

BAB III METODE PENELITIAN

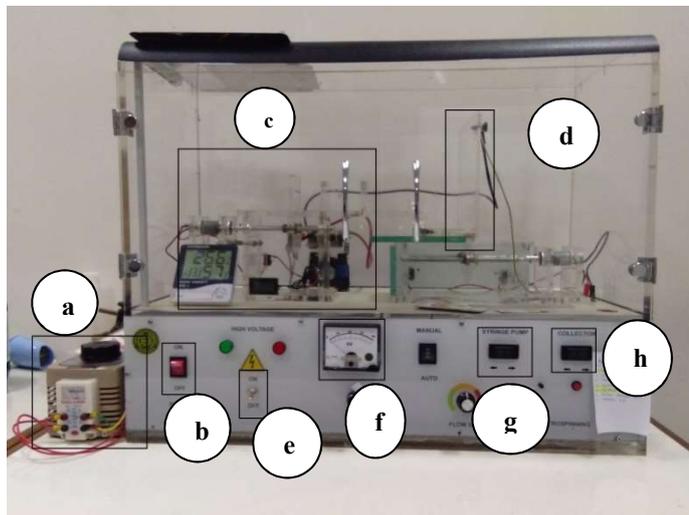
3.1. Bahan Penelitian

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini:

1. PVA BM (*molecule weight* 85.000-124.000; 99+% *hydrolyzed*)
2. Aquades
3. Nanoemulsi kitosan (NeCS)

3.2. Alat Penelitian

1. Mesin *electrospinning*, untuk membentuk serat nano



Gambar 3.1. Mesin *electrospinning*

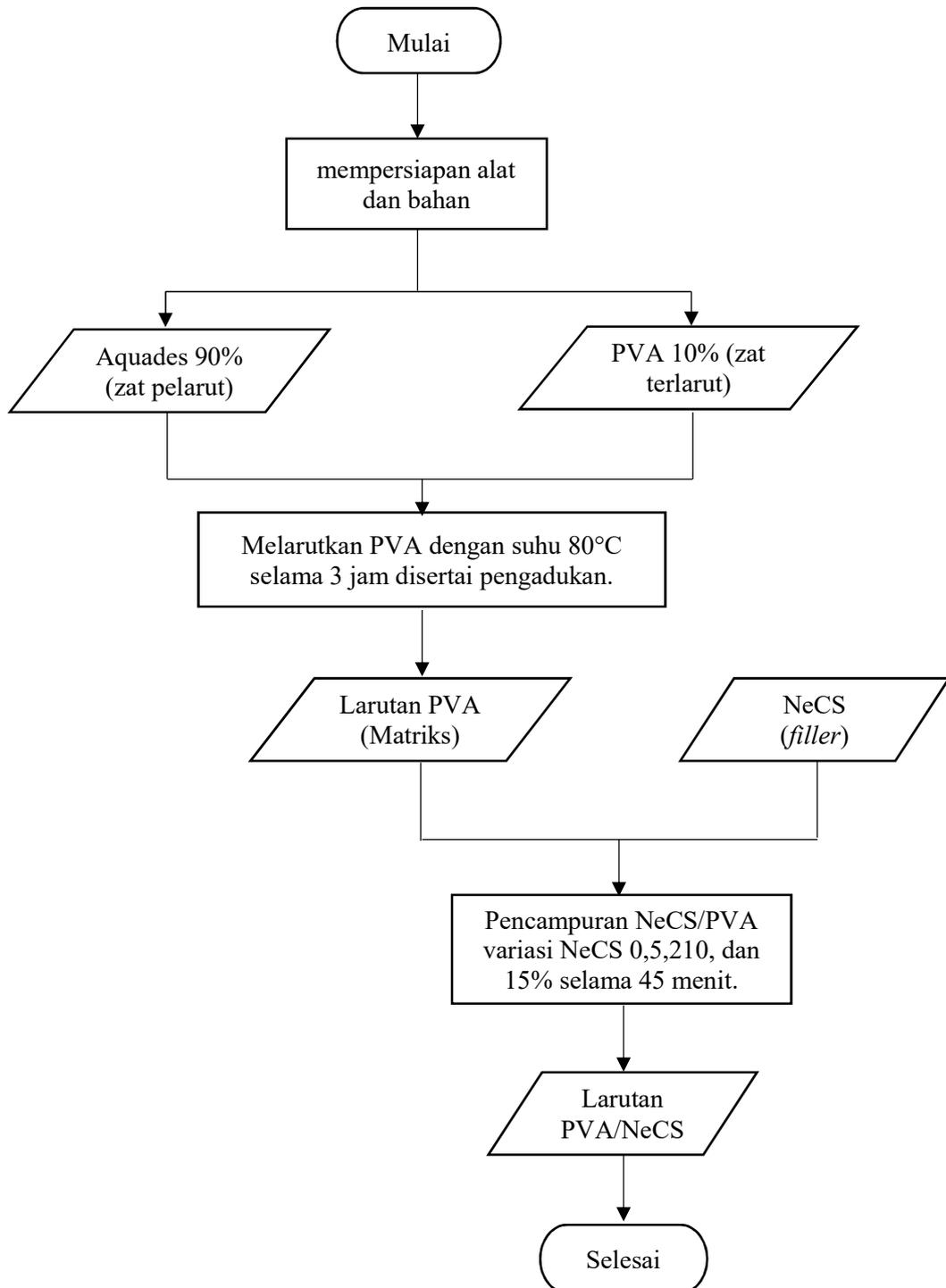
Nama komponen:

