

## BAB III METODE PENELITIAN

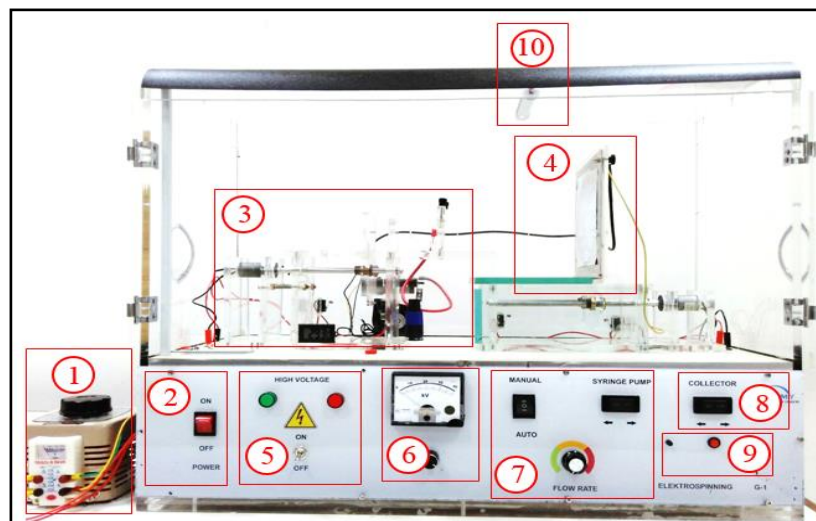
### 3.1. Bahan Penelitian

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian adalah sebagai berikut:

1. Polivinil alkohol (PVA) gohsenol ( $M_w = 22.000 \text{ g/mol}$ )
2. Aquades
3. *Aloe Vera* alami yang digunakan didapatkan dari desa Sukorame Mangunan Bantul Yogyakarta.

### 3.2. Alat Penelitian

1. Mesin elektrospinning, berfungsi sebagai alat untuk memfabrikasi membran nanofiber. Mesin elektrospinning yang digunakan dalam penelitian merupakan milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.1.).



**Gambar 3.1.** Alat elektrospinning

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 <i>high voltage</i>        |                             |
| 6. Voltmeter                                |                             |
| 7. Tombol Pengatur laju alir <i>syringe</i> |                             |

2. *Optical microscope*, berfungsi sebagai alat bantu dalam mengoptimasi kondisi parameter electrospinning, baik untuk uji optic maupun uji ketebalan membran nanofiber. Alat *optical microscope* yang digunakan dalam penelitian merupakan milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.2.).



**Gambar 3.2.** *Optical microscope*

3. *Hot plate stirrer*, berfungsi sebagai alat untuk membuat larutan menggunakan temperature (Gambar 3.3.).



**Gambar 3.3.** *Hot plate stirrer*

4. Timbangan digital, berfungsi sebagai alat untuk menimbang massa bahan (Gambar 3.4.).



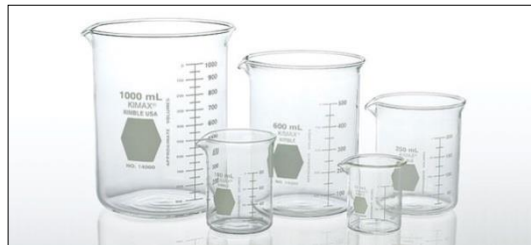
**Gambar 3.4.** Timbangan digital

5. *Syringe pump* 10 ml, berfungsi sebagai alat untuk tempat larutan polimer elektrospinning (Gambar 3.5.).



**Gambar 3.5.** *Syringe*

6. Gelas ukur, berfungsi sebagai wadah dalam pembuatan larutan dan sebagai pengukur (Gambar 3.6.).



**Gambar 3.6.** Gelas ukur

7. Aluminium foil, berfungsi sebagai pelapis plat kolektor sekaligus tempat pengumpul nanofiber (Gambar 3.7.).



**Gambar 3.7.** Aluminium foil

8. Termometer, berfungsi sebagai alat pengukur temperatur dalam proses pengadukan larutan menggunakan suhu (Gambar 3.8.).



**Gambar 3.8.** Termometer

9. Pipet plastik, berfungsi untuk mengambil dan memindahkan cairan sesuai takaran yang dibutuhkan (Gambar 3.9.).



**Gambar 3.9.** Pipet plastik

10. Blender, berfungsi alat untuk menghaluskan gel *Aloe Vera*. (Gambar 3.10.)



**Gambar 3.10.** Blender

11. Sarung tangan nitril, berfungsi sebagai alat untuk melindungi dari kontaminasi (Gambar 3.11.).



**Gambar 3.11.** Sarung tangan nitril

12. Spatula, berfungsi sebagai alat untuk menambahkan atau mengurangi bahan kimia padatan dalam skala kecil (Gambar 3.12.).



