

## **BAB III**

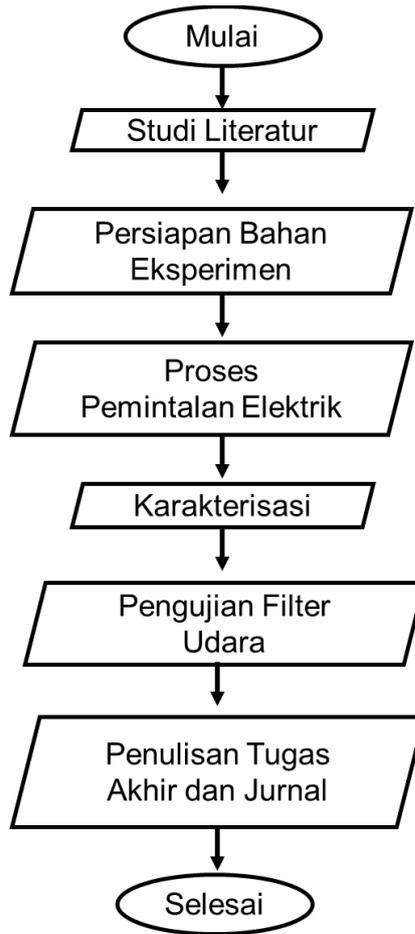
### **METODOLOGI PENELITIAN**

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

Gambaran umum penelitian ini adalah mensintesis polimer komposit PVP dan PAN dengan metode pemintalan elektrik. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pembuatan nanoserat PVP/PAN dan karakterisasinya untuk aplikasi penyaringan udara dengan menggunakan sistem pemintalan elektrik. Metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan cara menambahkan larutan PAN pada larutan PVP dengan beberapa variasi konsentrasi. Analisis hidrofobisitas dengan mengukur sudut kontak air akan dilakukan. Spektroskopi *Fourier transform infrared* (FTIR) untuk menganalisis gugus fungsional nanoserat komposit akan dilaporkan. Untuk menguji kinerja nanoserat komposit untuk penyaringan udara, dilakukan penyaringan partikel PM<sub>2.5</sub> yang dihasilkan dari asap hasil pembakaran.

#### **3.2 Tahapan Penelitian**

Gambaran setiap tahapan penelitian ini disajikan pada Gambar 3.1.



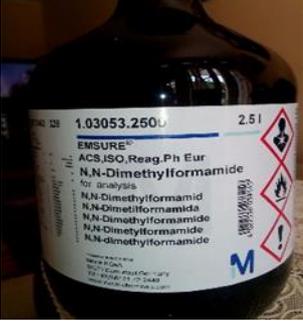
**Gambar 3.1** Diagram tahapan penelitian.

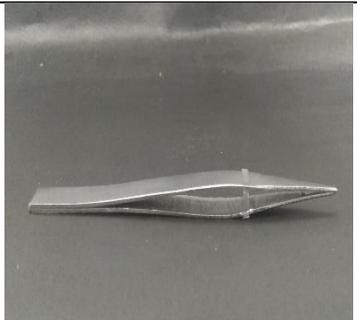
### 3.3 Alat dan Bahan Penelitian

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

*Tabel 3.1* Alat dan bahan penelitian

No.	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
<b>Bahan</b>		

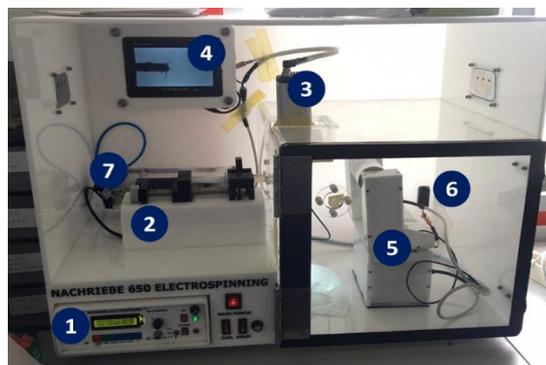
No.	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
1.	<i>Polyvinylpyrrolidone</i> (PVP)	
2.	<i>Polyacrylonitrile</i> (PAN)	
3.	<i>Dimethylformamide</i> (DMF)	
<b>Alat</b>		
1.	Gelas beaker	
2.	Pengaduk magnet	

No.	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
3.	Pipet tetes	
4.	Spatula	
5.	Botol vial	
6.	Pingset	
7.	Timbangan	

No.	Nama Alat dan Bahan	Gambar Alat dan Bahan
8.	Suntikan + Jarum	
9.	<i>Magnetic Strirer</i>	

### 3.4 Sistem Electrospinning Nachriebe 650

Peralatan pemintalan elektrik yang digunakan adalah Electrospinning Nachriebe. Gambar 3.2 menunjukkan sistem pemintalan elektrik secara keseluruhan.



