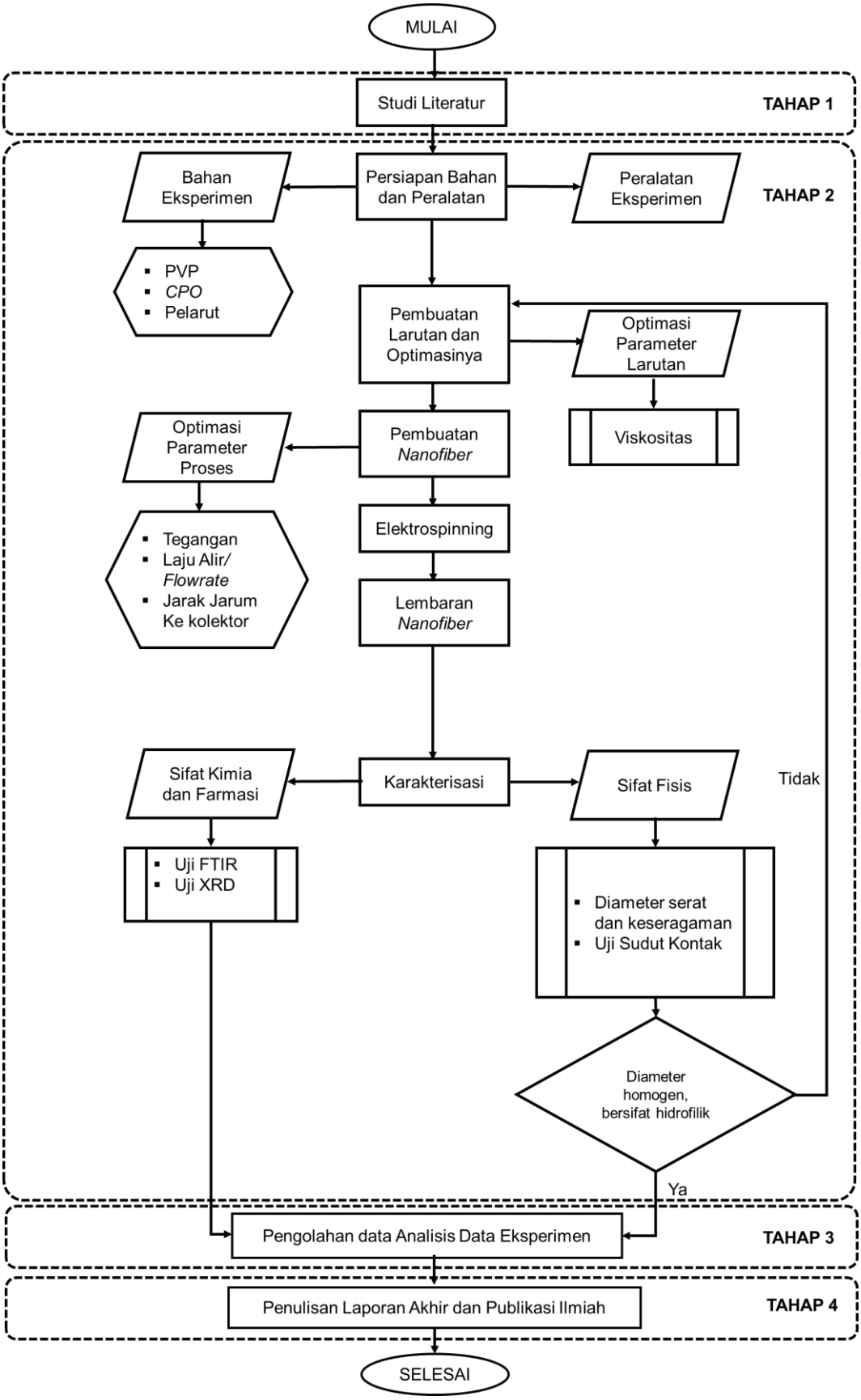
BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Gambaran Umum Penelitian

Penelitian tugas akhir ini adalah pembuatan *nanofiber* dengan polimer PVP dan bahan aktif CPO untuk perban luka. Serbuk PVP dilarutkan dengan DMF serta penambahan larutan CPO dan diproses menggunakan teknik *electrospinning*. Pada penelitian ini juga dilakukan variasi konsentrasi dari larutan PVP dan variasi larutan campuran antara PVP dengan CPO. Proses pembuatan *nanofiber* menggunakan variasi parameter proses, diantaranya adalah tegangan, laju alir (*flow rate*) dan jarak jarum ke kolektor. Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan komposit *nanofiber* PVP yang mengandung bahan aktif CPO untuk perban luka serta mempelajari sifat fisis komposit *nanofiber* terhadap karakteristik yang baik.

