

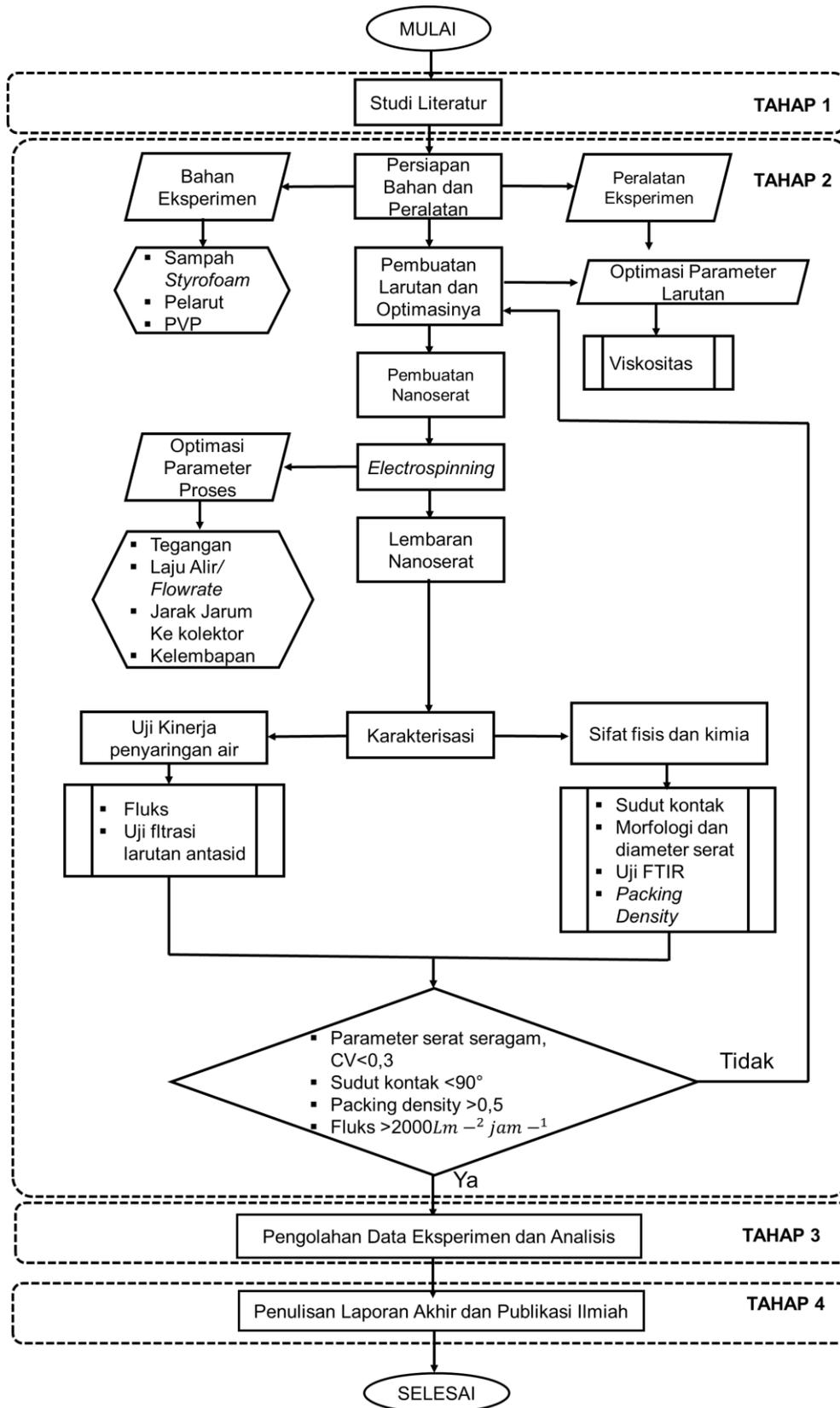
## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Gambaran umum penelitian**

