

## **BAB III**

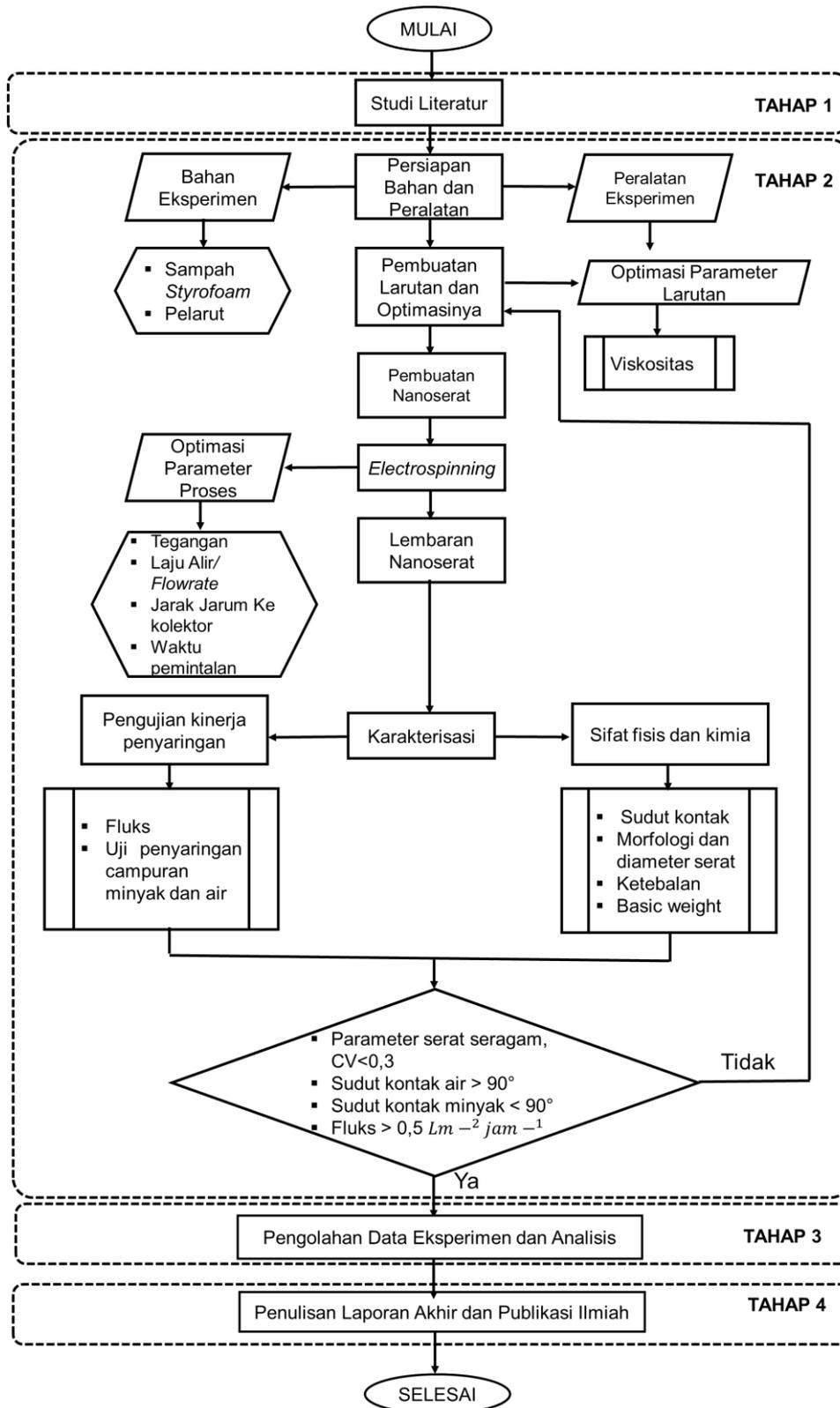
### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Gambaran Umum Penelitian**

