

BAB III

METODE PENELITIAN

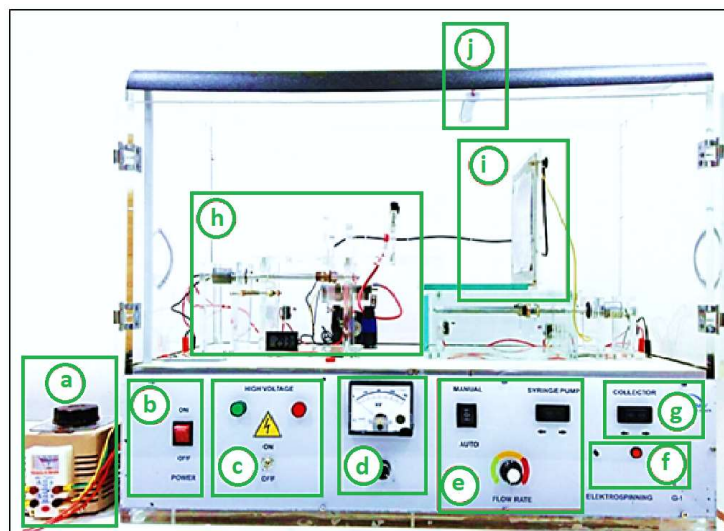
Pada bab ini akan dijelaskan mengenai metode penelitian yang dilakukan meliputi waktu dan tempat penelitian, bahan penelitian, peralatan penelitian, prosedur pengumpulan data, pengolahan data serta analisis hasil.

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus sampai Desember 2017 di Laboratorium Nanomaterial, Ruang CNC, Gedung G6, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

3.2. Alat penelitian

1. *Electrospinning*, untuk memproduksi serat nano.



Gambar 3.1 Mesin *Electrospinning*

Keterangan komponen:

- | | |
|----------------------------------|------------------------------|
| a. Kontrol tegangan input manual | f. Saklar lampu |
| b. Saklar ON/OFF utama | g. Kontrol motor kolektor |
| c. Saklar ON/OFF tegangan tinggi | h. Instalasi sistem siring |
| d. Voltmeter | i. Instalasi sistem kolektor |
| e. Kontrol motor syringe | j. Lampu penerangan |

2. *Hot plate magnetic stirrer*, untuk mengaduk larutan pada temperatur tinggi.



Gambar 3.2 Hot plate magnetic stirrer

3. Jarum suntik (needle), untuk pengumpanan kutub positif dan keluarnya larutan polimer.



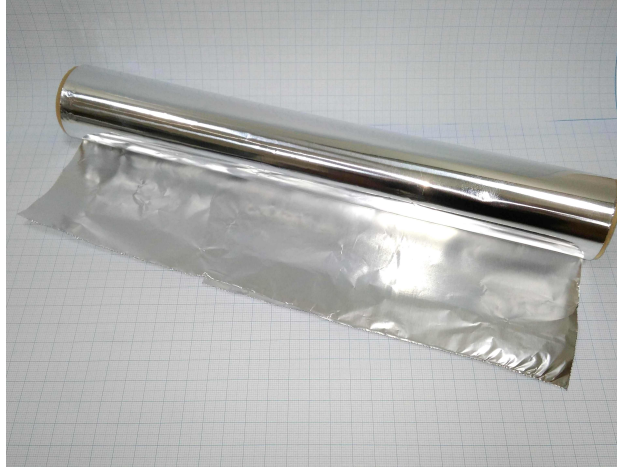
Gambar 3.3 Jarum suntik (needle)