- a. Pengatur tegangan manual
- b. Tombol *ON/OFF*
- c. Pengumpan (tempat *syringe*)
- d. Kolektor
- e. Saklar *ON/OFF high voltage*
- f. Voltmeter
- g. Tombol pengatur laju alir *syringe*
- h. Tombol pengatur kolektor

2. *Hot plate stirrer*, berfungsi pengaduk dan pemanas.
3. Jarum suntik (*syringe*), berfungsi sebagai pengumpan kutub positif.
4. Aluminium foil, berfungsi sebagai titik kumpul serat nano.
5. Gelas ukur, berfungsi sebagai pengukur dan tempat pembuatan larutan.
6. Pipet, berfungsi untuk mengambil dan memindahkan cairan.
7. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai penghindar dan pelindung dari kontaminasi.
8. Masker, berfungsi untuk melindungi praktikan dari gas asam.
9. Tisu, berfungsi untuk membersihkan alat yang akan dipakai.
10. Timbangan digital, berfungsi untuk mengukur massa objek yang akan digunakan.
11. Timer, berfungsi untuk menghitung waktu selama penelitian.
12. Termometer cairan, berfungsi untuk mengukur suhu selama pemanasan.
13. Spatula, berfungsi untuk menambah, mengurangi, dan memindahkan padatan dalam skala kecil.
14. Pinset, berfungsi untuk mengambil atau menjepit sampel.
15. *Syringe pump* 10 ml, berfungsi sebagai tempat polimer yang akan di *electrospinning*.