Penelitian ini menggunakan metode *electrospinning* untuk menghasilkan membran nanoserat dari komposit *styrofoam*. Membran nanoserat yang dihasilkan, akan digunakan sebagai filter air dengan membahkan polimer PVP (*Polyvinyl pirrolidone*) untuk mengubah sifat hidrofobik dari *styrofoam* menjadi hidrofilik. Nanoserat yang dihasilkan, kemudian akan dikarakterisasi morfologi dan diameter serat menggunakan mikroskop dan SEM, *packing density* untuk menghitung kerapatan serat, FTIR, dan uji penyaringan air yaitu pengukuran fluks. Hal tersebut dilakukan untuk memenuhi tujuan penelitian yaitu pembuatan nanoserat dari komposit *styrofoam* dan *polyvinyl pirrolidone* (PVP) untuk aplikasi filter air, mempelajari sifat fisis komposit nanoserat dan pengaruhnya terhadap efisiensi penyaringan air, mempelajari pengaruh penambahan *polyvinyl pirrolidone* (PVP) terhadap sifat fisis komposit nanoserat yang dihasilkan.

### **3.2 Tahapan Penelitian**

Adapun tahapan penelitian tugas akhir ini dibagi menjadi 4 tahap yaitu tahap 1 studi literatur, tahap 2 eksperimen, tahap 3 pengolahan data, dan tahap 4 penulisan tugas akhir. Secara detail alur dan tahapan penelitian disajikan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Tahapan Penelitian.

### 3.3 Alat dan Bahan Penelitian

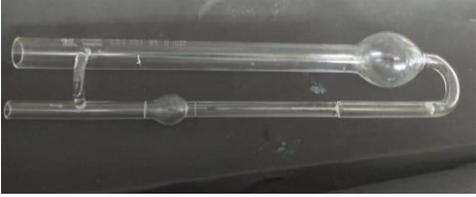
#### 3.3.1 Alat

Adapun alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini adalah, sebagai berikut :

**Tabel 3.1** Peralatan yang digunakan untuk tugas akhir

Alat	Gambar
Gelas Beaker	
Pipet Tetes	
Spatula	
Botol Vial	

Alat	Gambar
Pingset	
Timbangan	
Suntikan + Jarum	
<i>Magnetic Stirrer</i>	
Magnet Pengaduk	

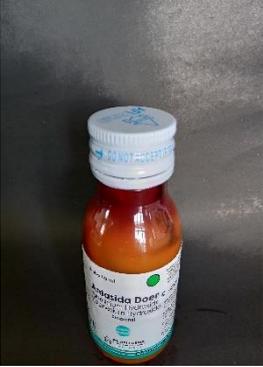
Alat	Gambar
Viskometer Ostwald	
Mikrometer sekrup digital	
Kamera pengujian sudut kontak	

### 3.3.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

**Tabel 3.2** Bahan yang digunakan untuk penelitian

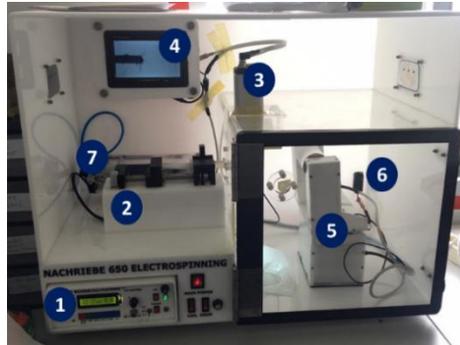
Bahan	Gambar
Sampah <i>styrofoam</i>	

Pelarut D-Limonen		
N,N-Dimethylformamide (DMF)		
Polyvinyl pirrolidone		
Antasid		

### 3.4 Sistem *Elektrospinning*

Nachriebe 650 adalah sistem *electrospinning* yang digunakan dalam eksperimen pembuatan nanoserat. Sistem ini dilengkapi dengan *syringe pump*, kolektor serat berupa silinder, kamera dan LCD, dan pengatur kelembapan. Komponen utama dari

peralatan ini terdiri dari: 1) power suplai tegangan tinggi, 2) *syringe pump*, 3) kamera, 4) LCD monitor, 5) drum kolektor, 6) sensor kelembapan dan 7) tabung silika gel. Gambar 3.2 menunjukkan sistem *electrospinning* secara keseluruhan.