4. Syringe pump 10 ml, tempat larutan polimer electrospinning.



Gambar 3.4 Pompa siringe

5. Alumunium foil, untuk melapisi plat kolektor.



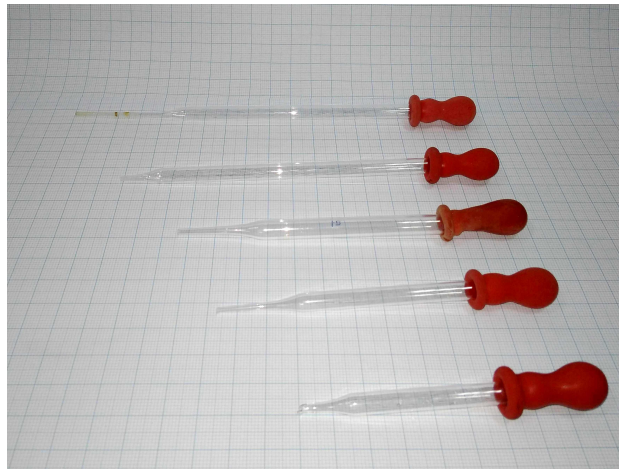
Gambar 3.5 Alumunium foil

6. Gelas beaker, sebagai pengukur dan wadah reaksi,



Gambar 3.6 Gelas beaker

7. Pipet ukur, untuk mengambil larutan sesuai takaran yang dibutuhkan.



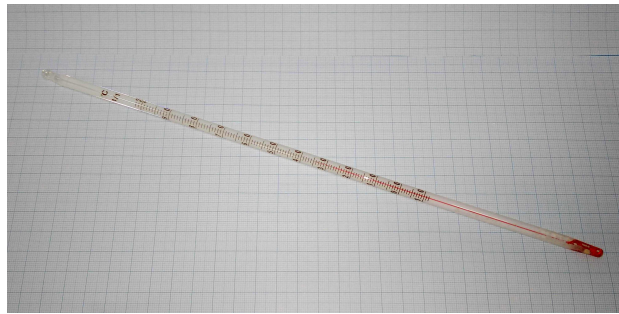
Gambar 3.7 Pipet ukur

8. Sarung tangan nitril, untuk melindungi objek dari zat kontaminasi.



Gambar 3.8 Sarung tangan nitril

9. Termometer, mengukur temperature pengadukan.



Gambar 3.9 Termometer

10. Timbangan digital, untuk menakar massa sampel.