Berdasarkan paparan latar belakang yang telah diuraikan pada Bab 1, penelitian tugas akhir ini bertujuan untuk mengatasi tumpahan minyak di laut dengan metode pemisahan melalui proses penyaringan menggunakan membran *nanofiber*. Penelitian dilakukan dalam skala laboratorium yang meliputi: sintesis membran *nanofiber* menggunakan teknik *electrospinning* serta optimasi beberapa parameternya dan pengujian kinerja penyaringan campuran minyak dan air. Sampah *styrofoam* digunakan sebagai bahan dasar polimer dalam pembuatan membran *nanofiber* karena telah diketahui bersifat menyerap minyak (oleofilik) dan menolak air (hidrofobik) [5]. Sampel campuran air dan minyak diperoleh dari pencampuran air laut dengan berbagai macam jenis minyak yang berasal dari minyak bumi seperti mineral oil, minyak pertalite, dan minyak solar (*diessel oil*).

#### **3.2 Tahapan Penelitian**

Penelitian ini termasuk dalam jenis penelitian eksperimen. Penelitian eksperimen merupakan penelitian yang menguji hipotesis yang telah dirumuskan. Penelitian ini memerlukan variabel yang jelas, pengukuran yang cermat serta tahapan-tahapan yang telah direncanakan sejak awal [21]. Secara umum penelitian ini terbagi menjadi empat tahapan, yaitu: 1) Studi literatur, 2) eksperimen, 3) pengolahan dan analisis data, dan 4) penulisan tugas akhir. Gambaran setiap tahapan penelitian ini disajikan pada gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Diagram tahapan penelitian.

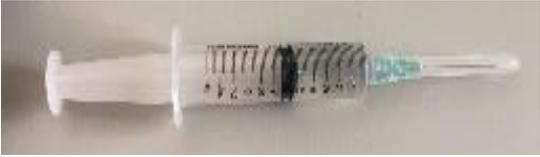
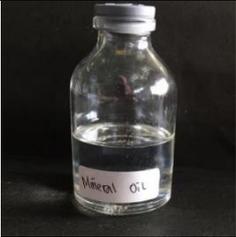
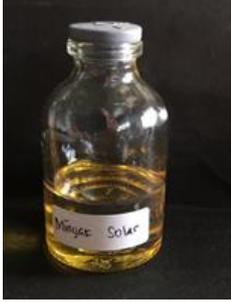
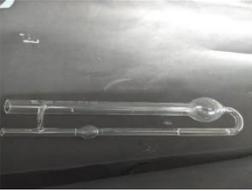
### 3.3 Alat dan Bahan

Adapun alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

**Tabel 3.1** Alat dan Bahan yang digunakan pada saat penelitian

No	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
<b>Bahan</b>		
1.	Sampah <i>styrofoam</i>	
2.	<i>N,N Dimethylformamide</i> (DMF)	
3.	D-Limonene	
<b>Peralatan</b>		
1.	Pengaduk Magnet	

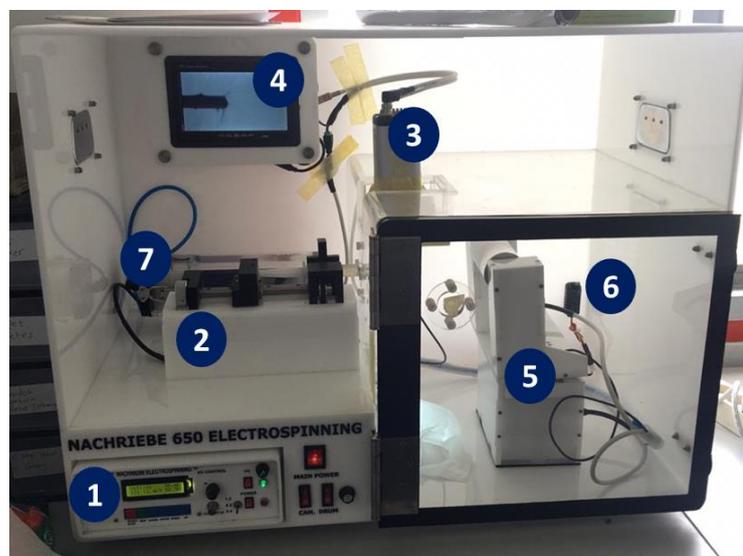
No	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
2.	Gelas Beaker	
3.	Pipet Tetes	
4.	Spatula	
5.	Botol Vial	
6.	Pinset	
7.	Timbangan	