**Gambar 3.12.** Spatula

13. Stopwatch, berfungsi sebagai alat untuk mengukur waktu selama penelitian (Gambar 3.13.).



**Gambar 3.13.** Stopwatch

14. Pinset, berfungsi sebagai alat bantu, baik menjepit maupun mengambil sampel (Gambar 3.14.).



**Gambar 3.14.** Pinset

15. Saringan kertas, berfungsi untuk menyaring cairan *Aloe Vera* dari kotoran (Gambar 3.15.).



**Gambar 3.15.** Saringan kertas

16. Jerigen pembuangan, berfungsi sebagai tempat pengumpul larutan yang sudah tidak terpakai (Gambar 3.16.).

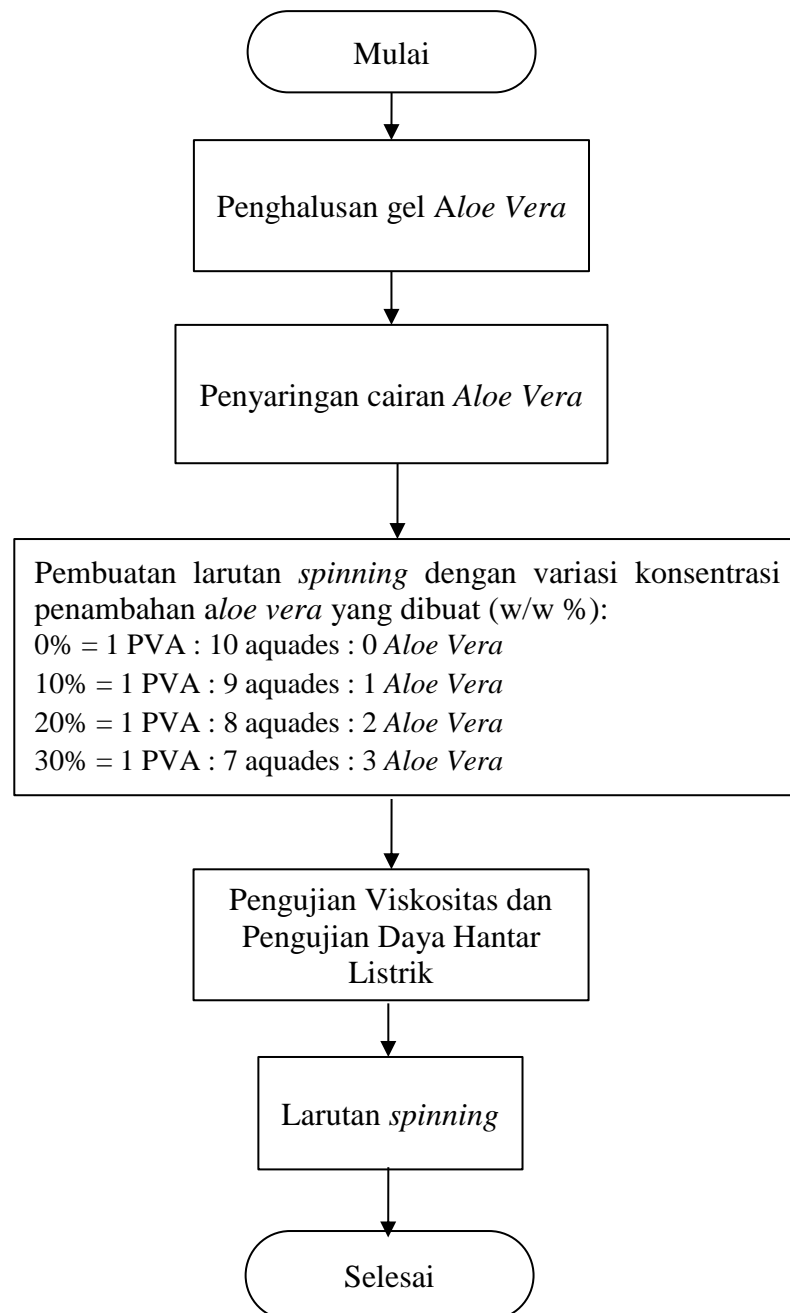


**Gambar 3.16.** Jerigen pembuangan

### 3.3. Pelaksanaan Penelitian

Berikut merupakan diagram alir dari proses pembuatan larutan (Gambar 3.17), optimasi parameter proses elektrospinning (Gambar 3.21), dan pembuatan membran nanofiber dan pengujian sampel (Gambar 3.24.).