**Gambar 3.2** Alat *electrospinning* Nachriebe 650.

### 3.4.1 Power Suplai tegangan Tinggi

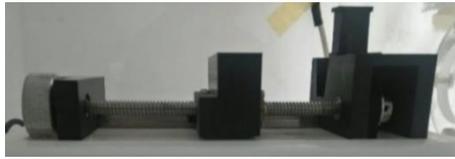
Power suplai tegangan tinggi berfungsi untuk mengatur tegangan tinggi yang diberikan pada jarum, agar larutan menjadi bermuatan dan tertarik ke arah *ground* sehingga memungkinkan terbentuknya serat. Selain pengaturan besar tegangan yang digunakan, didalamnya juga terdapat pengaturan laju alir *syringe pump* dan pengaturan kelembaban udara dalam *chamber* pada nilai diinginkan yang ditampilkan dalam satu LCD.



**Gambar 3.3** Power suplai tegangan tinggi.

### 3.4.2 *Syringe Pump*

*Syringe pump* berfungsi untuk meletakkan jarum suntik yang berisi larutan dan digunakan sebagai pendorong larutan yang ada di dalamnya. Dengan nilai laju alir yang dapat diatur, maka larutan yang keluar dari ujung jarum dapat dikontrol dan diestimasi waktu habisnya larutan.



**Gambar 3.4** *Syringe pump.*

### **3.4.3 Kolektor Drum**

Kolektor berfungsi untuk menampung serat-serat yang ditembakkan oleh jarum, jenis kolektor yang digunakan berbentuk silinder (drum) aluminium dengan diameter 5,5 cm yang dapat berputar, kolektor juga dapat bergerak dengan arah kanan-kiri yang dapat di atur kecepatannya sehingga serat yang jatuh tepat di atas kolektor akan menggulung dengan rapih dan merata.



**Gambar 3.5** Kolektor drum.

### **3.4.4 Pengatur Kelembaban**

Material silika gel berperan untuk menurunkan kelembapan udara di dalam *chamber* selama proses *electrospinning*, parameter lingkungan seperti kelembaban udara sangat menentukan dalam pembentukan serat. Kelembaban relatif udara yang baik dalam proses *electrospinning* berkisar antara 30-50% [27]. Maka dari itu diperlukan sistem yang dapat mengontrol kelembaban udara.



**Gambar 3.6** Tabung silika gel.

### 3.4.5 Sistem Kamera Pemantau Terbentuknya Serat

*Cone jet* adalah bentuk kerucut yang terbentuk diujung jarum akibat adanya gaya tarik elektrostatis oleh tegangan tinggi (gambar 3.7 kanan). Kestabilan *cone jet* sangat menentukan dalam kualitas nanoserat yang dihasilkan. Oleh karena itu, monitoring *cone jet* sangat diperlukan, sebuah kamera dengan perbesaran 36 kali berfungsi untuk menangkap gambar ujung jarum yang ditampilkan pada monitor.



**Gambar 3.7** Kamera dan monitor pemantau *cone jet*.

## 3.5 Prosedur Eksperimen Pembuatan Nanoserat *Styrofoam* dan PVP

Untuk mempelajari pengaruh beberapa parameter pada *electrospinning* terhadap morfologi, diameter serat dan kinerja penyaringan air, maka dilakukan beberapa variasi yang meliputi:

### 3.5.1 Parameter Larutan

Sintesis nanoserat dimulai dengan membuat larutan PVP dan *Styrofoam* dengan konsentrasi secara berturut-turut adalah 20 % berat per berat dan 20% berat per berat. Masing-masing larutan dibuat dengan melarutkan kedua material polimer tersebut dalam bentuk serbuk (*powder*) dengan pelarut *Dimethylformamide* (DMF). Masing-masing larutan kemudian dicampurkan dengan perbandingan campuran yang ditunjukkan pada tabel 3.2 berikut.

**Tabel 3.3** Variasi Campuran PVP

Perbandingan Larutan Larutan (%)		Massa Total Larutan Campuran (gram)	Massa Larutan (gram)	
<i>Styrofoam</i>	PVP		<i>Styrofoam</i>	PVP
100	0	10	10	0
95	5		9,5	0,5
90	10		9	1
85	15		8,5	1,5
80	20		8	2
75	25		7,5	2,5
0	100		0	10

### 3.5.2 Parameter Proses

Parameter proses *electrospinning* yaitu meliputi laju alir (*flowrate*), jarak jarum-kolektor, tegangan dan waktu pemintalan yang memiliki pengaruh terhadap morfologi dan diameter serat yang dihasilkan divariasikan dengan nilai-nilai yang ditunjukkan pada tabel berikut ini.