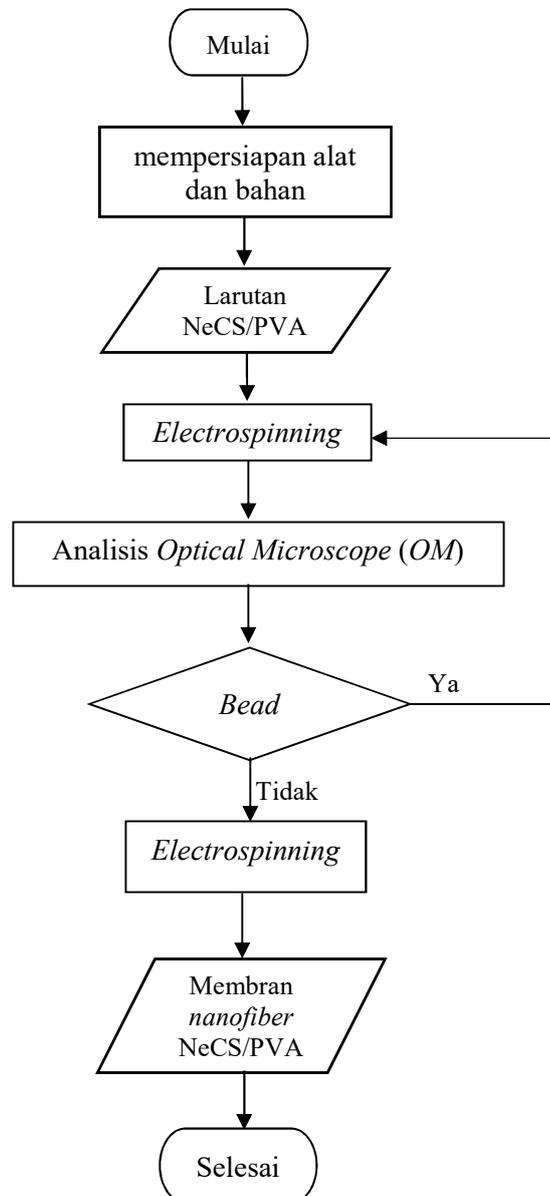
3.3. Skema Langkah Kerja

3.3.1. Pembuatan Larutan NeCS/PVA



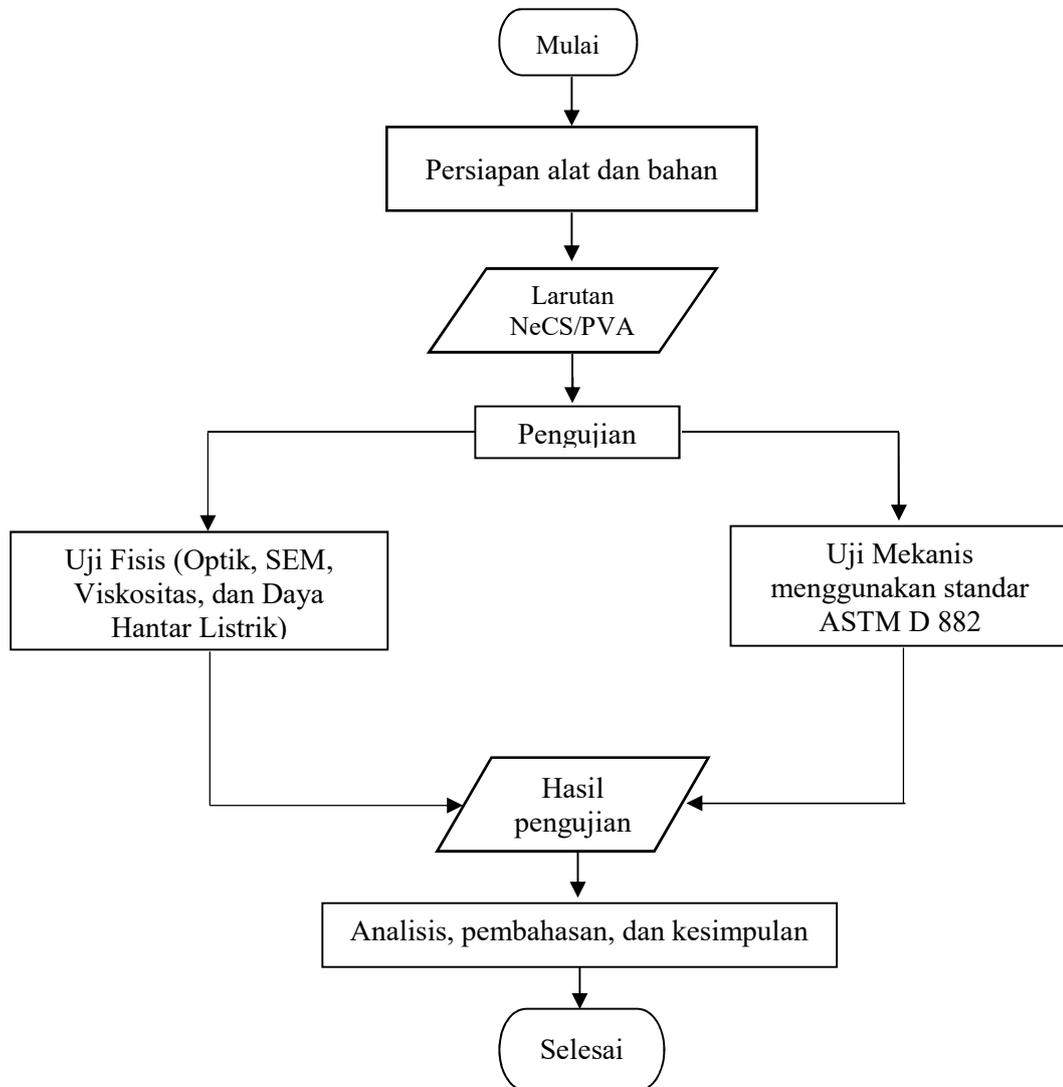
Gambar 3.2. Tahap pembuatan larutan NeCS/PVA.