#### 3.3.1 Pembuatan Larutan



**Gambar 3.17.** Diagram alir proses pembuatan larutan

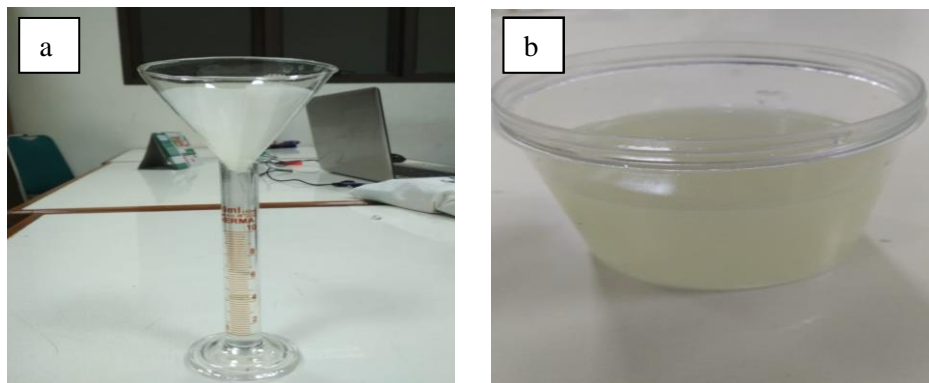
Pada gambar 3.17. merupakan diagram alir dalam proses pembuatan

larutan *spinning*. Adapun tahapan yang pertama yaitu dengan menghaluskan gel AV menggunakan blender, akan tetapi sebelum menghaluskannya gel AV dipisahkan terlebih dahulu dari kulit luarnya (Gambar 3.18).



**Gambar 3.18** Pemisahan gel AV dari kulit luar

Tahapan yang kedua yaitu dengan menyaring cairan AV menggunakan kertas saring, tujuannya agar mengurangi kotoran. Serat AV yang masih tersisa dalam proses penghalusan akan tersaring menggunakan kertas saring. Proses penyaringan AV dilihat pada gambar 3.19.



**Gambar 3.19** a. Proses penyaringan gel AV menggunakan kertas saring ; b. Cairan AV setelah proses penyaringan

Tahapan yang ketiga yaitu pembuatan larutan *spinning* dengan penambahan AV dengan perbandingan konsentrasi 0, 10, 20 dan 30% (wt%). Larutan spinning yang pertama yaitu larutan A, dengan mencampur 1 gram PVA kedalam 10 gram aquades (w/w). Proses *blended* dilakukan selama 1 jam pada suhu 80°C dengan menggunakan *hot plate stirrer*. Gambar 3.20



menunjukkan proses *blended* larutan spinning.