**Tabel 3.4** Variasi parameter proses

Parameter	Variasi	Parameter yang dijaga tetap			
		Perbandingan Larutan <i>Styrofoam</i> : PVP	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
Tegangan (kV)	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 7</li> <li>○ 8</li> <li>○ 9</li> <li>○ 10</li> <li>○ 11</li> <li>○ 12</li> <li>○ 13</li> <li>○ 14</li> <li>○ 15</li> </ul>	85 : 15	15 $\mu$ L/menit	13 cm	90 menit

Parameter	Variasi	Parameter yang dijaga tetap			
		Perbandingan Larutan Styrofoam : PVP	Tegangan	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
Laju Alir (μL/menit)	○ 10	85 : 15	11 kV	13 cm	90 menit
	○ 11				
	○ 12				
	○ 13				
	○ 14				
	○ 15				
	○ 16				
	○ 17				
	○ 18				
	○ 19				
○ 20					
		Perbandingan Larutan Styrofoam : PVP	Tegangan	Laju alir	Waktu pemintalan
Jarak jarum terhadap kolektor (cm)	○ 7	85 : 15	11 kV	15 μL/menit	90 menit
	○ 10				
	○ 13				
	○ 16				
	○ 19				
		Perbandingan Larutan Styrofoam : PVP	Tegangan	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor
Waktu Pemintalan (menit)	○ 30	85 : 15	11 kV	15 μL/menit	13 cm
	○ 60				
	○ 90				
	○ 120				
	○ 150				
	○ 180				
	○ 210				

Variasi parameter proses yang mencakup variasi tegangan, laju alir , dan jarak serta polimer yang digunakan pada penelitian – penelitian sebelumnya dapat dilihat pada tabel 3.5.

**Tabel 3.5** Variasi parameter proses penelitian sebelumnya

Nama Peneliti	Polimer yang digunakan	Variasi parameter proses		
		Tegangan (kv)	Laju alir ( $\mu\text{L}/\text{menit}$ )	Jarak (cm)
Herdiawan Herlan, dkk [28]	Co-PVDF	10, 15, 17, 21	10, 50	12, 15
Adistiana Dwi Karina [29]	PVA- KOLAGEN	15, 19, 23	8	10
Anggraini Amalia Renda [30]	Kitosan/PVA	17	2	15
Resistansi Putri [31]	Kitosan/PVA/P EG	15		10

### **3.6 Karakterisasi Larutan dan Lembaran Nanoserat Komposit PVP/Styrofoam**

Untuk mempelajari pengaruh parameter fisis larutan terhadap morfologi dan diameter serat yang dihasilkan serta pengaruh diameter serat terhadap kinerja filter air, maka diperlukan beberapa karakterisasi pada larutan dan lembaran nanoserat seperti yang dideskripsikan sebagai berikut.

#### **3.6.1 Pengukuran Viskositas**

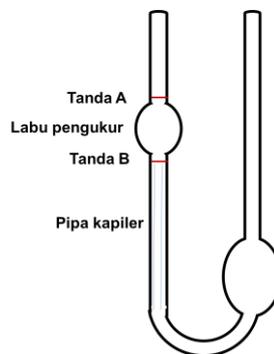
Larutan yang telah homogen kemudian dikarakterisasi sifat fisisnya yang meliputi viskositas. Viskositas larutan diukur dengan menggunakan viskometer jenis Ostwald dengan merek Fenske, di Laboratorium Fisika Material Insitut Teknologi Sumatera seperti pada gambar 3.8. Pengukuran viskositas dengan menggunakan viskometer Ostwald dilakukan dengan cara mengukur waktu yang diperlukan larutan yang mengalir didalam pipa melewati dari garis A ke B. Waktu alir larutan yang diukur dibandingkan dengan waktu yang dibutuhkan oleh suatu

larutan atau cairan yang sudah diketahui nilai viskositasnya. Cairan pembanding yang biasanya digunakan adalah air, dengan nilai viskositas 0,899 cP, waktu alir air 6,35 s dan massa jenis 1000 kg/m<sup>3</sup>. Untuk mengetahui nilai viskositas suatu larutan maka harus diukur terlebih massa jenisnya terlebih dahulu, yaitu dengan cara mengukur massa dan volume. Massa diukur dengan cara menimbang larutan dan volume larutan diukur dengan menggunakan gelas ukur. Nilai viskositas dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\eta = \eta_0 \frac{t \cdot \rho}{t_0 \cdot \rho_0} \quad (3.1)$$

dengan :