No	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
9.	Suntikan ( <i>syringe</i> ) <ul style="list-style-type: none"> <li>• Volume <i>syringe</i> : 10 mL</li> <li>• Diameter jarum : 0,8 mm (21G)</li> </ul>	
10.	<i>Mineral oil</i>	
11.	Minyak Solar	
12.	Minyak Peralite	
13.	Viskometer Ostwald	
14.	Mikrometer Digital	

No	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
15.	Alat sederhana pengukuran fluks	
16.	Alat sederhana pengujian filter campuran minyak dan air	

### 3.4 Sistem *Electrospinning*

Pada gambar 3.2 menunjukkan satu set peralatan *electrospinning* (Nachriebe 650) yang digunakan untuk menghasilkan lembaran membran *nanofiber*. 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 kelembaban dan 7) tabung silika gel.



**Gambar 3.2** Peralatan *electrospinning* Nachriebe 650.

Keterangan :

1. Power suplai tegangan tinggi

Berfungsi sebagai pensuplai tegangan tinggi yang diberikan pada jarum, agar larutan menjadi bermuatan dan tertarik ke arah ground sehingga memungkinkan terbentuknya serat. Dapat dioperasikan hingga 20 kV DC dengan stabil. Selain pengaturan besar tegangan yang digunakan, di dalamnya juga terdapat pengaturan laju alir syringe pump dan pengaturan kelembaban udara dalam chamber pada nilai diinginkan yang ditampilkan dalam satu LCD.

2. *Syringe pump*

*Syringe pump* digunakan sebagai pendorong larutan dengan laju alir tertentu yang dapat diatur, alat ini sudah terkalibrasi, dan flowrate dapat dioperasikan dengan satuan ml/menit ; ml/jam ;  $\mu$ l/menit dan  $\mu$ l/jam.

3. Kamera

*Cone jet* adalah istilah dalam *electrospinning*, yaitu bentuk kerucut dalam ujung jarum yang menandakan terbentuknya serat pada larutan (Gambar 3.3). Untuk mengamati ini, harus menggunakan kamera dengan perbesaran yang tinggi. Dalam sistem ini terdapat kamera dengan perbesaran 30 x yang berfungsi untuk mengamati bentuk *cone jet* ini setiap saat. Serat yang berkualitas baik ditunjukkan dengan kestabilan bentuk kerucut ini (tidak putus-putus). Karena itu monitoring bentuk kerucut ini setiap waktu sangat diperlukan.

4. LCD monitor

LCD monitor ini berfungsi untuk menampilkan tampilan gambar yang ditangkap oleh kamera. Monitor ini memiliki ukuran sebesar 7 inch.

5. Drum kolektor

Kolektor digunakan sebagai penampung serat, jenis kolektor yang digunakan berbentuk silinder (drum) berbahan alumunium dengan diameter 5,5 cm dan panjang 12 cm yang dapat berputar. Selain dapat berputar, kolektor ini juga

dapat bergerak ke kanan-kiri (dilihat dari depan) yang dapat diatur kecepatannya untuk mengumpulkan serat dengan ketebalan yang seragam.

#### 6. Sensor kelembaban

Dalam proses *electrospinning*, parameter lingkungan seperti kelembaban udara sangat menentukan dalam pembentukan serat. Kelembaban relatif udara yang baik dalam proses *electrospinning* berkisar antara 30-65% bergantung pada jenis polimer yang digunakan. Oleh karena itu diperlukan sistem yang dapat mengontrol kelembaban udara. Pada sistem *electrospinning* yang digunakan, dilengkapi sistem pengaturan kelembaban udara yang dapat diatur pada nilai yang dibutuhkan. Penurunan kelembaban menggunakan material silika gel, dengan sirkulasi udara yang diatur melalui sebuah pompa yang akan mati secara otomatis apabila sudah mencapai nilai kelembaban yang diset.

#### 7. Tabung silika gel

Silika gel adalah material yang dapat menyerap uap air yang terdapat di udara. Silika gel akan berubah warna dari biru menjadi pudar atau kemerahan apabila sudah digunakan, apabila kondisi ini sudah terjadi, maka silika gel harus segera diganti dengan yang baru, silika gel yang sudah pudar bisa digunakan kembali dengan cara dipanaskan sampai kembali warnanya menjadi biru.