3.2. Tahapan Penelitian

Pada umumnya, penelitian ini terbagi menjadi empat tahapan penelitian, yaitu studi literatur, eksperimen, pengolahan data dan analisis, serta penulisan tugas akhir dan publikasi ilmiah. Pada tahap eksperimen, dilakukan proses-proses, diantaranya adalah pembuatan larutan serta optimasinya dan pembuatan *nanofiber*. Bahan-bahan untuk pembuatan larutan adalah serbuk PVP, dan CPO serta pelarut DMF. Pembuatan larutan dimulai dari mencampurkan serbuk PVP dengan DMF dan kemudian ditambahkan dengan cairan CPO. Setelah larutan PVP+CPO terbentuk,dilanjutkan dengan pembuatan *nanofiber* dengan metode *electrospinning*. Pada teknik *electrospinning* menggunakan *Nachriebe* 650 ada beberapa parameter yang digunakan, yaitu : tegangan, laju alir (*flow rate)* serta jarak dari jarum ke kolektor. Pada tahap eksperimen juga dilakukan karakterisasi dengan 2 sifat, yaitu sifat fisika dan sifat kimia serta farmasi. Pada sifat fisika karakterisasi meliputi diameter serat dan keseragaman, ketebalan, kekuatan tarik, dan kerapatan serat serta porositas. Sedangkan pada sifat kimia dan farmasi meliputi uji FTIR dan uji XRD. Proses penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.1.



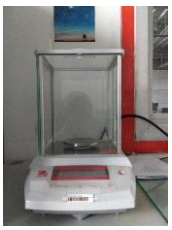
Gambar 3.1.Tahapan penelitian.

3.3. Alat dan Bahan

Pembuatan *nanofiber* komposit PVP+CPO dalam penelitian tugas akhir ini menggunakan alat dan bahan yang disajikan dalam Tabel 3.1 dan 3.2.

Tabel 3.1. Alat yang digunakan pada penelitian.

No	Nama	Gambar
1.	Pipet tetes	
2.	Botol Vial	
3.	Gelas Kimia	
4.	Magnet Pengaduk	
5.	Spatula	
6.	Pinset	

No	Nama	Gambar
7.	Timbangan	
8.	Mikroskop	

Tabel 3.2. Bahan yang digunakan dalam penelitian.

No	Nama	Bahan
1.	*Polyvinylpyrrolidone* (PVP)	
2.	*Crude Palm Oil* (CPO)	
3.	Pelarut DMF	

3.4. Parameter Pembuatan *Nanofiber*

Agar menghasilkan *nanofiber* PVP+CPO dengan kualitas yang baik, ada beberapa parameter uji yang digunakan selama proses *electrospinning*. Parameter-parameter uji tersebut adalah sebagai berikut.

3.4.1. Parameter Larutan

Pembuatan nanofiber diawali dengan pembuatan larutan polimer. Polimer PVP dalam bentuk serbuk dilarutkan dengan pelarut DMF dengan konsentrasi secara sebesar 10, 15, 20, dan 25%. Nilai konsentrasi larutan polimer diperoleh dari studi literatur yang menyatakan konsentrasi ideal larutan polimer adalah konsentrasi dengan rentang 10 hingga 25% [29]. Besar pencampuran pembuatan larutan PVP disajikan dalam Tabel 3.3. sebagai berikut.

Tabel 3.3. Variasi konsentrasi larutan PVP.

No	**Konsentrasi PVP : DMF (b/b)**	**Massa Total Larutan (gram)**	**Massa (gram)**	
			Serbuk PVP	**DMF**
1	10 %	10	9	1
2	15 %		1,5	8,5
3	20 %		2	8
4	25 %		2,5	7,5

Adapun pembuatan *nanofiber* PVP+CPO terdiri dari larutan PVP yang telah dibentuk dengan berbagai macam variasi. Larutan PVP tersebut dicampurkan dengan cairan CPO dengan variasi konsentrasi tertentu. Variasi perbandingan PVP 25%:CPO disajikan dalam Tabel 3.4. berikut:

Tabel 3.4. Variasi konsentrasi PVP+CPO.

