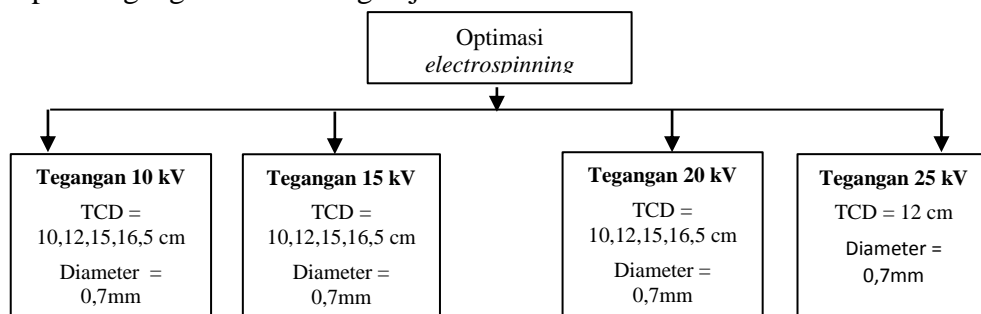
Gambar 3.20. Penimbangan bahan polimer (a) Aquades 90 gr, (b) PVA 10 gr



Gambar 3.21 Proses pelarutan PVA ke dalam aquades

1.4.3. 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 10-16,5 cm, diameter *spinnerate* 0,7 dengan waktu per-sampel 20 detik yang di semprotkan pada preparat. Setelah fiber menempel pada preparat lalu dilihat dengan OM dan akan terlihat apakah fiber pada kondisi yang merata atau tidak. Pada proses optimasi ini mencari parameter yang optimum, yang didapatkan pada tegangan 25 kV dengan jarak 12 cm.



Gambar 3.22. Optimasi parameter *electrospinning*

1.4.4. Pembuatan membran serat nano

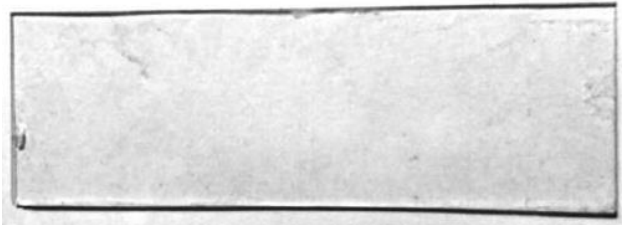
Pembuatan membran serat nano dilakukan setelah parameter optimum *electrospinning*. Pembuatan serat nano diawali dengan mempersiapkan konsentrasi larutan PVA gohsenol dan PVA (BM 85.000-124.000) dengan konsentrasi diantaranya 6%, 8%, 10%, 10%.). Selanjutnya larutan PVA dengan berbagai variasi

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 20 detik dan 3 jam per-spesimen. Proses *electrospinning* menggunakan alat hasil rekayasa di laboratorium nanomaterial teknik mesin (UMY).

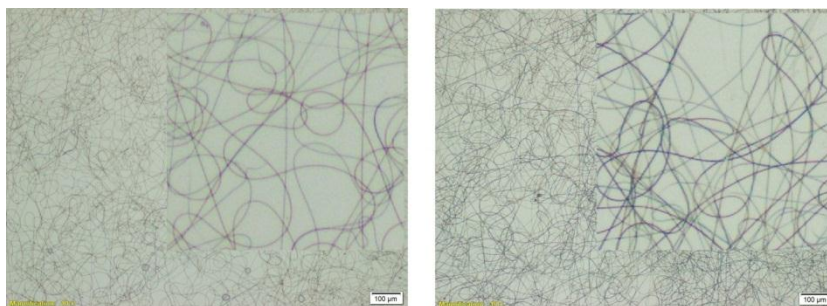
1.5. Instrumen analisis dan pengujian sampel