### **3.5 Prosedur Pembuatan Nanofiber Styrofoam**

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

#### 1. Parameter larutan

Pembuatan *nanofiber* diawali dengan membuat larutan *styrofoam*. Larutan dibuat dengan cara melarutkan sampah *styrofoam* yang sebelumnya telah dibersihkan dan dipotong kecil-kecil pada campuran pelarut DMF dan D-limonen. Diameter serat dari hasil *electrospinning* dapat divariasikan dengan cara memvariasikan parameter larutan yang terdiri dari viskositas dan tegangan permukaan larutan [19,22,23].

Parameter-parameter tersebut dapat divariasikan melalui konsentrasi larutan. Selain itu Rajak dkk [8] juga menjelaskan bahwa viskositas dan tegangan permukaan dapat divariasikan melalui variasi perbandingan pelarut, diperoleh dari hasil penelitian Rajak dkk bahwa perbandingan pelarut yang terbaik adalah 1:1 yang akan digunakan dalam penelitian ini. Tabel 3.2 menunjukkan variasi konsentrasi larutan *styrofoam* yang akan dibuat untuk memperoleh variasi morfologi dan diameter serat.

**Tabel 3.2** Parameter larutan

Konsentrasi Larutan <i>Styrofoam</i>	Massa sampah <i>Styrofoam</i>	Massa Pelarut	
		DMF	D-limonen
		1 : 1	
15 %	1,5 gram	4,25 gram	4,25 gram
17,5 %	1,75 gram	4,125 gram	4,125 gram
20 %	2 gram	4 gram	4 gram
22,5 %	2,25 gram	3,875 gram	3,875 gram
25 %	2,5 gram	3,75 gram	3,75 gram

## 2. Parameter proses

Parameter proses *electrospinning* yang meliputi tegangan, laju alir dan waktu pemintalan juga memiliki pengaruh besar terhadap morfologi dan diameter serat yang dihasilkan [8,18,20]. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dilakukan beberapa variasi dari parameter tersebut yang ditunjukkan pada Tabel 3.3. Khusus parameter waktu pemintalan pada proses *electrospinning*, dilakukan untuk menghasilkan ketebalan serat yang bervariasi, dimana secara teori ketebalan lembaran serat meningkat secara linear dengan waktu pemintalan [24].

**Tabel 3.3** Parameter proses *electrospinning*

Parameter	Variasi	Parameter yang dijaga tetap			
Tegangan (kV)		Konsentrasi Larutan <i>styrofoam</i>	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 9</li> <li>• 10</li> <li>• 11</li> <li>• 12</li> <li>• 13</li> <li>• 14</li> <li>• 15</li> </ul>	20 %	7 $\mu$ L/menit	10 cm	3 menit
Laju Alir ( $\mu$ L/menit)		Konsentrasi Larutan <i>styrofoam</i>	Tegangan	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1</li> <li>• 3</li> <li>• 5</li> <li>• 7</li> <li>• 9</li> <li>• 11</li> <li>• 13</li> </ul>	20 %	12 kV	10 cm	3 menit
Jarak jarum terhadap kolektor (cm)		Konsentrasi Larutan <i>styrofoam</i>	Tegangan	Laju alir	Waktu pemintalan
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 7</li> <li>• 10</li> <li>• 13</li> <li>• 16</li> <li>• 19</li> </ul>	20 %	12 kV	7 $\mu$ L/menit	3 menit
Waktu Pemintalan (menit)		Konsentrasi Larutan <i>styrofoam</i>	Tegangan	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 30</li> <li>• 60</li> <li>• 90</li> <li>• 120</li> <li>• 150</li> <li>• 180</li> <li>• 210</li> </ul>	20 %	12 kV	7 $\mu$ L/menit	10 cm

### 3.6 Karakterisasi Larutan dan Lembaran *Nanofiber Styrofoam*

Untuk mempelajari pengaruh parameter fisis larutan terhadap morfologi dan diameter serat yang dihasilkan serta pengaruh diameter serat terhadap kinerja penyaringan minyak, maka diperlukan beberapa karakterisasi pada larutan dan lembaran *nanofiber* seperti yang dideskripsikan sebagai berikut.

