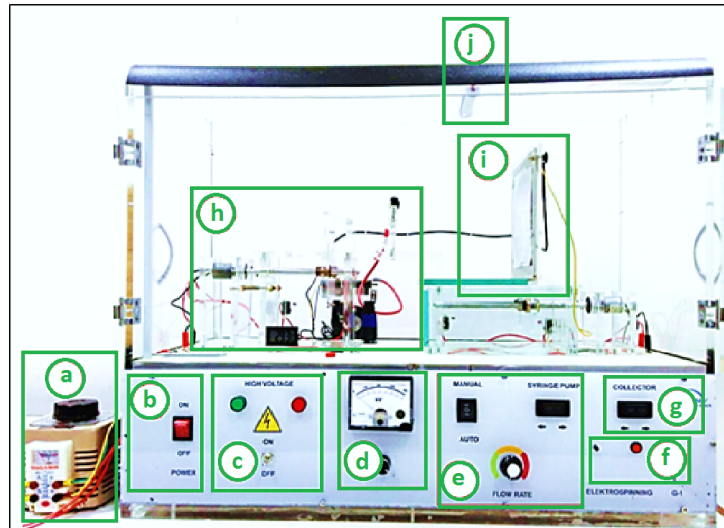


BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Alat

1. *Elektrospinning*, untuk memproduksi serat nano



Gambar 3.1. Elektrospinning

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 pengumpan kutub positif dan keluarnya larutan polimer