Gambar 3.10 Timbangan digital

11. Stopwatch, berfungsi untuk mengukur waktu pengujian.



Gambar 3.11 Stopwatch

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



Gambar 3.12 Spatula

13. Pinset, sebagai alat bantu, baik menejpit maupun mengambil sampel.



Gambar 3.13 Pinset

14. Tissue, berfungsi untuk membersihkan alat yang akan digunakan.



Gambar 3.14 Tisu kering

3.3. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

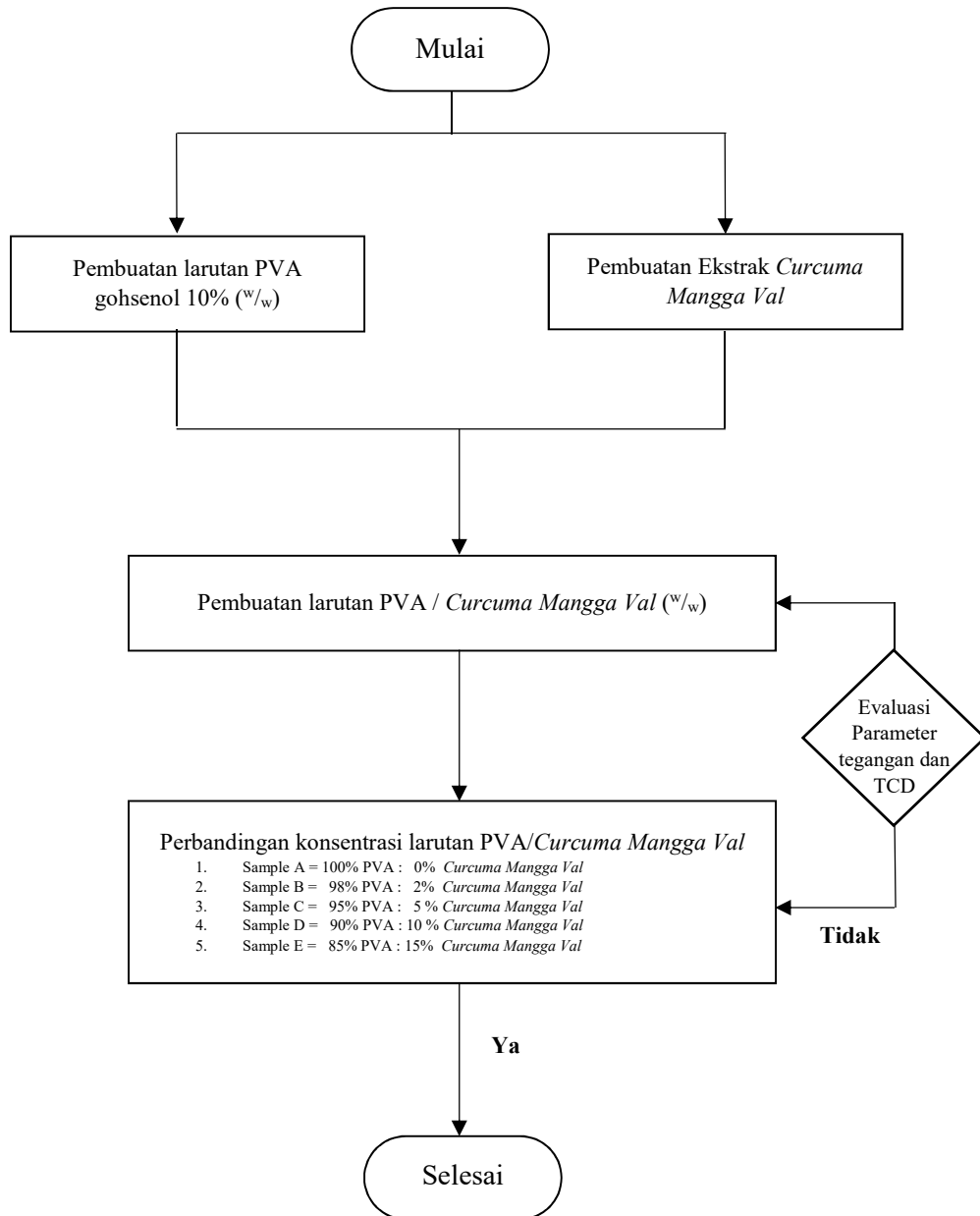
1. Poly (*vinyl alcohol*) Gohsenol (MW \pm 300000) sebagai bahan pembentukan membrane nanofiber PVOH/CMV
2. Aquades digunakan sebagai pelarut PVOH/CMV
3. Ekstrak *Curcuma Mangga Val*