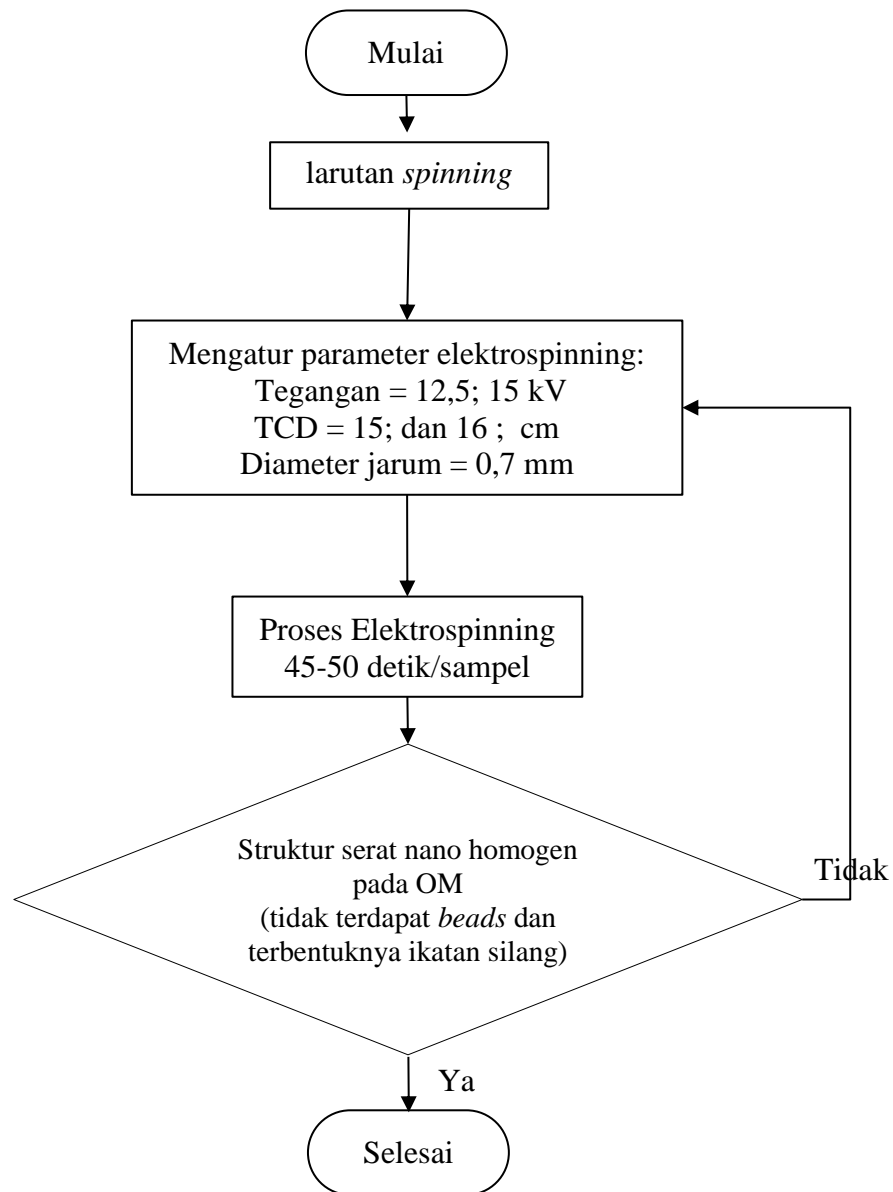


**Gambar 3.20.** Proses pembuatan larutan *spinning* (<sup>w</sup>/<sub>w</sub>)

Pembuatan larutan spinning yaitu larutan B, C dan D yang dilakukan dengan menambahkan cairan AV. Perbandingan konsentrasi yang digunakan yaitu larutan B (1 gram PVA : 9 gram aquades : 1 gram AV), Larutan C (1 gram PVA : 8 gram aquades : 2 gram AV) dan Larutan D (1 gram PVA : 7 gram aquades : 3 gram AV).

Tahapan selanjutnya yaitu pengujian viskositas larutan *spinning* menggunakan alat viskometer. Proses pengujian dilakukan di laboratorium uji Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Pangan Universitas Gadjah Mada yang akan dibahas pada sub bab instrument analisis dan pengujian sampel.

### 3.3.2 Optimasi Elektrosinning



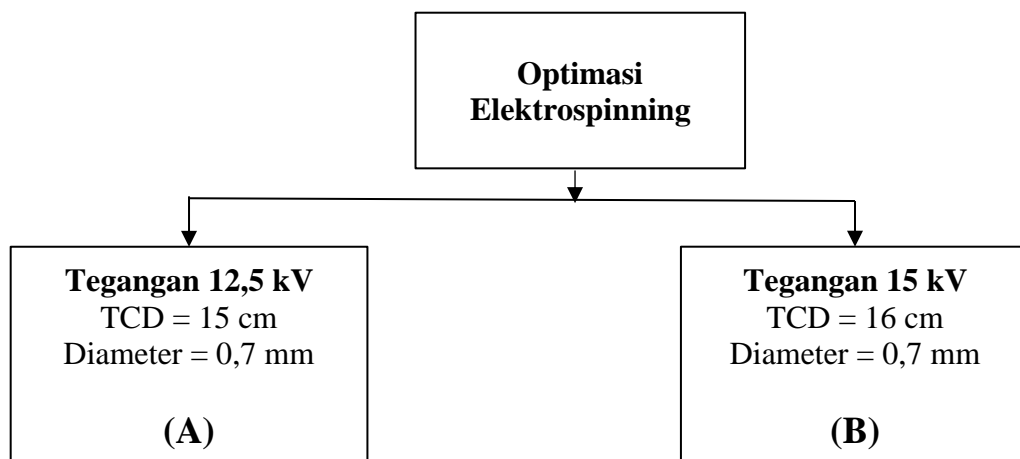
**Gambar 3.21.** Diagram alir proses optimasi elektrosinning

Diagram alir (Gambar 3.21.) merupakan tahapan dalam mengoptimasi proses elektrosinning. Dalam pembuatan membran nanofiber sebaiknya dilakukan pengaturan parameter proses pada alat elektrosinning seperti tegangan dan juga jarak TCD, sehingga nantinya dapat menghasilkan serat yang bagus dan optimal. Tahapan pertama yang dilakukan yaitu dengan, menyiapkan *syringe* 10 ml yang telah diisi 2,5 ml dari larutan *spinning* 0% , 10%, 20%, dan 30% (w/w). Langkah yang selanjutnya yaitu menyiapkan kaca

preparat (Gambar 3.22.) yang dilekatkan pada kolektor dengan menggunakan perekat. Kemudian, jalankan alat elektrospinning sesuai dengan variasi parameter yang sudah ditentukan pada gambar 3.23. selama 45 - 50 detik /sampel.