Gambar 3.3. Jarum suntik

4. Syringe pump 10 ml, tempat larutan polimer elektrospinning



Gambar 3.4. Pompa siring

5. Alumunium foil, untuk melapisi plat kolektor



Gambar 3.5. Alumunium foil

6. Gelas beaker, sebagai wadah reaksi



Gambar 3.6. Gelas beaker

7. Gelas penyimpanan, berfungsi untuk menyimpan larutan



Gambar 3.7. Tabung penyimpan

8. Pippet ukur, untuk mengambil larutan sesuai takaran yang dibutuhkan



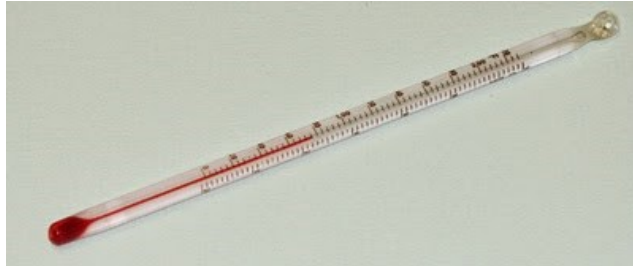
Gambar 3.8. Pippet ukur

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



Gambar 3.9. Sarung tangan nitril

10. Termometer, mengukur temperature pengadukan



Gambar 3.10. Termometer

11. Timbangan digital, untuk menakar massa sampel



Gambar 3.11. Timbangan digital

12. Stopwatch, berfungsi untuk mengukur waktu pengujian



Gambar 3.12. Stopwatch

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



Gambar 3.13. spatula

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



Gambar 3.14. Pinset

15. Tissue, berfungsi untuk membersihkan alat yang akan digunakan



Gambar 3.15. Tisu kering

3.2. Bahan

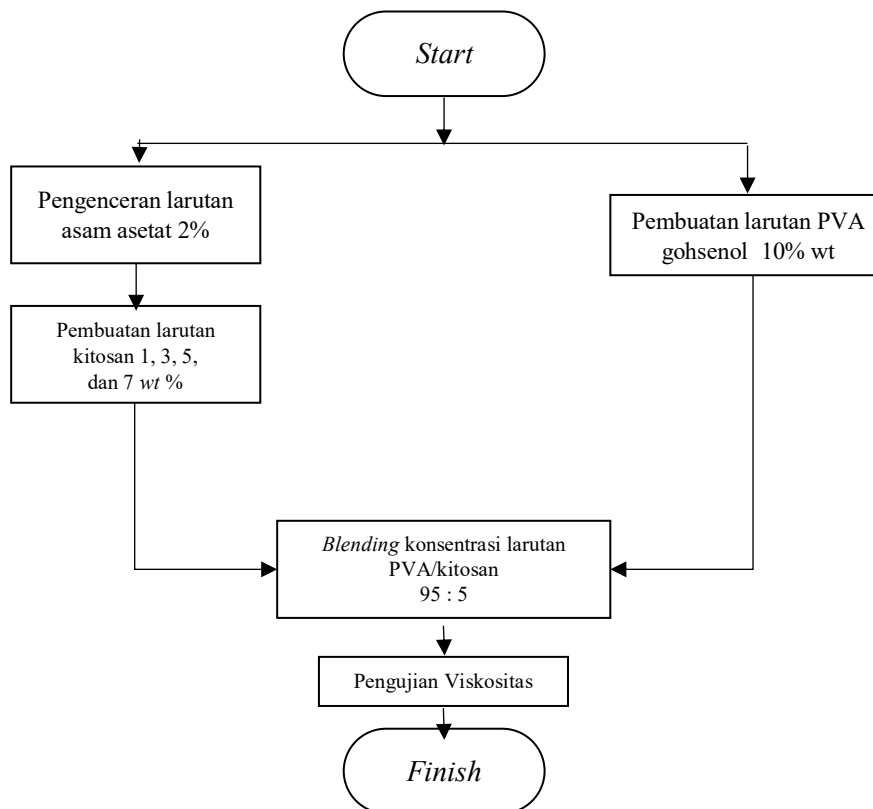
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. PVA gohsenol (*polyvinyl alcohol*).
2. Aquades.