1.5.1. Preparasi sampel uji optical microscope (OM)

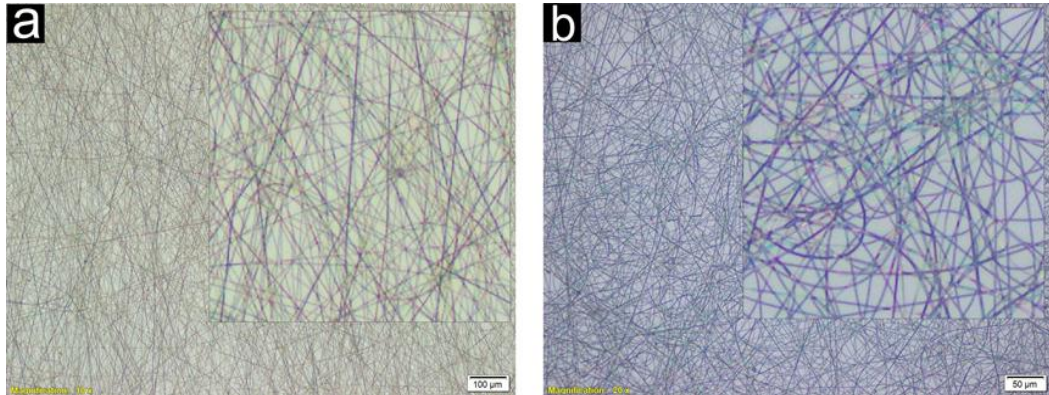
OM digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dan ketebalan sampel uji. Sampel uji yang dianalisis menggunakan OM diletakan diatas preparat kaca dan dibuat menggunakan *electrospinning* dengan waktu 20 detik.



Gambar 3.23. Sampel *optical microscope*



Gambar 3.24. Foto morfologi nanofiber PVA yang tidak merata menggunakan OM



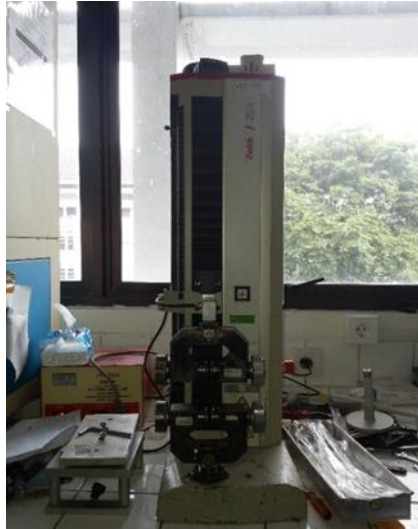
Gambar 3.25. Foto morfologi nanofiber PVA Gohsenol (teknis) dan PVA 85.000-124.000 (analisis) yang merata menggunakan OM ; (a) PVA teknis (b) PVA analisis

1.5.2. 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 :

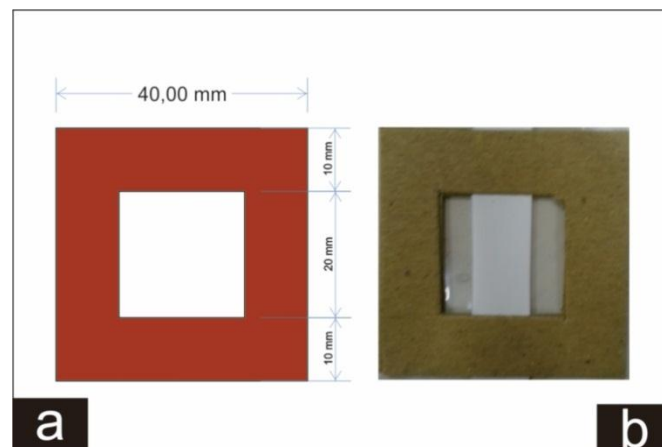
Tabel 3.2 Spesifikasi alat uji tarik

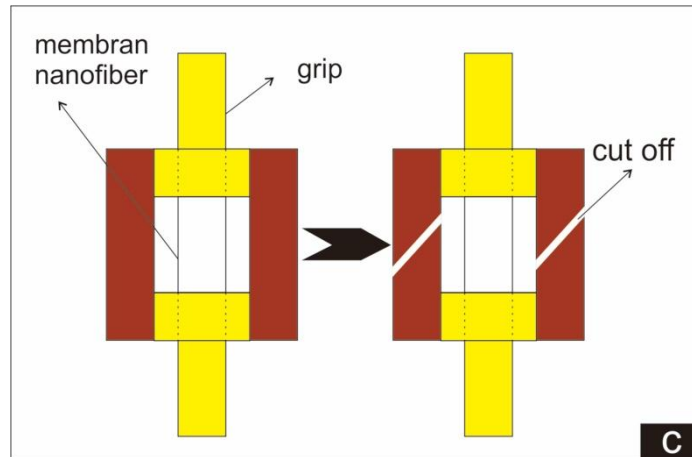
Merk	Zwick
Seri	0,5
Asal	German
<i>Load Cell</i>	50kg
<i>Speed Testing</i>	10mm/menit



Gambar 3.26. *Universal Testing Machine Zwick 0.5*

Langkah awal adalah pembuatan spesimen sesuai dengan standard ASTM D 882 (Gambar 3.25a). Spesimen uji tarik diberikan grip seperti (Gambar 3.27b) sebagai pemegang spesimen untuk memudahkan pengujian.