3.4. Software Analisa data

1. *Software* ImageJ
2. *Software* OriginPro 9.0

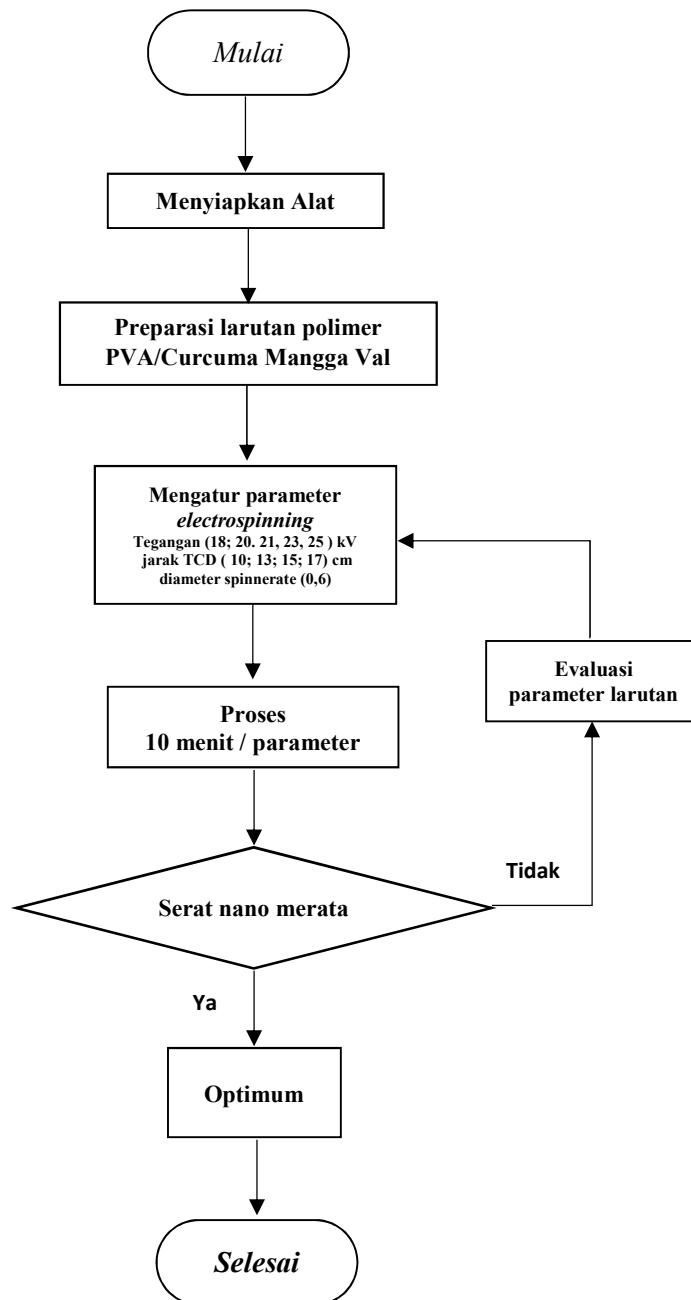
3.5. Skema langkah kerja

3.5.1 Pembuatan larutan PVOH / CMV



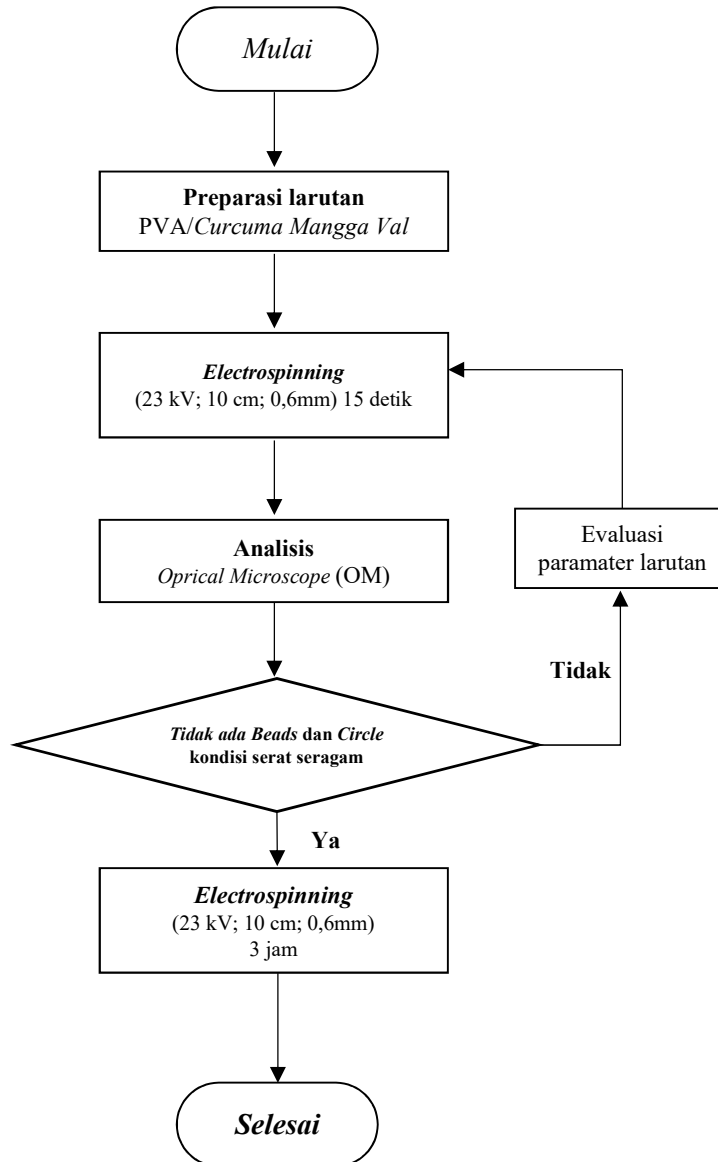
Gambar 3.15 Diagram alir langkah kerja pembuatan sampel larutan