3. Kitosan *powder*
4. Asam asetat

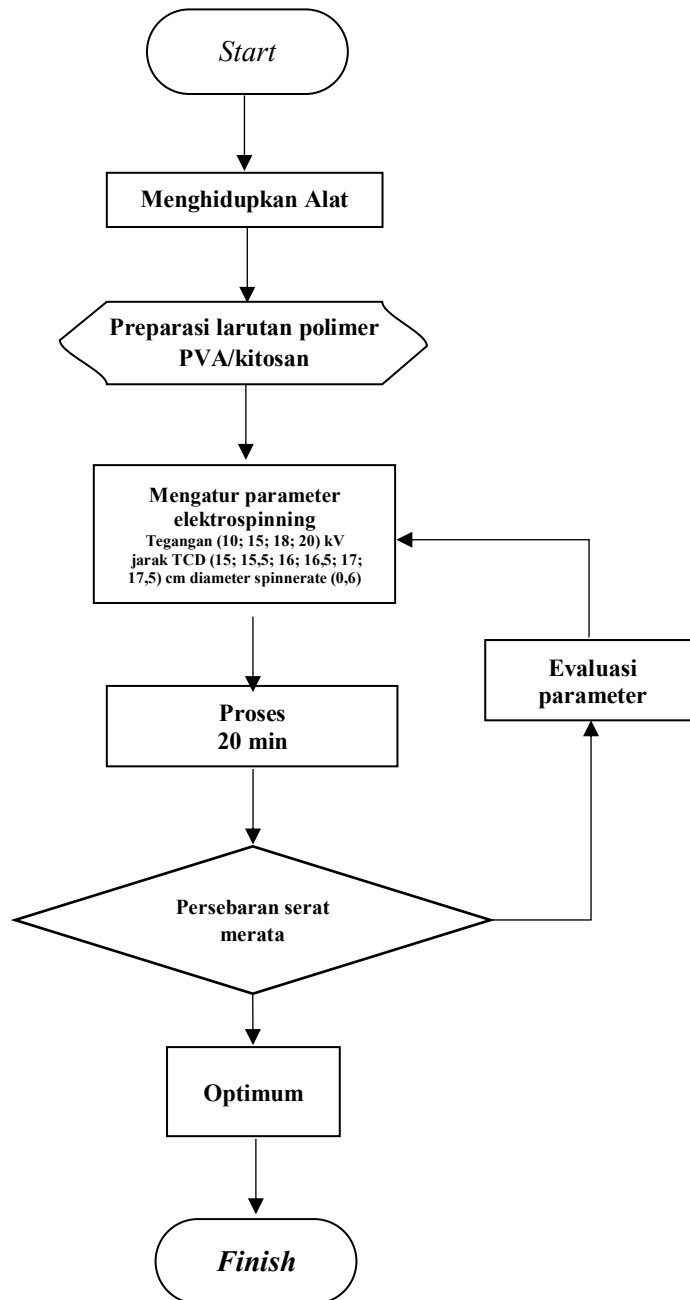
3.3. Diagram Alir Langkah Penelitian

3.3.1. Persiapan dan pembuatan larutan PVA/kitosan dan pengujian viskositas larutan



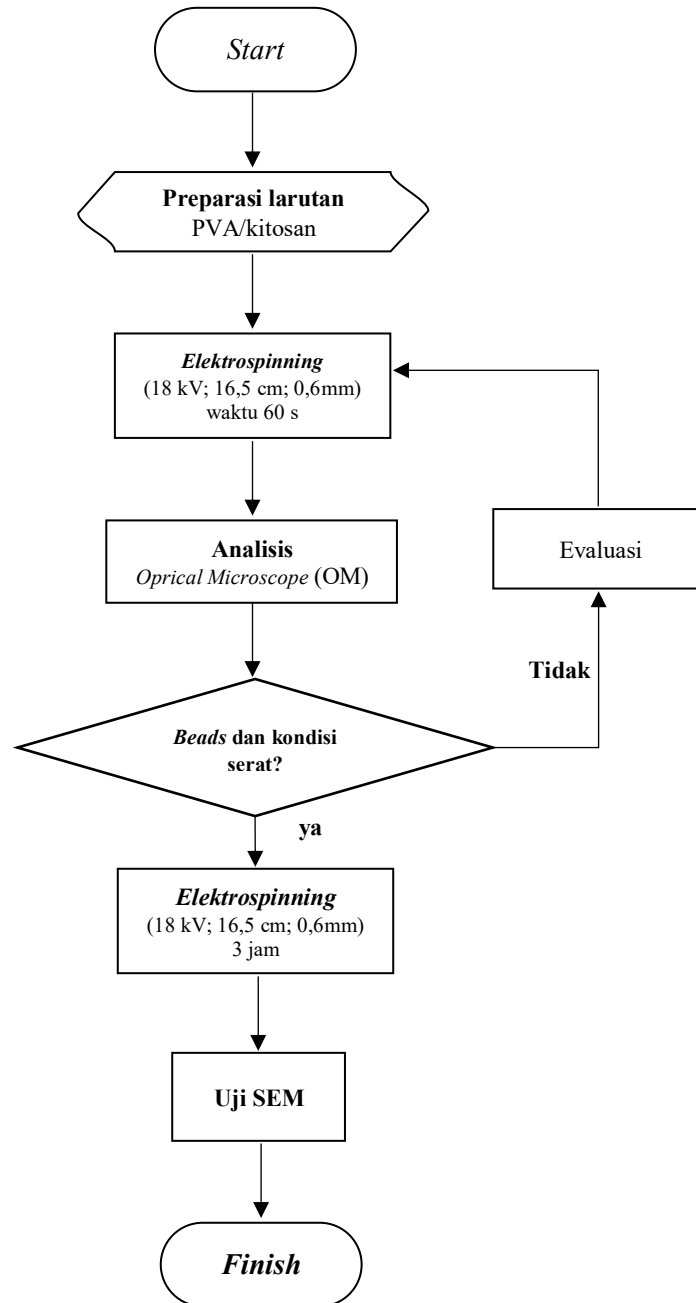
Gambar 3.16. Diagram alir langkah kerja pembuatan sampel larutan dan pengujian viskositas larutan

3.3.2. Optimasi elektrospinning



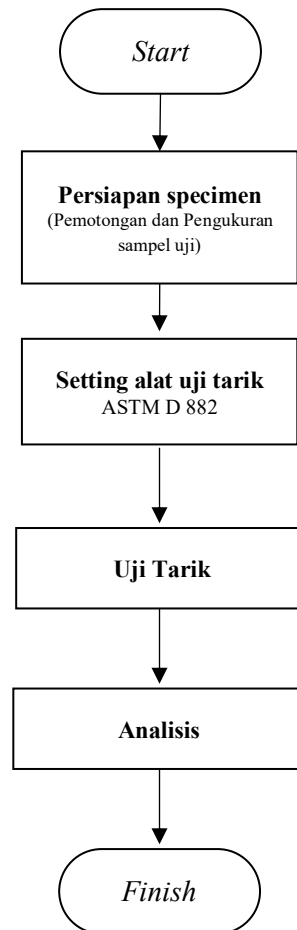
Gambar 3.17. Diagram alir langkah kerja optimasi elektrospinning