- $\eta$  : viskositas cairan yang diukur (cP)
- $\eta_0$  : viskositas cairan pembanding (air)
- $t$  : waktu jatuh cairan yang diukur (sekon)
- $t_0$  : waktu jatuh cairan pembanding (air) (sekon)
- $\rho$  : massa jenis cairan yang diukur (kg/m<sup>3</sup>)
- $\rho_0$  : massa jenis cairan pembanding (air) (kg/m<sup>3</sup>)



**Gambar 3.8** Viskometer Ostwald.

### 3.6.2 Karakterisasi Lembaran Nanoserat

Setelah proses *electrospinning* lembaran membran komposit nanoserat PVP dengan dimensi 12 x 18 cm akan diperoleh, selanjutnya akan dilakukan beberapa karakterisasi meliputi: morfologi dan diameter serat, ketebalan, kerapatan serat, gugus fungsional, dan uji sudut kontak.

#### a. Pengukuran morfologi dan diameter serat

Morfologi dan diameter serat dapat dilihat dengan menggunakan peralatan berupa mikroskop. Mikroskop secara umum terbagi menjadi dua, yaitu mikroskop yang berbasis optik dan elektron. Mikroskop optik memiliki keterbatasan, yaitu hanya dapat melihat benda atau sampel dengan perbesaran umumnya hanya sampai 1.000 kali, sehingga hanya dapat melihat serat yang berukuran di atas 1  $\mu\text{m}$ . Sedangkan mikroskop yang berbasis elektron atau SEM (*scanning electron microscopy*) dapat melihat benda berukuran di bawah 1  $\mu\text{m}$  sampai sekitar 100an nm.

Namun demikian mikroskop optik tetap digunakan dalam penelitian ini untuk melihat serat yang berukuran diatas 1  $\mu\text{m}$ . Sedangkan yang berukuran dibawah 1  $\mu\text{m}$  pengukuran dilakukan menggunakan SEM. Pengujian SEM dilakukan di laboratorium *Basic Science A* (BSC-A) FMIPA ITB menggunakan instrumen SEM yaitu JEOL, tipe JSM-6510LA yang dilengkapi dengan vakum rendah, perbesaran maksimal 300.000 kali, dan tegangan maksimal sebesar 30 kV.

Pengukuran diameter serat dari gambar yang telah diperoleh melalui pengamatan mikroskop optik dan SEM dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak ImageMIF. Metode pengukuran pada *software* tersebut dilakukan dengan menarik garis sebesar diameter serat pada gambar sebanyak 100 kali pengambilan.

#### b. Pengukuran ketebalan

Ketebalan serat diukur menggunakan mikrometer sekrup digital dengan ketelitian pengukuran sebesar 0,001 mm atau 1  $\mu\text{m}$ . Ketebalan serat diperlukan untuk perhitungan kerapatan serat dan porositas.

#### c. Pengukuran kerapatan serat (*packing density*)

Kerapatan serat atau *packing density* dihitung menggunakan persamaan berikut [32].

$$\alpha = \frac{W}{\rho \cdot L} \quad (3.2)$$

dengan:

$\alpha$  : *packing density* (-)

- $W$  : massa serat per satuan luas ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )  
 $\rho$  : massa jenis polimer ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )  
 $L$  : ketebalan nanoserat (cm)

Nilai massa jenis diperoleh dengan cara mengeringkan larutan campuran 85:15, setelah kering massanya ditimbang menggunakan timbangan digital. Kemudian untuk mengetahui volumenya, larutan yang sudah kering dimasukkan kedalam gelas ukur berisi air dan dilihat kenaikan volume air setelah ditambah larutan yang sudah kering tersebut.