3.5.2 Optimasi *electrospinning*



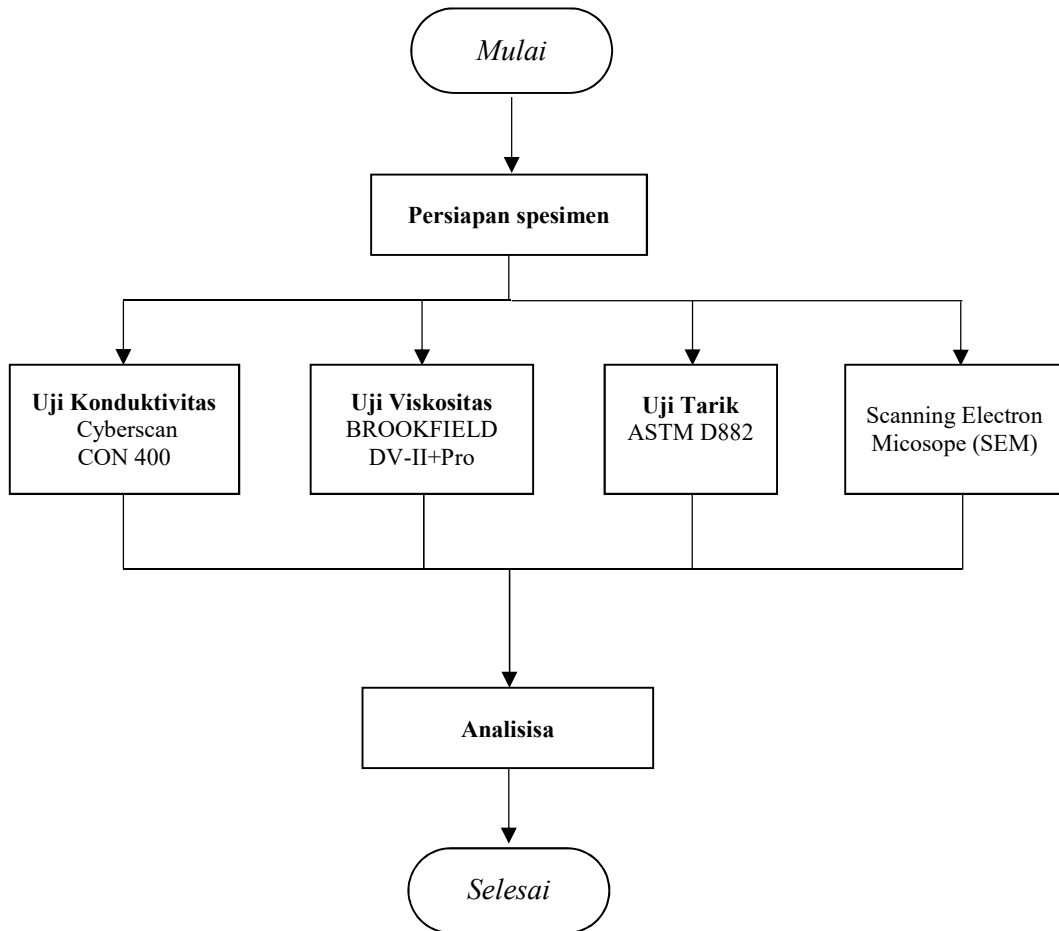
Gambar 3.16 Diagram alir langkah kerja optimasi electrospinning

3.5.3 Fabrikasi nanofiber PVOH/CMV



Gambar 3.17 Diagram alir langkah Fabrikasi nanofiber PVA/Curcuma Mangga Val

3.5.4 Pengujian



Gambar 3.18 Diagram alir langkah Pengujian

3.6. Pelaksanaan penelitian

3.6.1 Persiapan Alat

Sebelum melakukan proses pembuatan larutan polimer PVA / Curcuma Mangga Val, beberapa peralatan (gelas ukur, spatula, pipet, kapsul magnetic stirrer) harus dicuci dulu dengan air mengalir dan sabun. Kemudian peralatan di keringkan menggunakan tissue dan hair dryer / oven. Selanjutnya, agar terjaga kesterilannya peralatan disterilkan menggunakan etanol.