3.3.3. Fabrikasi serat nano PVA/kitosan



Gambar 3.18. Diagram alir langkah Fabrikasi dan optimasi serat nano PVA/kitosan

3.3.4. Pengujian tarik



Gambar 3.19. Diagram alir langkah Pengujian tarik

3.4. Pelaksanaan Penelitian

3.4.1. Pembuatan larutan PVA/kitosan *blend*

Peralatan yang digunakan telah melalui tahap sterilisasi etanol sebelum digunakan. Preparasi larutan dilakukan dalam 3 tahap fabrikasi, diawali dengan membuat larutan kitosan dengan konsentrasi 1, 3, 5 dan 7% wt pada 2% asam asetat, kemudian dilanjutkan dengan pembuatan larutan PVA dengan konsentrasi 10% wt pada larutan aquades. Tahap terakhir yaitu pembuatan larutan *blend* PVA/kitosan.

Fabrikasi larutan kitosan diawali dengan mengencerkan asam asetat dengan kepekatan 100% menjadi 2% dalam aquades. Proses pengenceran dilakukan dengan

mencampurkan 1,98 gr asam asetat ke dalam 100 gr aquades. pengenceran dilakukan pada suhu kamar dan kecepatan 200 rpm selama 15 menit. Setelah larutan didiamkan hingga mencapai suhu ruangan, larutan asam asetat digunakan untuk melarutkan kitosan. Proses pelarutan kitosan dilakukan pada temperature pengadukan 75°C dan kecepatan 200 rpm. Konsetrasi kitosan dicapai dengan perbandingan sebagai berikut:

Tabel 3.1. Perbandingan konsentrasi larutan kitosan

Konsentrasi yang dicapai	kitosan	asam asetat 2%
1 wt %	0,1 gr	10 gr
3 wt %	0,3 gr	
5 wt %	0,5 gr	
7 wt %	0,7 gr	

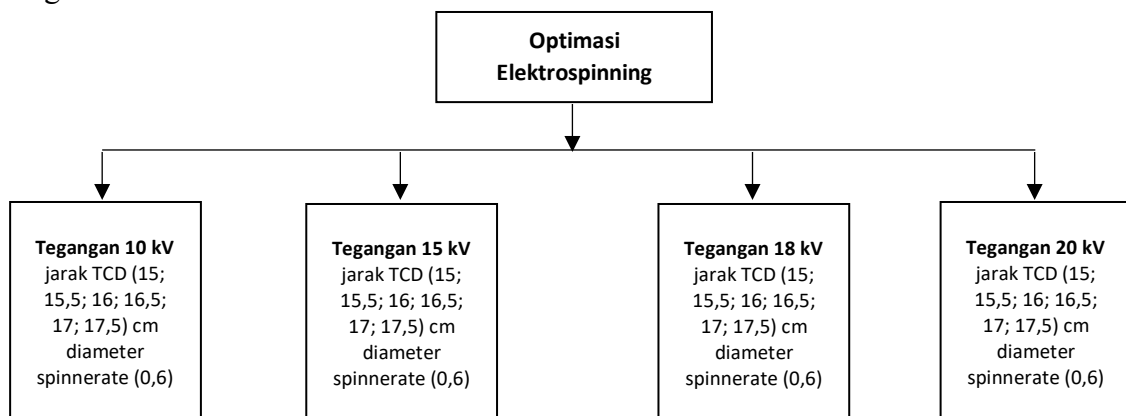
Proses fabrikasi larutan PVA 10% dilakukan dengan melarutkan 10 gr PVA gohsenol kedalam 100 gr larutan aquades. Proses pelarutan dilakukan pada temperatur 90°C dan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 1 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Tahap selanjutnya yaitu fabrikasi larutan PVA/kitosan. Fabrikasi larutan PVA/kitosan dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA dengan kadar 10% wt dengan larutan kitosan untuk masing masing konsentrasi. Pencampuran dilakukan pada perbandingan PVA dan kitosan 95:5. Proses pengadukan dilakukan pada temperature 80°C selama 45 menit. Perbandingan konsentrasi larutan PVA/kitosan ditampilkan pada tabel 3.2.