3.3.2. Pembuatan Membran *Nanofiber* NeCS/PVA



Gambar 3.3. Tahap pembuatan membran *nanofiber* NeCS/PVA

3.3.3. Pengujian Membran *Nanofiber* NeCS/PVA



Gambar 3.4. Tahap pengujian membran *nanofiber* NeCS/PVA

3.4. Pelaksanaan Penelitian

3.4.1. Studi Pustaka

Tahap awal dalam penelitian ini dimulai dengan tujuan mengumpulkan informasi yang berhubungan dengan penelitian pembuatan pembalut luka berbasis bahan alami yang sebelumnya pernah dilakukan. Sehingga, penelitian ini memiliki acuan dan korelasi yang kuat.

3.4.2. Persiapan Alat dan Bahan

Persiapan yang dilakukan yaitu dengan mengumpulkan bahan yang akan digunakan untuk penelitian, serta menyiapkan peralatan yang diperlukan selama proses penelitian berlangsung. Sebelum digunakan, alat yang digunakan dicuci terlebih dahulu menggunakan sabun, kemudian dibilas dengan air, dan disterilkan menggunakan etanol untuk memastikan bahan tetap bersih.

3.4.3. Pembuatan Larutan PVA

Pembuatan larutan PVA 10% wt dimulai dengan menimbang 10 gram padatan PVA yang kemudian dimasukkan ke dalam 90 gram aquades dan dipanaskan pada suhu 80°C, disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga 3 jam. Setelah 3 jam larutan didiamkan selama 4 jam sehingga suhu larutan sama dengan suhu ruangan, ini juga bertujuan menghilangkan gelembung akibat pengadukan.

3.4.4. Pembuatan Campuran Larutan PVA dan NeCS

NeCS yang akan digunakan pada penelitian ini dalam bentuk nanoemulsi kitosan seperti Gambar 3.5, kemudian NeCS diambil menggunakan mikropipet.



Gambar 3.5. Nanoemulsi kitosan.

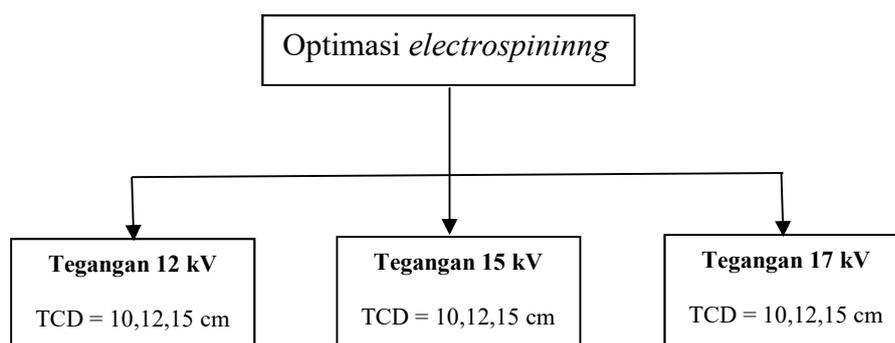
Selanjutnya nanoemulsi kitosan dicampur ke dalam larutan PVA 10% wt tanpa suhu menggunakan *magnetic stirrer* dengan perbandingan:

Tabel 3.1. Perbandingan konsentrasi NeCS dan PVA

No	Nama Campuran	NeCS	PVA
1	NeCS 0%	0	100
2	NeCS 5%	5	95
3	NeCS 10%	10	90
4	NeCS 15%	15	85

3.4.5. Optimasi *Optical Microscope (OM)*

Optimasi *Optical Microscope* menggunakan alat *Microscope Optic* untuk melihat hasil *electrospinning* pada parameter yang sudah ditentukan sebelumnya. Optimasi dimulai dengan menyiapkan 5 ml larutan PVA 10% wt ke dalam syringe. Tahap selanjutnya yaitu menentukan beberapa parameter pada mesin *electrospinning* antara lain tegangan 10-17 kV, jarak 10-15 cm, dengan diameter internal (ID) 0,6 mm (23G) dengan waktu tiap sampel 30 menit seperti pada Gambar 3.6. Kondisi paling optimal (menghasilkan *bead* sedikit atau tanpa *bead*) akan untuk proses *electrospinning* selanjutnya.