3.6.2 Pembuatan larutan PVA/*Curcuma Mangga Val*

Pembuatan larutan PVA / *Curcuma Mangga Val* dilakukan dalam beberapa proses. Urutan proses pembuatan larutan adalah sebagai berikut :

1. Menimbang 10 gr PVA dan 90 gr Aquades yang diletakan pada beker menggunakan timbangan digital.
2. Mencampur 10 gr PVA dan 90 gr menggunakan *magnetic stirrer* dengan kondisi temperatur pengadukan 35 °C dan kecepatan 200rpm selama 1 jam.
3. Selama proses pencampuran larutan polimer harus diperhatikan gumpalan yang timbul akibat panas yang tidak merata. Hal ini diatasi dengan mencampurkan kembali gumpalan ke dalam larutan polimer menggunakan pinset steril.
4. Larutan di dinginkan pada suhu ruangan ± 5 jam, sehingga gelembung – gelembung udara yang terperangkap seluruhnya menghilang.
5. Selanjutnya, dilakukan pembuatan larutan polimer PVA / *Curcuma Mangga Val* dengan kondisi pengadukan 200 rpm selama 2 jam dan tanpa pemanasan. Pembuatan larutan dengan kode sample A-E sesuai dengan tabel dibawah ini.

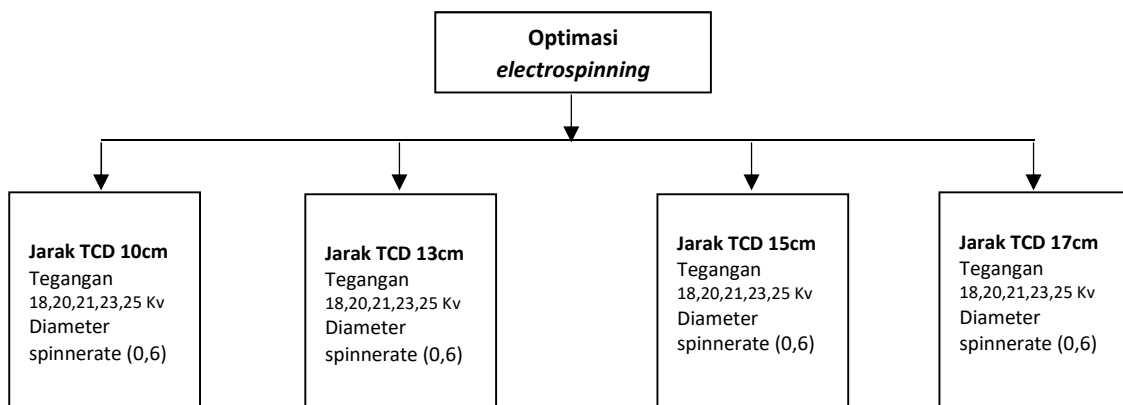
Tabel 3.1. Perbandingan konsentrasi larutan PVA / *Curcuma Mangga Val*

Nama Sampel	Konsentrasi Larutan	Perbandingan (w/w)
A	PVA / <i>Curcuma Mangga Val</i> 0% (w/w)	100% : 0%
B	PVA / <i>Curcuma Mangga Val</i> 2% (w/w)	98% : 2%
C	PVA / <i>Curcuma Mangga Val</i> 5% (w/w)	95% : 5%
D	PVA / <i>Curcuma Mangga Val</i> 10% (w/w)	90% : 10%
E	PVA / <i>Curcuma Mangga Val</i> 15% (w/w)	85% : 15%

6. Simpan larutan polimer ke dalam gelas yang kedap udara menghindari kontaminasi dari bakteri.
7. Masukkan kedalam lemari pendingin, guna menjaga larutan tetap pada suhu kamar.

3.6.3 Optimasi *electrospinning*

Proses optimasi *electrospinning* diawali dengan menyiapkan larutan PVA 10%(w/w) dan ekstrak CMV 15% sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam *syringe*. Tahap selanjutnya yaitu mengatur setup *electrospinning* diantaranya tegangan, jarak, diameter *spinnerate* dan waktu 20 menit. Parameter optimasi *electrospinning* ditampilkan pada gambar 3.21.