Perbandingan Larutan (%)		**Massa Total Larutan PVP+CPO (gram)**	**Massa Larutan (gram)**	
PVP	**CPO**		**PVP**	**CPO**
98	2	5	4,9	0,1
96	4		4,8	0,2
94	6		4,7	0,3
92	8		4,6	0,4
90	10		4,5	0,5

3.4.2. Parameter Proses

Pembuatan *nanofiber* PVP dan PVP+CPO dipengaruhi oleh parameter proses. Dimana parameter tersebut dapat dikontrol oleh peneliti. Parameter proses tersebut diantaranya tegangan, laju alir (*flow rate*), jarak jarum ke kolektor, dan waktu pemintalan. Parameter proses dapat mempengaruhi morfologi dan diameter *nanofiber* yang terbentuk. Adapun parameter proses yang digunakan pada penelitian tugas akhir ini ditunjukkan oleh Tabel 3.5. sebagai berikut.

Tabel 3.5. Parameter proses pembuatan *nanofiber*.

No	**Parameter Proses**	**Variasi**	**Parameter Tetap**
1.	Tegangan	7,8,9, 10, 11, 12, 13,14, 15 kV	Laju alir : 10 µL/menit Jarak jarum : 10 cm
2.	Laju alir/ *flowrate*	5, 10,15, 20, 25 µL/menit	Tegangan : 12 kV Jarak jarum : 10 cm
3.	Jarak jarum ke kolektor	7, 10, 13, 16, 19 cm	Tegangan : 12 kV Laju alir : 10 µL/menit

3.5. Karakterisasi *Nanofiber*

Pembuatan *nanofiber* PVP+CPO dengan menggunakan metode *electrospinning* dipengaruhi oleh parameter fisik. Parameter ini berpengaruh terhadap morfologi dan diameter serat yang dihasilkan. Untuk dapat mengetahui karakteristik dari *nanofiber* yang dihasilkan, diperlukan beberapa karakterisasi seperti berikut ini.

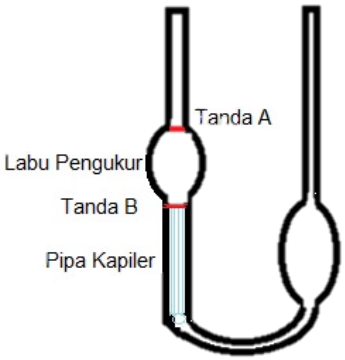
3.5.1. Karakterisasi Larutan (Uji Viskositas)

Viskositas larutan secara sederhana berarti ukuran kekentalan suatu fluida. Semakin besar nilai viskositas suatu larutan, maka semakin sulit larutan tersebut mengalir dalam sebuah media. Pada proses *electrospinning*, viskositas larutan berpengaruh terhadap munculnya *beads* pada serat yang dihasilkan. Penurunan nilai viskositas mengakibatkan adanya kecenderungan polimer menghasilkan *beads* pada *nanofiber* yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena ikatan rantai polimer yang terbentuk sedikit.

Banyak faktor yang dapat mempengaruhi nilai viskositas suatu larutan, salah satunya adalah berat molekul larutan tersebut. Larutan polimer dengan berat molekul tinggi nilai viskositasnya lebih besar dibandingkan dengan polimer yang sama namun dengan berat molekul yang lebih rendah. Proses *electrospinning* membutuhkan nilai viskositas yang cukup agar dapat membentuk serat.

Pada penelitian ini, viskositas diukur dengan menggunakan viskometer ostwald. Cara kerja alat ini adalah larutan polimer yang dimasukkan ke dalam tabung akan mengalir dalam waktu tertentu untuk bisa melewati garis pada tabung. Seperti pada Gambar 3.2., larutan polimer akan dimasukkan ke dalam tabung sebelah kiri. Larutan tersebut akan mengalir melewati tanda A ke tanda B. Waktu yang dibutuhkan polimer untuk melewati pipa kapiler tabung, dapat diukur menggunakan *stopwatch.* Untuk mengetahui nilai viskositas larutan polimer, dapat dihitung dengan membandingkan viskositas polimer dan viskositas air. Perhitungan viskositas dapat menggunakan persamaan berikut.