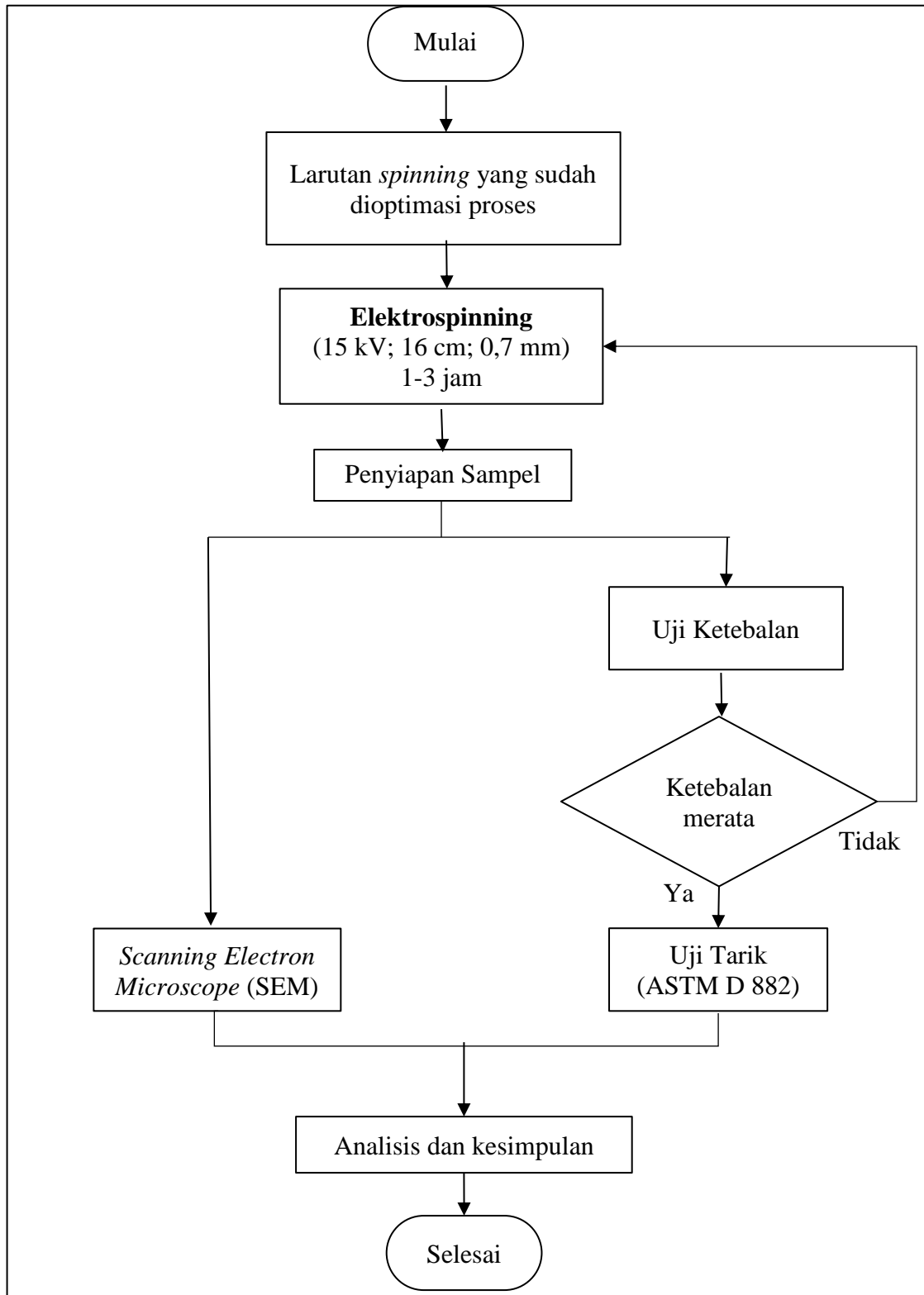
**Gambar 3.22.** Kaca preparat



**Gambar 3.23.** Variasi optimasi parameter proses

Dari kedua variasi dijalankan dengan alat elektrospinning menunjukkan hasil yang dapat dianalisa dengan menggunakan alat *optical microscope*. Alat *optical microscope* yang digunakan merupakan alat milik Laboratorium Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (Gambar 3.2).

### 3.3.3 Pembuatan Membran Nanofiber dan Pengujian Sampel



**Gambar 3.24.** Diagram alir proses pembuatan membran dan pengujian sampel

Setelah tahapan pembauatan larutan *spinning* dan juga mengoptimasi parameter proses elektrospinning, selanjutnya yaitu pembuatan sampel membran nanofiber untuk dilakukan pengujian. Pembuatan sampel membran dilakukan dengan mempersiapkan larutan A, B, C, dan D yang kemudian dimasukkan kedalam *syringe* 10 ml dengan menggunakan tegangan 15 kV, jarak TCD 16 cm, serta *flow rate* 8,33  $\mu\text{l}/\text{min}$ . Adapun pengujian yang dilakukan yaitu uji viskositas, daya hantar listrik, SEM dan juga uji tarik.