Gambar 3.27. (a) ASTM D 882, (b) Preparasi sampel uji tarik, (c) Posisi grip terhadap sampel (Wang, 2013)

Adapun spesifikasi pengujian mekanik yang direkomendasikan dalam standar ASTM D882 adalah sebagai berikut:

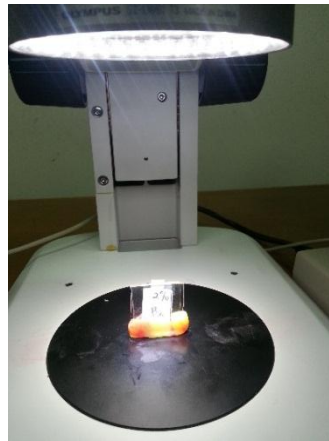
1. Dimensi spesimen : 40 x 10 mm.
2. *Gauge length* : 20 mm.
3. *Strain rate* : 5 mm/min.
4. *Load cell* : 100 N.

1.5.2.1. Prosedur pengujian

Adapun langkah pengujian tarik yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Mengukur dimensi spesimen meliputi : panjang, lebar dan tebal
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
7. Mencetak data pengujian tarik hasil pengujian.
8. Setelah mendapatkan data hasil pengujian tarik dilanjutkan dengan mengkararakteristik modulus elastisitas, kuat tarik, dan regangan.



Gambar 3.28. Pengambilan foto makro menggunakan OM



Gambar 3.29. Proses pengukuran ketebalan menggunakan skala pada OM



Gambar 3.30. Proses uji tarik

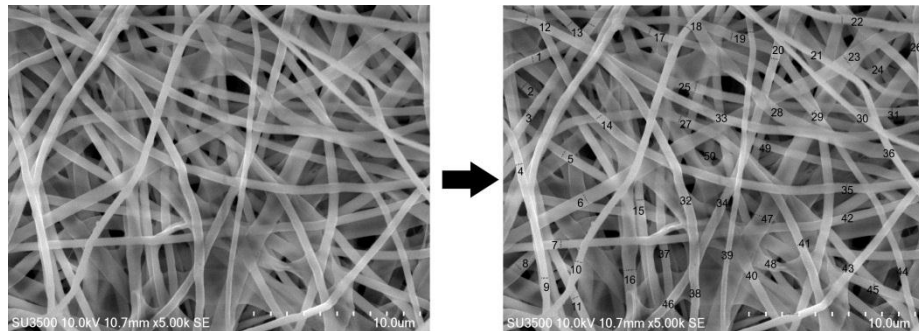
1.6. Teknik Analisis

Teknik analisis merupakan teknik yang digunakan untuk menganalisis membran serat nano PVA Gohsenol dan PVA (BM 85.000-124.000). Pada penelitian ini terdapat dua teknik analisis yang dilakukan. Analisis morfologi serat nano dilakukan dengan melakukan perhitungan diameter serat sedangkan analisis kuat tarik dilakukan dengan melakukan perhitungan tegangan, regangan dan elastisitas membran serat nano. Adapun analisis morphology dan kuat tarik yang dilakukan adalah sebagai berikut :

3.6.1. Karakterasi membran serat nano

Morfologi struktur dan diameter membran hasil *electrospinning* PVA Gohsenol dan PVA (BM 85.000-124.000) diamati dengan SEM. Salah satu area dengan perbesaran 10.000x serat nano dilakukan pengukuran diameter dengan menandai 50 titik acak berbeda menggunakan visualisasi *coreldraw*. Pengukurannya dengan mengkalibrasi satuan. Cara mengkalibrasi dengan mengukur skala perbesaran pada gambar. Setelah itu mengukur fiber dengan menarik garis pada lebar fiber. Setelah didapatkan besar fiber dan panjang skala, lalu dihitung dengan cara besar

fiber dibagi panjang skala lalu dikalikan dengan satuan panjang. Hasil pengukuran diameter dirata-rata untuk mendapat perbandingan besar diameter antara sampel 1-4. Analisa diameter serat *nanofiber* kemudian, di amati juga dengan mengamati distribusi serat *nanofiber* tersebut dalam satu lingkup area pengukuran.



Gambar 3.31. Pengukuran diameter *nanofiber*

1.6.2 Analisis kuat tarik

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

Tegangan

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

dengan :

σ = Tegangan

F = Gaya maksimum

A = Luas penampang membran serat nano

Regangan

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

dengan :

ε = Regangan

ΔL = Selisih panjang

L = Panjang awal

Modulus Elastisitas

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

dengan :

E = Modulus elastisitas

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

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