$$\eta = \eta_{\circ} \frac{t \times \rho}{t_{\circ} \times \rho_{\circ}} \tag{3.1}$$



Gambar 3.2 Alat viskometer *Ostwald.*

3.5.2. Karakterisasi Lembaran *Nanofiber*

Hasil dari proses *electrospinning* adalah lembaran *nanofiber* yang terbentuk diatas *alumunium foil* dengan ukuran 12×18 cm. *Nanofiber* yang telah terbentuk dikarakterisasi untuk mengetahui morfologi dan diameter serat, sudut kontak terhadap air, gugus fungsi yang terbentuk, serta bentuk kristal.

a. Pengukuran Morfologi dan Diameter Serat

Morfologi dan diameter serat diamati dibawah mikroskop. Jenis mikroskop dibag menjadi 2, yaitu mikroskop optik dan mikroskop elektron. Mikroskop optik memiliki keterbatasan dan biasanya hanya dapat melihat sampel sampai dengan perbesaran $1000\times$, sehingga serat yang terlihat adalah serat dengan ukuran >1µm. Di sisi lain, SEM dapat melihat objek dengan ukuran <1µm – 100 nm. Pengukuran SEM dilakukan di laboratorium *Basic Science A* (BSC-A) FMIPA ITB Pengukuran diameter serat dilakukan dengan bantuan *software* ImageMIF. Metode pengukuran pada *software* dilakukan dengan memplot segmen garis yang sama pada citra sebanyak 200 kali. Pengukuran diameter dilakukan untuk mengetahui keseragaman serat yang ditentukan oleh nilai dari *coefficient of variation* (CV). *Coefficient if variation* adalah hasil perbandingan standar deviasi dengan diameter serat. *Nanofiber* yang dihasilkan dikatakan seragam jika nilai CV <0,3 dan jika >0,3 maka serat tidak seragam [33].

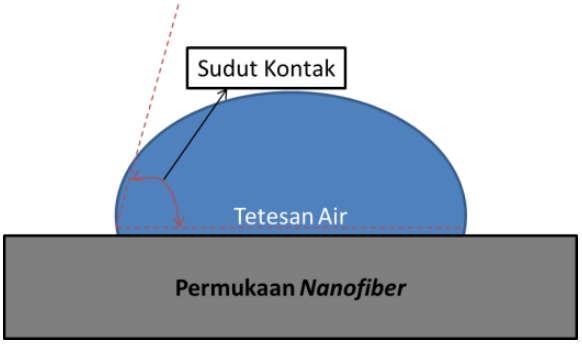
b. Uji Sudut Kontak

Pengujian sudut kontak terhadap air dilakukan untuk mengetahui sifat ketahanan air dari suatu material. Dimana suatu material dapat bersifat hidrofobik (tidak suka air) atau hidrofilik (suka air). Adapun parameter sifat material berdasarkan sudut kontak terhadap air ditunjukkan oleh Tabel 3.6. berikut.

Tabel 3.6. Sifat material berdasarkan sudut kontak terhadap air.

Sudut Kontak (^{o})	0	0 – 90	90-120	120-150	>150
Kategori	Super hidrofilik	Hidrofilik	Hidrofobik	Ultra hidrofobik	Super hidrofobik

Sudut kontak yang terbentuk pada permukaan *nanofiber* diukur menggunakan metode *sessile drop,* dimana air dijatuhkan ke permukaan *nanofiber* dengan ukuran 5µL. Pada pengukuran ini digunakan kamera yang dilengkapi oleh lensa yang berfungsi untuk membantu merekam gambar tetesan yang terbentuk di permukaan *nanofiber*. Gambar 3.3. merupakan ilustrasi dari sudut kontak terhadap air yang ditangkap oleh kamera. Pada *nanofiber* yang bersifat hidrofilik, tetesan air akan terserap oleh *nanofiber*. Sebaliknya, pada *nanofiber* yang bersifat hidrofobik tetesan air tidak terserap dan mengakibatkan sudut kontak yang terbentuk antara *nanofiber* dengan air bernilai tinggi. Contoh molekul hidrofobik meliputi alkana, minyak, lemak, dan zat berminyak pada umumnya [27]. Sehingga, menimbulkan gaya yaitu kohesi dan adhesi. Dimana kohesi adalah gaya tarik menarik antar molekul yang sama jenisnya. Sedangkan, adhesi adalah gaya tarik menarik antar molekul yang berbeda jenisnya [20].