### 3.4 Instrumen Analisis dan Pengujian Sampel

#### 3.4.1 Preparasi Sampel Uji Viskositas dan Daya Hantar Listrik (DHL)

Proses menyiapkan sampel untuk uji viskositas sudah dilakukan dalam sub bab proses persiapan larutan. Pengujian viskositas bertujuan mengetahui kadar kekentalan larutan *spinning* dari penambahan AV. Pada pengujian viskositas dibutuhkan sebanyak 80 ml larutan *spinning*. Alat uji viskositas yang digunakan merupakan alat milik Laboratorium Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Pangan Universitas Gadjah Mada (Gambar3.25).



**Gambar 3.25.**Alat viscometer DV-II+ Pro

Pengujian daya hantar listrik menggunakan preparasi larutan yang sama dengan pengujian viskositas, akan tetapi pada pengujian daya hantar listrik hanya dibutuhkan 10 ml larutan *spinning*. Pengujian DHL dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) Universitas Gadjah Mada.

### 3.4.2 Preparasi Sampel *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Adapun sampel SEM merupakan hasil dari fabrikasi membran nanofiber yang dibuat selama 30 menit dan hanya diambil sebagian kecil untuk dijadikan sampel (Gambar 3.26). Tujuan dari analisis membran adalah untuk mengetahui morfologi membran dengan melihat struktur serat, diameter, dan ikatan silang (*crosslink*) yang ada pada membran.



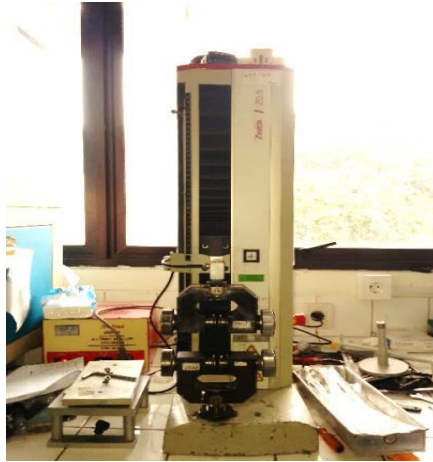
**Gambar 3.26.** Sampel SEM

### 3.4.3 Preparasi Sampel Uji Tarik

Tujuan dari pengujian tarik yaitu untuk mengetahui pengaruh dari struktur nanofiber terhadap kuat tarik membran. Dalam pembuatan membran dilakukan selama 3 jam dan menggunakan alat pengujian milik Laboratorium Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Pangan Universitas Gadjah Mada. Spesifikasi alat pengujian tarik dapat dilihat pada Tabel 3.1 dan Gambar 3.27.

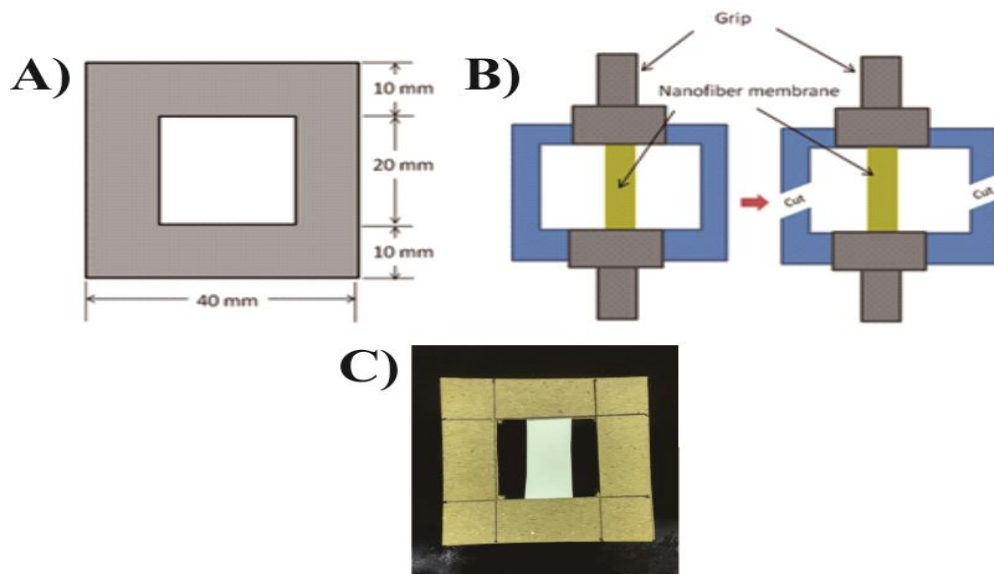
**Tabel 3.1.** Spesifikasi alat pengujian tarik

<b>Zwick BL-GRS500N</b>	
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



**Gambar 3.27.** *Universal Testing Machine Zwick 0,5*

Proses pembuatan sampel uji tarik menggunakan standar ASTM D882 dibawah (Gambar 3.28).