Gambar 3.19 Optimasi parameter *electrospinning*

3.6.4 Pembuatan membran serat nano

Fabrikasi membran nanofiber dilakukan pada parameter optimum *electrospinning*. Proses fabrikasi membran terbagi menjadi 2, diantaranya fabrikasi

sampel optik dan sampel uji tarik. Pembuatan sampel optik dilakukan pada sebuah gelas preparat yang ditempelkan pada bidang kolektor selama 10 detik. Sedangkan sampel uji tarik dilakukan selama 2 jam pada bidang aluminium foil yang ditempelkan pada plat kolektor. Proses fabrikasi membran nanofiber PVA/*Curcuma Mangga Val* dilakukan dengan menggunakan alat *electrospinning* hasil rekayasa laboratorium teknik mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY).

3.7. Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

3.7.1 Pengukuran viskositas

Pengukuran larutan diukur menggunakan viskometer Brookfield model DV-II + Pro yang berada di Laboratorium Rekayasa Pangan Fakultas Teknologi Pertanian UGM. Viskometer Brookfield mengukur viskositas fluida pada beberapa laju geser (*shear rates*). Viskositas merupakan ukuran resistansi fluida untuk mengalir. Viskometer brookfield merotasikan satu elemen pengindera (*sensing element*) dan mengukur besarnya torsi yang diperlukan untuk mengatasi resistansi *viscous* sehingga dapat bergerak. Ini dilakukan dengan cara menggerakkan suatu elemen yang dicelupkan ke dalam fluida yang disebut sebagai *spindle*. Pada saat spindle digerakkan, jarum pada skala akan menunjuk angka tertentu yang nilainya sebanding dengan viskositas fluida. Rentang viskositas minimum dihasilkan ketika menggunakan spindle terbesar yang dirotasikan pada kecepatan yang paling tinggi, sedangkan rentang maksimum diperoleh dengan menggunakan ukuran spindle terkecil dengan kecepatan rotasi paling rendah.



Gambar 3.20 Mesin uji viskositas Brookfield DV-II+Pro
(www.pharmaceuticalonline.com)

3.7.2 Pengukuran konduktivitas

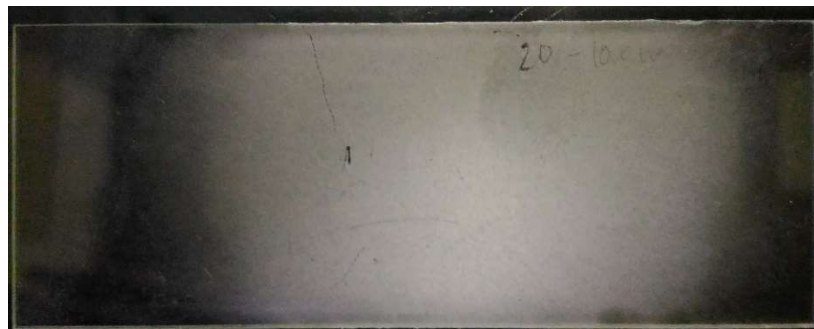
Dalam pengukuran konduktivitas larutan, sampel disiapkan minimal 100ml agar *probe* dapat terendam sempurna. Setelah konduktimeter dinyalakan dengan menekan tombol ON. Tanda panah yang ditampilkan pada LCD monitor dipastikan menunjuk pada satuan untuk konduktivitas larutan yakni $\mu\text{S}/\text{cm}$ sebelum pengukuran dilakukan. Batang probe dimasukan ke dalam larutan dan nilai yang tercantum pada LCD monitor ditunggu sampai tidak terjadi fluktuasi, kemudian dicatat. Batang probe diangkat, dibersihkan menggunakan aquades, lalu diusap menggunakan menggunakan chamois atau kertas tisu secara perlahan hingga akhirnya skala pada monitor kembali menuju nilai $0,0 \mu\text{S}/\text{cm}$. Sampel larutan berikutnya diukur dengan langkah-langkah diatas.



Gambar 3.21 Alat pengukur daya hantar listrik / konduktivitas Cyberscan CON 400
(www.eutechinst.com)

3.7.3 Preparasi sample membran pengujian optik

Sampel pengujian optic disiapkan pada sebuah gelas preparat dengan waktu pembuatan selama 15 detik. Sampel pengujian optic ditampilkan pada gambar 3.22.



Gambar 3.22 Foto sampel pengujian *optical microscope* pada gelas preparat.