Gambar 3.3. Ilustrasi hasil uji sudut kontak.

c. Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Pada penelitian ini, dilakukan uji FTIR untuk mengetahui gugus fungsi OH yang terbentuk pada *nanofiber*. Gugus fungsi OH pada komposit *nanofiber* PVP+CPO dapat menunjukkan sifat ketahanan *nanofiber* terhadap air. *Nanofiber* yang memiliki gugus OH akan berinteraksi bila diteteskan dengan air. Interaksi ini berupa penyerapan air oleh *nanofiber* tersebut. Terjadinya penyerapan air ini menunjukkan bahwa *nanofiber* tersebut bersifat hidrofilik. Namun pada *nanofiber* yang tampak menolak air, menunjukkan bahwa *nanofiber* tersebut bersifat hidrofobik.

Pada penelitian tugas akhir ini, karakterisasi FTIR menggunakan alat *compact* FT-IR *spectrometer* ALPHA II. Untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada *nanofiber,* spektrum *infra red* dianalisis oleh alat FTIR dengan bilangan gelombang yang digunakan berada pada rentang 500- 4000 $cm^{-1.}$. Hasil transmisi dari sampell yang di uji pada FTIR dianalisis ikatannya untuk mengetahui perubahan atau pergeseran pada struktur ikatannya.

d. Uji *X-ray diffraction* (XRD)

Penelitian tugas akhir ini menggunakan karakterisasi XRD untuk mengetahui bentuk kristal *nanofiber* yang telah disintesis. Hasil dari pengujian XRD dinyatakan dalam bentuk pola difraksi dengan besar sudut yang terbentuk hasil dari difraksi cahaya oleh kristal pada *nanofiber*.

Hasil pola difraksi XRD dapat dianalisis menggunakan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif umumnya adalah membandingkan pola difraksi hasil penelitian dengan referensi. Hasil dari analisis ini adalah mengetahui fasa penyusun kristal pada material tersebut. Sedangkan metode analisis kuantitatif umumnya digunakan untuk mencari nilai dimensi sel unit melalui perhitungan data puncak dan lebar puncak grafik. Hasil dari analisis ini adalah menghitung komposisi fasa penyusun material.

3.6. Tempat Penelitian

Penelitian tugas akhir dan pengujian sampel dilaksanakan di beberapa tempat. Secara detail ditunjukkan oleh Tabel 3.6. dibawah ini.

Tabel 3.6. Kegiatan penelitian.

No	Kegiatan Penelitian	Tempat Penelitian
1.	Pembuatan Larutan *nanofiber*	Laboratorium Fisika Material ITERA
2.	Pembuatan *nanofiber* dengan *electrospinning*	Laboratorium Fisika Material ITERA
3.	Uji Mikroskop Optik	Laboratorium Fisika Material ITERA
4.	Uji SEM	FMIPA ITB
5.	Uji Sudut Kontak terhadap air	Laboratorium Fisika Material ITERA
6.	Uji FTIR	Jakarta
7.	Uji XRD	Jakarta

3.7. Jadwal Kegiatan

Pelaksanaan kegiatan penelitian tugas akhir ini dimulai pada bulan juli 2020 sampai dengan agustus 2021. Adapun rincian dari kegiatan ditunjukkan oleh Tabel 3.7. sebagai berikut.

Tabel 3.7. Jadwal kegiatan penelitian.

No	Jenis Kegiatan	Jul.	Agst.	Sept.	Okt.	Nov.	Des.	Jan.	Feb.	Mar.	Apr.	Mei	Jun.	Jul.	Agst.
1	**Persiapan**														
	Studi literatur														
	Persiapan peralatan eksperimen dan bahan pendukung														
2	**Eksperimen**														
	Optimasi larutan PVP dan CPO														
	Proses pembuatan *nanofiber* dengan teknik *electrospinning*														
	Karakterisasi *nanofiber*														
3	**Pengolahan data**														
	Pengolahan data sifat fisik *nanofiber*														
	Pengolahan data sifat kimia dan farmasi *nanofiber*														
	Analisis data hasil pengukuran parameter proses *electrospinning*														
4	**Tugas Akhir Penelitian**														
	Penulisan Tugas Akhir														
5	**Seminar Proposal**														
6	**Sidang Tugas Akhir**														
7	**Publikasi Ilmiah**														