**Gambar 3.28.** (A) Frame standar ASTM D882, (B) Posisi grip terhadap sampel, (C) Preparasi sampel uji tarik (Wang, 2013)

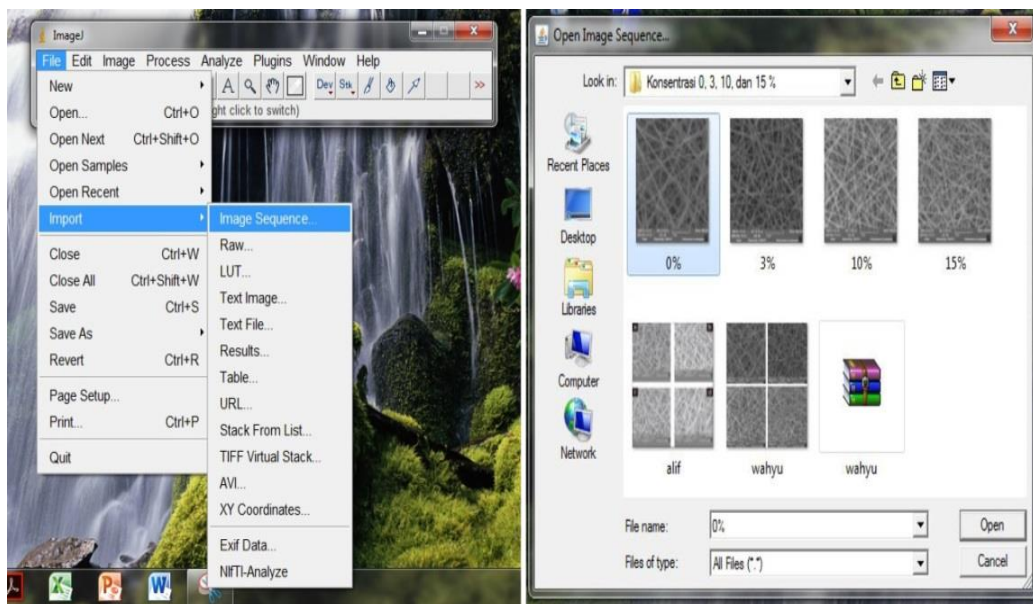
Adapun penjelasan dalam penggunaan standar ASTM D882 yaitu :

1. Dimensi sampel: 40 x 10 mm
2. *Gauge length*: 20 mm
3. *Strain rate*: 10 mm/min
4. *Load cell*: 400 N

### 3.5 Software ImageJ

*Software ImageJ* merupakan metode untuk mengetahui ukuran distribusi diameter nanofiber pada penambahan konsentrasi AV. Berikut merupakan langkah-langkah penggunaan *software ImageJ* untuk mengukur distribusi diameter nanofiber:

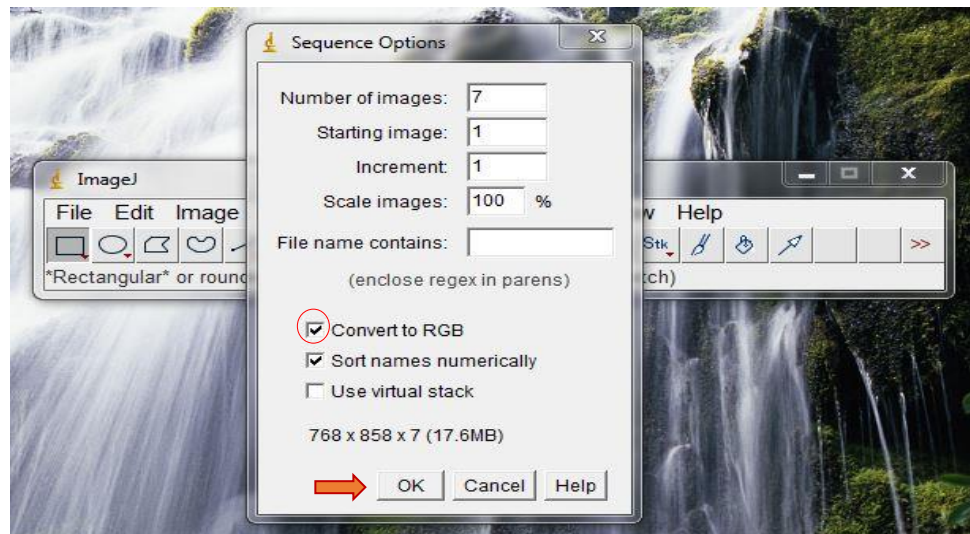
1. Buka *software ImageJ* pada tampilan desktop.
2. “Impor” data dan pilih hasil citra SEM yang ingin di ukur diameternya (Gambar 3.29).