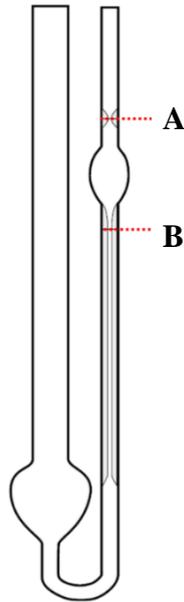
#### 3.6.1 Karakterisasi Larutan

Larutan yang telah homogen kemudian dikarakterisasi sifat fisisnya yang meliputi viskositas dan tegangan permukaan. Viskositas diukur dengan menggunakan viskometer Ostwald. Metode pengukuran dengan viskometer ini memanfaatkan dua buah tabung kaca berhubungan yang berbeda diameter seperti tampak pada Gambar 3.4 viskositas dari larutan ditentukan dengan mengukur waktu yang dibutuhkan bagi cairan tersebut untuk melewati antara 2 tanda (A dan B). Waktu alir dari cairan yang diuji dibandingkan dengan waktu yang dibutuhkan bagi suatu zat yang viskositasnya sudah diketahui (biasanya air) untuk melewati 2 tanda tersebut. Sebelum mengukur viskositas cairan, maka perlu dilakukan pengukuran terhadap massa jenis cairan ( $\rho$ ) dengan cara mengukur massa menggunakan neraca dan mengukur volume larutan menggunakan sebuah piknometer. Disamping itu, pengukuran waktu jatuhnya cairan pembanding (air) dari titik A ke B ( $t_o$ ) juga perlu dilakukan terlebih dahulu. Perhitungan viskositas zat cair yang diukur ditunjukkan pada persamaan berikut :

$$\eta = \eta_o \frac{t \cdot \rho}{t_o \cdot \rho_o} \quad (3.1)$$

Dengan :

- $\eta$  : viskositas cairan yang diukur (cP)
- $\eta_o$  : viskositas cairan pembanding (air) (0,82 cP pada suhu 25°C )
- $t$  : waktu jatuh cairan yang diukur dari titik A ke B (detik)
- $t_o$  : waktu jatuh cairan pembanding (air) dari titik A ke B (detik)
- $\rho$  : massa jenis cairan yang diukur ( $\text{kg/m}^3$ )
- $\rho_o$  : massa jenis cairan pembanding (air) ( $1000 \text{ kg/m}^3$ )



**Gambar 3.3** Viscometer Ostwald untuk mengukur viskositas larutan

### 3.6.2 Karakterisasi Lembaran *Nanofiber*

Setelah proses *electrospinning* lembaran membran *nanofiber styrofoam* dengan dimensi 12 x 18 cm diperoleh, selanjutnya akan dilakukan beberapa karakterisasi meliputi: morfologi dan diameter serat, ketebalan, uji penyaringan serat dan uji sudut kontak.

#### 1. 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 di atas 1  $\mu\text{m}$ . Sedangkan yang berukuran di bawah 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.

2. Pengukuran ketebalan dan *Basic weight*

Ketebalan serat diukur menggunakan mikrometer digital dengan ketelitian pengukuran sebesar 0,001 mm atau 1  $\mu\text{m}$ . Sedangkan *basic weight* dihitung dengan menggunakan rumus :

$$W = \frac{m}{A} \tag{3.2}$$

Dengan :

$W$  = *basic weight* ( $\text{gr}/\text{cm}^2$ )

$m$  = massa serat membran *nanofiber* (gr)

$A$  = luas membran *nanofiber* ( $\text{cm}^2$ )

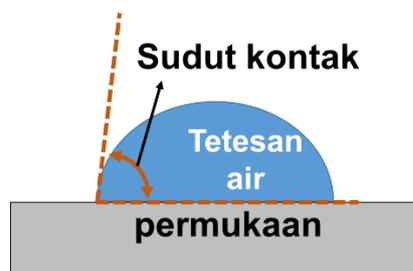
3. Uji Sudut Kontak Terhadap Air dan Minyak

Untuk mengetahui suatu bahan material bersifat hidrofobik (tidak suka air) atau hidrofilik (suka air) dan oleofobik (tidak suka minyak) atau oleofilik (suka minyak), maka diperlukan pengukuran sudut kontak air terhadap permukaan tersebut. Kriteria hidrofobik dan oleofilik ditunjukkan oleh sudut kontak yang terbentuk, dimana terbagi menjadi lima kategori yang ditunjukkan pada tabel 3.4 [25].