**d. Uji FTIR (*Fourier transform infra-red spectroscopy*)**

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada komposit nanoserat, gugus fungsi yang ingin diketahui terutama adalah ikatan O-H, karena ikatan ini menunjukkan sifat dan karakteristik nanoserat terhadap air. Spektrum IR dari nanoserat diamati oleh alat FTIR untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi dalam nanoserat komposit. Bilangan gelombang yang digunakan berada pada kisaran  $500 - 4.000 \text{ cm}^{-1}$ . Data absorbansi yang diperoleh dari berbagai sampel kemudian dianalisis ikatannya dan dibandingkan untuk mengetahui apakah terdapat perubahan atau pergeseran pada struktur ikatannya.

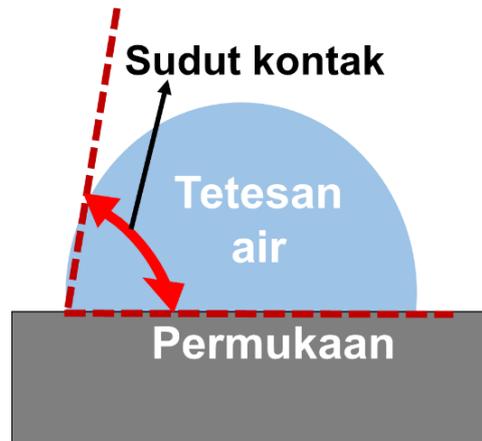
**e. Uji sudut kontak terhadap air**

Untuk mengetahui suatu bahan material bersifat hidrofobik (tidak suka air) atau hidrofilik (suka air), maka diperlukan pengukuran sudut kontak air terhadap permukaan tersebut. Kriteria hidrofobik dan hidrofilik ditunjukkan oleh sudut kontak yang terbentuk, dimana terbagi menjadi lima kategori yang ditunjukkan pada tabel berikut [33].

**Tabel 3.6** Kategori sifat material berdasarkan sudut kontak terhadap air

No.	Sudut Kontak ( $^{\circ}$ )	Kategori
1.	0	Super hidrofilik
2.	0 – 90	Hidrofilik
3.	90 – 120	Hidrofobik
4.	120 – 150	Ultra hidrofobik
5.	> 150	Super hidrofobik

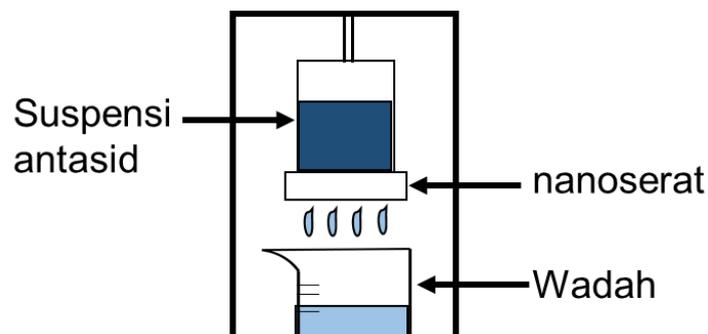
Sudut kontak dari permukaan nanoserat diukur dengan menggunakan metode tetesan sesil (*sessile drop*), ditetaskan setetes air melalui jarum suntik ke permukaan bahan. Sebuah kamera yang dilengkapi dengan lensa digunakan untuk menangkap gambar bentuk tetesan yang terbentuk pada permukaan nanoserat. Gambar yang tertangkap kemudian diolah melalui citra digital untuk memperoleh sudut kontak yang terbentuk, seperti pada gambar 3.9.



**Gambar 3.9** Pengukuran sudut kontak.

### 3.7 Metode dan Prosedur Pengujian Filter Air

Pengujian kinerja penyaringan membran dilakukan dengan mengukur dua parameter yakni fluks [34]. Model pengotor air yang digunakan adalah suspensi antasid seperti yang dilaporkan oleh Ekaputra dkk. [35]. Suspensi terlebih dahulu dilarutkan ke dalam air aquades dengan konsentrasi tertentu sebelum disaring menggunakan membran nanoserat *styrofoam*. Gambar 3.10 menunjukkan skema pengujian filter air yang akan dilakukan.