**Gambar 3.29.** Impor data hasil pengujian SEM

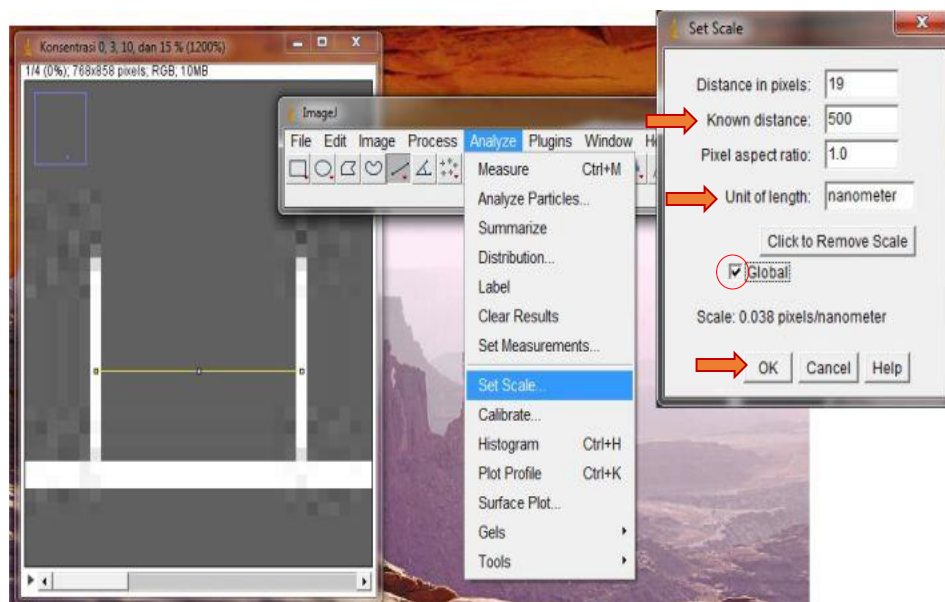
3. Centang kolom bertulisan “Convert to RGB” kemudian klik “OK” pada panel “Sequence Options” (Gambar 3.30).





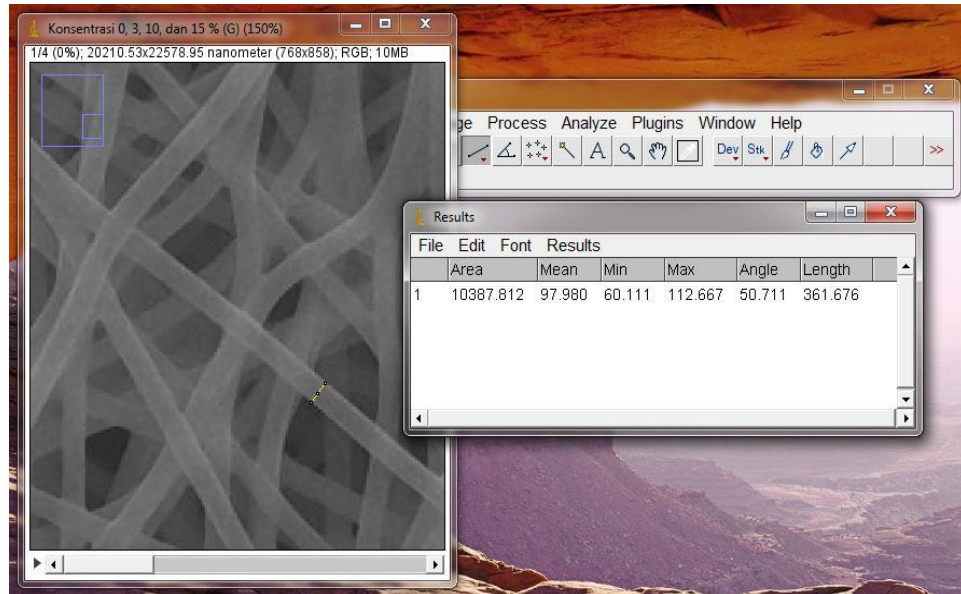
**Gambar 3.30.** Panel “Sequence Options”

4. “Set Scale” ukuran foto hasil citra SEM, kemudian isi kolom “known distance” dengan skala 500 nm setelah itu isi juga kolom “unit of length” dengan tulisan “nanometer”, selanjutnya centang kolom bertuliskan “Global” dan klik “OK” (Gambar 3.31).



**Gambar 3.31.** “Set Scale” ukuran foto hasil pengujian SEM

5. Lakukan pengukuran secara acak dengan menandai 100 titik yang berbeda pada foto hasil uji SEM (Gambar 3.32.). Tujuannya adalah untuk mendapatkan hasil diameter nanofiber yang detail pada setiap titiknya.



**Gambar 3.32.** Pengukuran 100 titik pada hasil pengujian SEM