**Tabel 3.4** Kategori sifat material berdasarkan sudut kontakya terhadap air dan minyak.

Sudut Kontak ( $^{\circ}$ )	Terhadap Air	Terhadap Minyak
0	Super Hidrofilik	Super oleofilik
0 – 90	Hidrofilik	Oleofilik
90 – 120	Hidrofobik	Oleofobik
120 – 150	Ultra hidrofobik	Ultra oleofobik
>150	Super hidrofobik	Super oleofobik

Sudut kontak dari permukaan *nanofiber* diukur dengan perkiraan satu tetes air dengan menggunakan suntikan. Sebuah kamera yang dilengkapi dengan lensa digunakan untuk menangkap gambar bentuk tetesan yang terbentuk pada permukaan *nanofiber*. Gambar yang tertangkap kemudian diolah melalui citra digital untuk memperoleh sudut kontak yang terbentuk. Gambar 3.4 menyajikan prinsip pengukuran sudut kontak dan beberapa contoh hasil pengukurannya.



**Gambar 3.4** Pengukuran sudut kontak [26].

### 3.7 Pengujian Kinerja Penyaringan

Pengujian kinerja penyaringan membran dilakukan dengan mengukur dua parameter yakni fluks dan efisiensi penyaringan [27].

#### 3.7.1 Pengukuran fluks

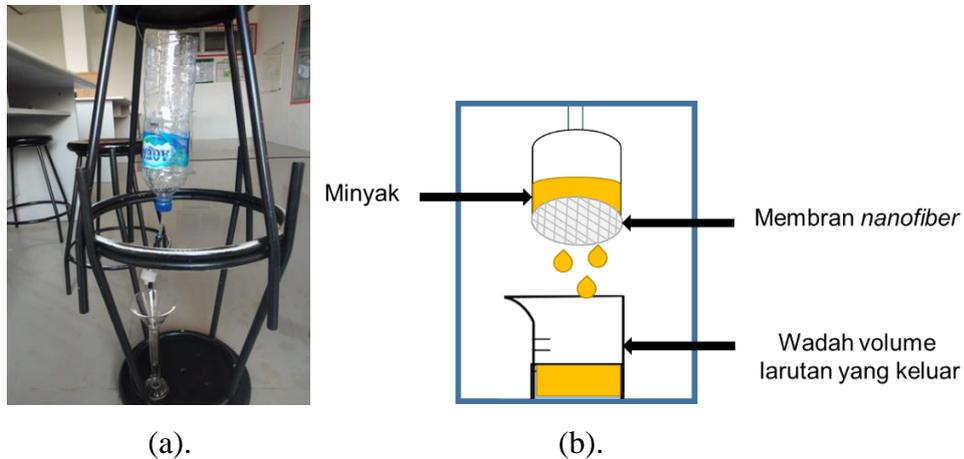
Fluks adalah kemampuan membran dalam melewati sejumlah cairan dalam volume per satuan luas dan waktu [24,28]. Fluks diekspresikan pada persamaan berikut [24,28] :

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

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 permeat (hasil penyaringan) saat melewati membran yang sangat tergantung pada jumlah dan ukuran pori-pori membran [27]. Dalam pengukuran fluks ini, dilakukan dengan cara melewati minyak tanpa

campuran air, dengan waktu dan volume minyak yang ditentukan. Waktu yang digunakan yaitu selama 20 detik, dan variasi volume yang digunakan yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 mL. Media filter yang ideal seharusnya memiliki nilai fluks yang cukup tinggi, hal ini berarti bahwa resistansi filter rendah [27–29].