**Gambar 3.10** Skema pengujian penyaringan filter air.

Gambar 3.11 merupakan alat yang digunakan untuk pengujian filter air, yaitu dengan menggunakan botol bekas dilubangi bagian bawahnya supaya ada tekanan udara yang masuk. Bagian tutup botol dilubangi dan dihubungkan dengan selang kecil, dibagian ujung selang ini dimasukkan serat yang akan digunakan. Kemudian botol diikat pada kursi sehingga tergantung dan memudahkan proses penyaringan air, air yang keluar melalaui serat ditampung pada sebuah wadah dan diukur volumenya. Variasi volume air yang digunakan adalah 250 mL, 500, 750, dan 1000 mL.



**Gambar 3.11** Alat filter air yang digunakan.

Larutan yang digunakan untuk difilter adalah larutan *suspention* antasid 1600 ppm yaitu 0,4 gr antasid dilarutkan dalam 250 mL aquades yang dimisalkan sebagai air keruh. Suspensi antasid digunakan karena didalamnya terdapat partikel – partikel kecil dengan ukuran rata – rata  $2,4\pm 0,35 \mu\text{m}$ , sehingga sangat cocok digunakan dalam uji filter air ini [15].

### 3.7.1 Pengukuran Fluks

Fluks adalah kemampuan membran dalam melewatkan sejumlah cairan dalam volume per satuan luas dan waktu [36,37]. Fluks diekspresikan pada persamaan berikut [36,37] :

$$J = \frac{V}{A \cdot t} \quad (3.3)$$

dengan  $J$  adalah nilai fluks ( $\text{Lm}^{-2}\text{jam}^{-1}$ ),  $V$  adalah volume cairan (Liter),  $A$  adalah luas permukaan membran ( $\text{m}^2$ ), dan  $t$  adalah waktu (jam). Nilai fluks menunjukkan

kecepatan alir air saat melewati membran yang sangat tergantung pada jumlah dan ukuran pori-pori membran. Nilai fluks yang baik untuk filter air yang baik adalah >2000 [30,34].

### 3.8 Tempat Penelitian

**Tabel 3.7** Tempat penelitian dilakukan

No	Kegiatan Penelitian	Tempat Penelitian
1	Pembuatan Larutan	Laboratorium Fisika Material ITERA
2	Uji Viskositas	Laboratorium Fisika Institut Teknologi Sumatera
3	Pembuatan Serat Dengan <i>Electrospinning</i>	Laboratorium Fisika Material ITERA
4	Uji Mikroskop Optik	Laboratorium Biologi ITERA
5	Uji SEM	FMIPA ITB
6	Uji Kinerja Penyaringan Air	Laboratorium Fisika Material ITERA
7	Uji FTIR	Glabs Indonesia, Bandung
8	Uji sudut kontak	Laboratorium Fisika Material ITERA

### 3.9 Jadwal Kegiatan

Tahap penelitian ini sudah dilaksanakan dari bulan Januari 2020 dan berakhir pada bulan Agustus 2020. Secara detail jadwal dari penelitian ini ditampilkan pada tabel 3.8 berikut ini.

**Tabel 3.8** Jadwal Penelitian

No.	Jenis Kegiatan	Bulan							
		Jan.	Feb.	Mar.	Apr.	Mei	Jun.	Jul.	Agus
1	<b>Persiapan</b>								
	Studi literatur								
	Pengadaan dan pengumpulan bahan-bahan sampah <i>styrofoam</i>								
	Pembersihan dan pemotongan sampah <i>styrofoam</i>								
	Persiapan peralatan eksperimen dan bahan pendukung								

No.	Jenis Kegiatan	Bulan							
		Jan.	Feb.	Mar.	Apr.	Mei	Jun.	Jul.	Agus
2	<b>Eksperimen</b>								
	Pembuatan larutan <i>styrofoam</i> dan optimasinya serta pengukuran sifat fisisnya								
	Proses pembuatan nanoserat dengan teknik <i>electrospinning</i> dan optimasinya								
	Karakterisasi membran nanoserat								
	Pengukuran fluks dan rejeksi								
3	<b>Pengolahan data</b>								
	Pengolahan data distribusi diameter serat dan keseragamannya								
	Analisis data hasil pengukuran sebagai media filter air								
4	<b>Penulisan Tugas Akhir</b>								