Tabel 3.2. Perbandingan konsentrasi larutan *blend* PVA/kitosan

No	konsentrasi larutan	Kitosan	PVA	perbandingan
1	PVA	-	10%	95:5
2	PVA/kitosan 1% wt	1 %		
3	PVA/kitosan 3% wt	3 %		
4	PVA/kitosan 5% wt	5 %		
5	PVA/kitosan 7% wt	7 %		

3.4.2. Proses Optimasi elektrospinning

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



Gambar 3.20. Optimasi parameter elektrospinning

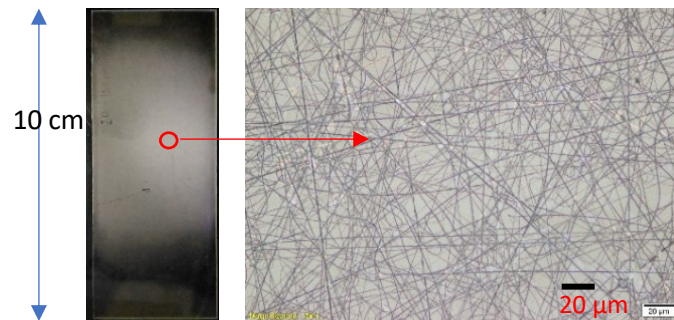
3.4.3. Pembuatan membran serat nano

Fabrikasi membran serat nano dilakukan pada parameter optimum elektrospinning. 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 15 detik. Sedangkan sampel uji tarik dilakukan selama 3 jam pada bidang aluminium foil yang ditempelkan pada plat kolektor. proses fabrikasi membran serat nano PVA/kitosan dilakukan dengan menggunakan alat elektrospinning hasil rekayasa laboratorium teknik mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY).

3.5. Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

3.5.1. Preparasi sample pengujian *optic*

Sampel pengujian *optic* disiapkan pada sebuah gelas preparat dengan waktu pembuatan selama 15 detik. Sampel pengujian *optic* ditampilkan pada gambar 3.21.



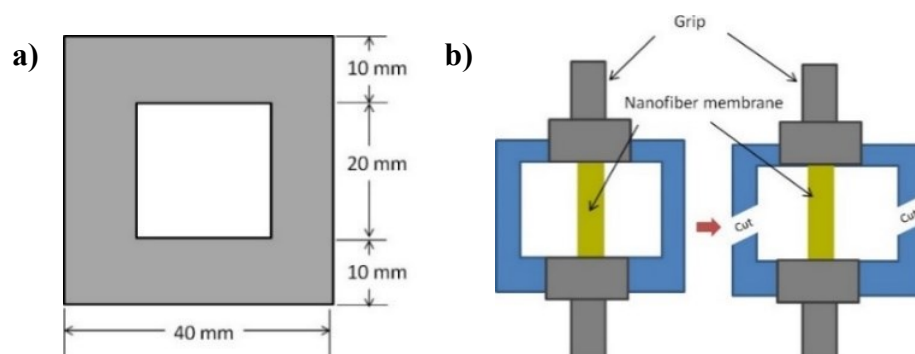
Gambar 3.21. Foto sampel pengujian *optical microscope* pada gelas preparat

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. *Running* membran serat nano menggunakan alat elektrospinning (15 detik). Pengamatan morfologi serat nano pada sampel preparat menggunakan *optical microscope*.