Gambar 3.6. Optimasi parameter proses *electrospinning*.

3.4.6. Pembuatan Membran *Nanofiber*

Pembuatan membran *nanofiber* menggunakan mesin *electrospinning* (Gambar 3.7) dengan parameter optimum hasil optimasi menggunakan *Optical Microscope* yaitu TCD 12 cm, tegangan = 15 kV, dan diameter *spinnrate* 0,6 mm (23G). Adapun proses pembuatan dimulai dengan mempersiapkan campuran NeCS/PVA. Kemudian campuran dimasukkan kedalam tabung *syringe* dengan tegangan listrik *direct curent* (DC) yang mengarah pada plat kolektor yang berfungsi untuk mengumpulkan serat.



Gambar 3.7. Proses pembuatan membran *nanofiber* dengan mesin *electrospinning*.

Terdapat tiga tahap pembuatan sampel pengujian pada proses ini, antara lain sampel optik, sampel pengujian SEM, dan sampel pengujian kuat tarik, adapun waktu pembuatan membran masing-masing 30 detik, 15 menit, dan 2 jam untuk setiap spesimen. Proses *electrospinning* menggunakan alat hasil rekayasa laboratorium nanomaterial teknik mesin UMY ditunjukkan pada Gambar 3.1.

3.5. Instrumen Analisis dan Pengujian

3.5.1. Preparasi Pengujian *Optical Microscope* (OM)

OM digunakan untuk menemukan kondisi optimal dari *electrospun* dan mengukur ketebalan dari sapel uji tarik. Sampel optimasi dibuat dengan kaca preparat pada Gambar 3.8 dengan metode *electrospinning* selama 30-45 detik.



Gambar 3.8. Sampel *optical microscope*.

3.5.2. Preparasi Pengujian Tarik

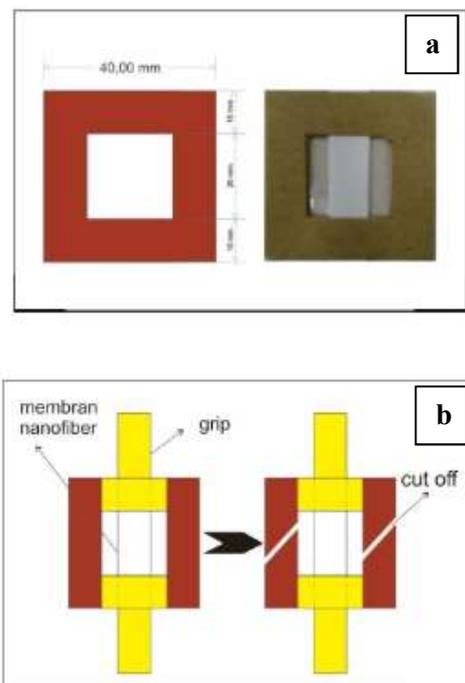
Pengujian tarik dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat mekanik membran *nanofiber* yang telah dibuat. Mesin yang digunakan untuk pengujian tarik yaitu *Universal Testing Machine Zwick 0.5* (Gambar 3.9) yang ada di Laboratorium Rekayasa Proses Pengolahan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gajah Mada. Adapun spesifikasi mesin uji tarik tersebut antara lain:

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



Gambar 3.9. *Universal Testing Machine Zwick 0.5*

Untuk uji tarik yang sudah dilakukan menggunakan *standard* ASTM D882 untuk spesimen *thin film*. Spesimen uji tarik diberikan grip seperti pada Gambar 3.10 sebagai pemegang spesimen untuk memudahkan pengujian.



Gambar 3.10. (a) dimensi spesimen ASTM D882 dan (b) posisi grip pada spesimen (Wang, 2013)

Langkah persiapan yang perlu dilakukan pengujian tarik antara lain:

1. Membuat grip spesimen supaya spesimen tidak rusak dan bisa berdiri saat pengujian berlangsung.
2. Mengukur dimensi spesimen meliputi: lebar, panjang, dan ketebalan dari spesimen (Gambar 3.11)
3. Memberi tanda pada setiap spesimen dengan kode tulisan supaya tidak tertukar.
4. Menyerahkan spesimen kepada pihak Laboratorium Rekayasa Pengolahan Fakultas Teknologi Pertanian UGM untuk proses uji tarik.