Prosedur pengujian :

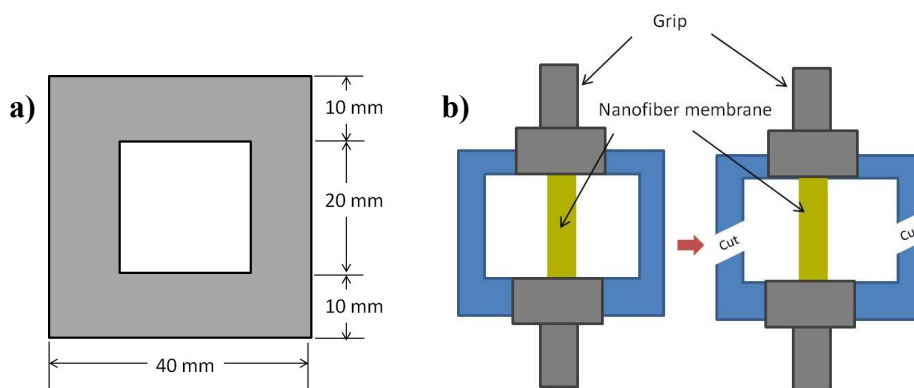
Adapun langkah pengujian *optical microscope* adalah sebagai berikut:

1. Membersihkan kaca preparat dengan larutan etanol pada tisu.
2. Penempelan kaca preparat pada plat kolektor.

3. Pembuatan membran nanofiber menggunakan alat *electrospinning* selama 10 detik.
4. Pengamatan morfologi nanofiber pada sampel preparat menggunakan *optical microscope*.

3.7.4 Preparasi sampel membran pengujian mekanik

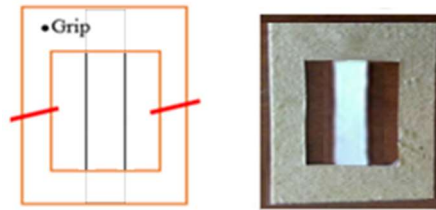
Sampel pengujian mekanik difabrikasi menggunakan alat *electrospinning*. Proses pembuatan dilakukan selama 3 (tiga) jam pada bidang alumunium foil yang dilekatkan pada plat kolektor. membran harus didiamkan selama 24 jam untuk mencapai kepadatan sebelum diangkat. Pembuatan spesimen dilakukan sesuai dengan standar ASTM D882. Preparasi sampel uji tarik membran nanofiber ditampilkan pada gambar 3.23.



Gambar 3.23 a) Spesifikasi frame untuk sampel uji tarik. b) Posisi grip terhadap penampang membran (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.



Gambar 3.24 Foto sampel uji tarik membran nanofiber PVA/kitosan

Mesin yang digunakan adalah mesin uji tarik yang ada di Laboratorium Teknik Pertanian Universitas Gadjah Mada. Adapun spesifikasi mesin tersebut adalah sebagai berikut :

Tabel 3.2 Spesifikasi mesin uji tarik

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

3.8. Teknik Analisis

Teknik analisis yang diterapkan meliputi 2 (dua) teknik, yaitu analisis secara visual dan perhitungan matematis. Analisis morfologi serat nano dilakukan dengan melakukan perhitungan jumlah *beads* dan diameter fiber yang terlihat dalam suatu area objek, sedangkan analisis kuat tarik dilakukan dengan melakukan perhitungan tegangan, regangan dan elastisitas membran serat nano.

3.8.2 Analisis sifat mekanik

Pegujian tarik dilakukan untuk menganalisis sifat mekanis membran nanofiber PVA/CMV. Sifat mekanik membran serat nano PVA/CMV dianalisis menggunakan beberapa persamaan diantaranya :

a. Tegangan

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

keterangan: σ = Tegangan; F = Gaya maksimum; A = Luas penampang membran serat nano

b. Regangan

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

keterangan: ε = Regangan; ΔL = Selisih panjang; L = Panjang awal

c. Modulus Elastisitas

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

keterangan: E = Modulus elastisitas; $\Delta\sigma$ = Selisih tegangan pada batas elastis; $\Delta\varepsilon$ = Selisih regangan pada batas elastis.