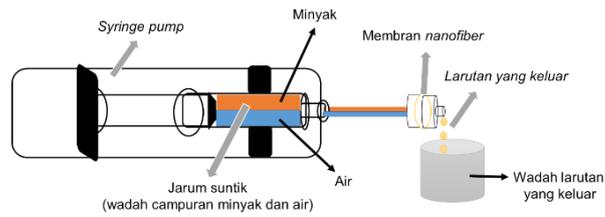
**Gambar 3.5** a). Alat sederhana pengukuran fluks, b). skema pengukuran fluks.

### 3.7.2 Pengukuran campuran air dan minyak

Penyaringan campuran air dan minyak dilakukan dengan menggunakan alat jarum suntik yang dirangkai sedemikian rupa seperti pada gambar 3.6 (b). Terdapat 2 variasi pada pengukuran ini yaitu variasi konsentrasi dan variasi *flowrate*. Untuk variasi konsentrasi yang digunakan yaitu sebesar 15 ; 17,5 ; 20 ; 22,5 ; 25% dan *flowrate* sebesar 0,3 ; 0,5 ; 0,7 ; 0,9 ; dan 1,1 mL/menit. Prosedur yang dilakukan pada saat pengukuran penyaringan campuran minyak dan air dengan menggunakan alat bantu *syringe pump*. Waktu dan laju alir yang digunakan tetap yaitu, waktu selama 2 menit dan laju alir yang digunakan yaitu sebesar 0,7 mL/menit untuk variasi konsentrasi. Untuk variasi *flowrate* yang dijaga tetap yaitu konsentrasi sebesar 20% dan waktu selama 2 menit. Hasil yang diperoleh pada pengukuran ini yaitu pengaruh konsentrasi dan *flowrate* terhadap volume larutan yang keluar ( $\text{cm}^3$ ).



(a)



(b)

**Gambar 3.6** a). Pengisian minyak dan air pada jarum suntik, b). skema alat penyaringan campuran minyak dan air.

### 3.8 Tempat Penelitian

Adapun kegiatan penelitian beserta tempat penelitian yang dilakukan, yaitu:

**Tabel 3.5** Kegiatan Penelitian

No	Kegiatan Penelitian	Tempat Penelitian
1	Pembuatan Larutan	Laboratorium Fisika Material ITERA
2	Uji Viskositas	Laboratorium Fisika Material ITERA
3	Pembuatan Serat Dengan <i>Electrospinning</i>	Laboratorium Fisika Material ITERA
4	Uji Mikroskop Optik	Laboratorium Biologi ITERA
5	Uji Kinerja Penyaringan Minyak	Laboratorium Fisika Material ITERA
6	Uji sudut kontak	Laboratorium Fisika Material ITERA
7	Uji SEM	Laboratorium FMIPA ITB

### 3.9 Jadwal Penelitian

Tahap penelitian ini dilaksanakan dari bulan Januari 2020 dan selesai pada bulan Agustus 2020. Secara detail jadwal dari rencana penelitian ini ditampilkan pada tabel 3.6 berikut ini.

**Tabel 3.6** Jadwal Penelitian

No.	Jenis Kegiatan	Bulan							
		Jan	Feb	Mar	Apr	Mei	Jun	Jul	Agust
1	Persiapan								
	Studi literatur								

No.	Jenis Kegiatan	Bulan							
		Jan	Feb	Mar	Apr	Mei	Jun	Jul	Agust
	Pengadaan dan pengumpulan bahan-bahan sampah <i>styrofoam</i>	■							
	Pembersihan dan pemotongan limbah	■							
	Persiapan peralatan eksperimen dan bahan pendukung	■							
2	<b>Eksperimen</b>								
	Pembuatan larutan <i>styrofoam</i> dan optimasinya serta pengukuran sifat fisisnya				■	■	■	■	
	Proses pembuatan <i>nanofiber</i> dengan teknik <i>electrospinning</i> dan optimasinya				■	■	■	■	
	Karakterisasi membran <i>nanofiber</i>							■	■
	Pengujian fluks								■
3	<b>Pengolahan data</b>								
	Pengolahan data distribusi diameter serat dan keseragamannya							■	■
	Analisis data hasil karakterisasi								■
4	<b>Penulisan Tugas Akhir</b>		■	■	■	■	■	■	■