Gambar 3.11. Pengukuran ketebalan spesimen menggunakan *optical microscope*.



Gambar 3.12. Proses pengujian tarik sedang berlangsung.

3.5.3. Preparasi Pengujian Viskositas

Persiapan pengujian viskositas dengan membuat campuran NeCS 0%, 5%, 10%, dan 15% sebanyak 75ml untuk setiap campurannya. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui nilai viskositas dari setiap campuran, mengingat viskositas merupakan salah satu parameter penting dalam proses *electrospinning*. Pengujian viskositas dilakukan di Laboratorium Rekayasa Proses Pengolahan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gajah Mada menggunakan viskometer dengan merk brookfield seperti pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13. Viskometer brookfield pada Laboratorium Rekayasa Proses Pengolahan Fakultas Teknologi Pertanian UGM.

3.5.4. Preparasi Pengujian Daya Hantar Listrik (DHL)

Pengujian ini dilakukan dengan sampel campuran NeCS 0%, 5%, 10%, dan 15% sebanyak 20 ml untuk setiap sampelnya. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) UGM dengan metode konduktometri pada suhu ruangan untuk mengetahui nilai konduktivitas elektrik pada setiap campuran. Mengingat konduktivitas elektrik merupakan parameter yang digunakan dalam proses *electrospinning* dan proses *electrospinning* memanfaatkan gaya elektrostatis untuk pembentukan *fiber*. Daya hantar larutan (L) adalah kebalikan dari tahanannya (R), yaitu :

$$L = \frac{1}{R} \dots \dots \dots (3.1)$$

Karena satuan tahanan adalah ohm, maka satuan daya hantar adalah $\frac{1}{ohm}$ atau ohm^{-1} . Tahanan dihitung dari beda potensial listrik yang digunakan dan kuat arusnya sesuai dengan hukum Ohm :

$$E = I \cdot R \text{ atau } R = \frac{E}{I} \dots \dots \dots (3.2)$$

Sehingga,

$$L = \frac{I}{E} \dots \dots \dots (3.3)$$

Dengan :

- L = hantaran (ohm^{-1})
- I = kuat arus (ampere)
- E = beda potensial (Volt)
- R = tahanan

(Syukuri, 1999)

Konduktansi larutan merupakan kebalikan dari **tahanan R** : makin rendah tahanan larutan, makin besar konduktansinya. Karena tahanan dinyatakan dalam ohm (Ω), maka konduktansi sampel dinyatakan dalam Ω^{-1} . Kebalikan ohm biasanya disebut mho, tetapi sekarang satuan resminya adalah siemens (s) dan $1 s = 1\Omega^{-1}$. Tahanan sampel bertambah dengan pertambahan panjang (l) dan berkurang dengan pertambahan luas penampang (A). Oleh karena itu :

$$R = \rho \cdot \frac{l}{A} \dots \dots \dots (3.4)$$

Konstanta perbandingan ρ disebut resistivitas sampel. Konduktivitas (K) merupakan kebalikan resistivitas, sehingga :

$$R = \frac{1}{K} \times \frac{l}{A} \text{ atau } K = \frac{l}{R \cdot A} \dots \dots \dots (3.5)$$

Dengan tahanan dalam Ω dan dimensi dalam m, maka satuan K adalah s/m (kadang-kadang lebih mudah s/cm) (Syukuri, 1999)

3.5.5. Preparasi Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Scanning electron microscope digunakan untuk mengamati morfologi permukaan membran dalam perbesaran yang lebih besar. SEM mampu melihat morfologi permukaan sampai dengan skala kurang dari $1\mu\text{m}$. Hal ini memungkinkan untuk mengetahui nilai dan distribusi diameter *fiber* dan membantu dalam proses karakterisasi membran *nanofiber* hasil dari proses *electrospinning*. Pengujian ini dilakukan di laboratorium yang ada di PT. Gestrindo Sakti Utama, Jakarta. Pembuatan sampel SEM melalui *electrospinning* untuk setiap campuran sampai membran bisa mengelupas dari kolektor kertas aluminium. Sampel uji SEM membutuhkan luasan membran yang relatif kecil, yaitu $1 \times 1 \text{ cm}^2$ sudah bisa untuk sampel SEM (Gambar 3.14).