3.5.2. Preparasi sampel pengujian mekanis

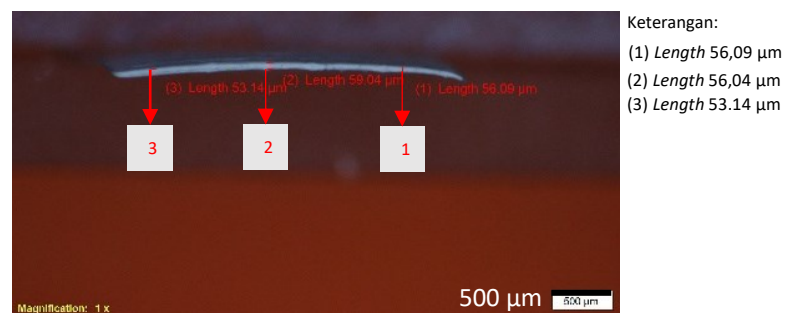
Sampel pengujian mekanis difabrikasi menggunakan alat elektrospinning. Proses pembuatan dilakukan selama 3 (tiga) jam pada bidang aluminium foil yang dilekatkan pada plat kolektor. membran harus didiamkan selama 24 jam untuk mencapai kepadatan sebelum diangkat. Pembuatan spesimen dilakukan sesuai dengan standar ASTM D882. Preparasi sampel uji tarik membran serat nano ditampilkan pada gambar 3.22.



Gambar 3.22. (a) Spesifikasi *frame* (grip) untuk sampel uji tarik. (b) Posisi grip terhadap penampang membran (Wang, 2013)

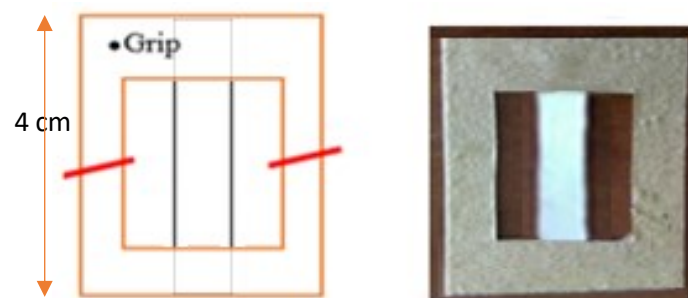
Dalam proses pengujian tarik sampel harus terlebih dahulu dilakukan pengujian ketebalan. Pengukuran ketebalan dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Adapun langkah pengujiannya adalah sebagai berikut:

1. Melepas membrane dari kertas alumunium foil.
2. Memotong membran serat nano sesuai standar ASTM D882.
3. Meletakkan membran serat nano pada grip kemudian ukur menggunakan mikroskop optik sampai perbesaran yang mencukupi.



Gambar 3.23. Foto sampel uji ketebalan membran serat nano PVA/kitosan

Adapun spesifikasi pengujian mekanik yang direkomendasikan dalam standar ASTM D882 yakni: Dimensi spesimen: 40 x 10 mm, *Gauge length*: 20 mm, *Strain rate*: 5 mm/min, *Load cell*: 100 N.



Gambar 3.24. Foto sampel uji tarik membran serat nano PVA/kitosan

Mesin yang digunakan adalah mesin uji tarik yang ada di Laboratorium Teknik Pertanian Universitas Gadjah Mada. Adapun spesifikasi mesin tersebut ditampilkan pada table 3.3.

Tabel 3.3. Spesifikasi mesin uji tarik

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

3.6. Teknik Analisis

Teknik analisis yang diterapkan meliputi 2 (dua) teknik, yaitu analisis secara visual (pengujian SEM) dan pengukuran (pengujian tarik dan viskositas). Analisis tampilan morfologi serat nano dilakukan dengan melakukan perhitungan frekuensi kemunculan dari distribusi ukuran diameter fiber yang terlihat dalam suatu area objek. Pengujian viskositas dilakukan menggunakan viscometer digital analisis untuk mendapatkan nilai rata-rata kekentalan larutan, sedangkan analisis kuat tarik dilakukan dengan melakukan perhitungan tegangan, regangan dan elastisitas membran serat nano.

3.6.1. Analisis sifat mekanik

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

a. Tegangan

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

(persamaan 3.1)

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

b. Regangan

$$\boxed{\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}} \quad (\text{persamaan 3.1})$$

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

c. Modulus Elastisitas

$$\boxed{E = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon}} \quad (\text{persamaan 3.1})$$

ket: E = Modulus elastisitas; $\Delta \sigma$ = Selisih tegangan pada batas elastis;

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