Gambar 3.14. Sampel untuk pengujian *scanning electron microscopy* (SEM)

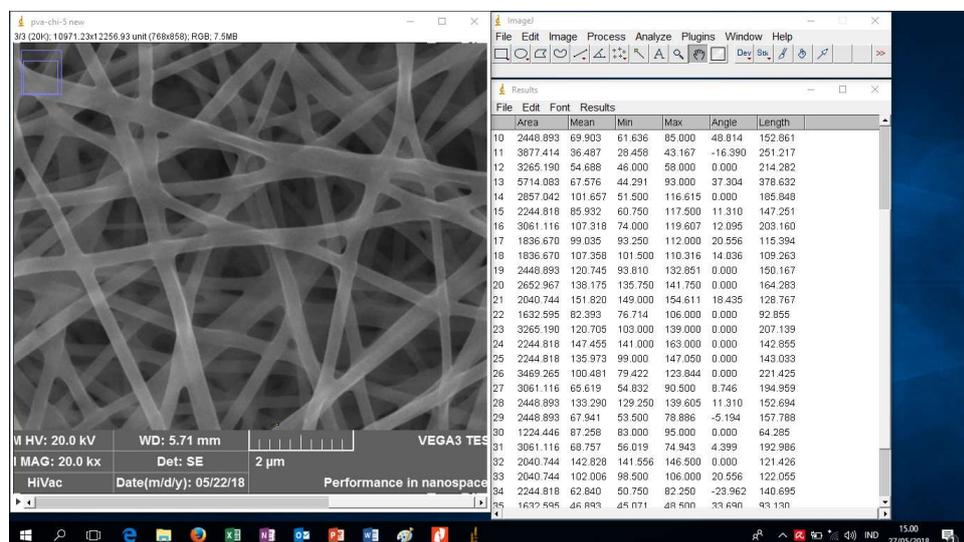
3.6. Teknik Analisis

Langkah yang dilakukan untuk mengetahui perilaku campuran dan membran *nanofiber* NeCS/PVA. Pada penelitian ini terdapat dua teknik analisis yang dilakukan. Analisis dari sifat fisik meliputi mengetahui viskositas campuran menggunakan viskometer, DHL campuran menggunakan metode konduktometri, dan morfologi permukaan membran *nanofiber* dengan melakukan perhitungan

diameter serta distribusi serat. Analisis mekanik dengan menganalisa kuat tarik dilakukan dengan perhitungan regangan, tegangan, dan elastisitas *nanofiber* melalui hasil dari uji tarik. Adapun analisis kuat tarik dan morfologi yang dilakukan adalah sebagai berikut:

3.6.1. Karakterisasi Morfologi Membran *Nanofiber*

Morfologi struktur dan diameter membran hasil *electrospinning* campuran campuran NeCS 0%, 5%, 10%, dan 15% diamati menggunakan mesin SEM pada tegangan 15 kV. Pengukuran diameter dilakukan dengan menandai 100 titik secara acak menggunakan visualisasi *imageJ* (Gambar 3.15). Area yang diamati adalah area dengan perbesaran 10.000x dan 20.000x untuk mendapatkan informasi yang presisi. Hasil pengukuran diameter kemudian dihitung rata-rata untuk perbandingan ukuran diameter antara membran chi 0%, 5%, 10%, dan 15%. Analisa diameter *nanofiber* kemudian diamati distribusi atau persebaran dari *nanofiber* dalam satu lingkup area pengukuran.



Gambar 3.15. Pengukuran diameter *nanofiber* menggunakan *imageJ*

3.6.2. Analisis Kuat Tarik

Sifat mekanik dari membran *nanofiber* NeCS 0%, 5%, 10%, dan 15% dianalisis menggunakan beberapa persamaan antara lain:

Tegangan

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots \dots \dots (3.6)$$

dengan:

σ = *Stress* atau tegangan (MPa)

F = *Force* atau gaya maksimum (N)

A = *Area* atau luas penampang membran *nanofiber* (mm²)

Regangan

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \dots \dots \dots (3.7)$$

dengan:

ε = Regangan atau *strain*

ΔL = Selisih panjang awal dan akhir (mm)

L = Panjang awal (mm)

Modulus Elastisitas

$$\epsilon = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon} \dots \dots \dots (3.7)$$

ϵ = Modulus elastisitas (MPa)

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

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