**Gambar 3.2** Alat Electrospinning Nachriebe 650.

Keterangan :

1. Power supply tegangan tinggi,
2. *Syringe pump*,
3. Kamera,
4. LCD monitor,

5. Drum kolektor,
6. Sensor kelembapan,
7. Tabung *silica gel*.

#### **3.4.1 Power Supply Tegangan Tinggi**

*Power supply* 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 kelembapan udara dalam *chamber* pada nilai diinginkan yang ditampilkan dalam satu LCD.

#### **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.

#### **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.

#### **3.4.4 Pengatur Kelembaban**

Material *silica gel* berperan untuk menurunkan kelembapan udara di dalam *chamber* selama proses pemintalan elektrik, parameter lingkungan seperti kelembapan udara sangat menentukan dalam pembentukan serat. Kelembapan relatif udara yang baik dalam proses pemintalan elektrik berkisar antara 30-50% [28]. Maka dari itu diperlukan sistem yang dapat mengontrol kelembapan udara.

#### **3.4.5 Sistem Kamera Pemantau Terbentuknya Serat**

*Cone jet* adalah bentuk kerujut yang terbentuk diujung jarum akibat adanya gaya tarik elektrostatik 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.

### **3.5 Prosedur Pembuatan Nanoserat Komposit PVP/PAN**

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

#### **3.5.1 Parameter Larutan**

Sintesis nanoserat dimulai dengan membuat larutan PVP dan PAN dengan konsentrasi secara berturut-turut adalah 20% berat per berat dan 10% berat per berat. Nilai konsentrasi tersebut diperoleh dari studi literatur, dimana konsentrasi tersebut merupakan nilai yang optimal [11,36]. 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 3.2 Variasi Campuran PVP/PAN**

Perbandingan Larutan Larutan (%)		Massa Total Larutan Campuran (gram)	Massa Larutan (gram)	
PVP	PAN		PVP	PAN
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
70	30		7	3
0	100		0	10

### 3.5.2 Parameter Proses

Parameter proses pemintalan elektrik 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 table berikut ini.

*Tabel 3.3 Variasi parameter proses*

<b>Parameter</b>	<b>Variasi</b>	<b>Parameter yang dijaga tetap</b>			
Tegangan (kV)		Perbandingan Larutan PVP : PAN	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 7</li> <li>○ 9</li> <li>○ 11</li> <li>○ 13</li> <li>○ 15</li> </ul>	70 : 30	15 μL/menit	10 cm	90 menit
Laju Alir (μL/menit)		Perbandingan Larutan PVP : PAN	Tegangan	Jarak jarum terhadap kolektor	Waktu pemintalan
	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 10</li> <li>○ 15</li> <li>○ 20</li> <li>○ 25</li> <li>○ 30</li> </ul>	70 : 30	13 kV	10 cm	90 menit
		Perbandingan Larutan PVP : PAN	Tegangan	Laju alir	Waktu pemintalan
Jarak jarum terhadap kolektor (cm)	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 7</li> <li>○ 10</li> <li>○ 13</li> <li>○ 16</li> <li>○ 19</li> </ul>	70 : 30	13 kV	15 μL/menit	90 menit
		Perbandingan Larutan PVP : PAN	Tegangan	Laju alir	Jarak jarum terhadap kolektor

Parameter	Variasi	Parameter yang dijaga tetap			
Waktu Pemintalan (menit)	<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>	70 : 30	13 kV	15 μL/menit	10 Cm

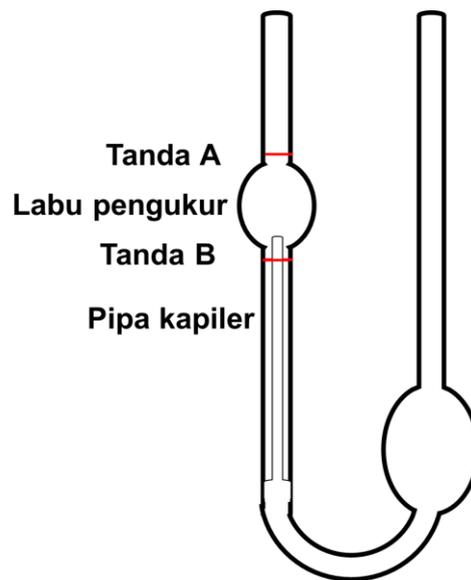
### 3.6 Karakterisasi Larutan dan Lembaran Nanoserat Komposit PVP/PAN

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

#### 3.6.1 Karakterisasi Larutan

Larutan yang telah homogen kemudian dikarakterisasi sifat fisis viskositasnya. Viskositas larutan diukur dengan menggunakan viscometer jenis Ostwald dengan merek Fenske, pengukuran akan dilakukan di laboratorium material Prodi Fisika ITERA. Viskometer Ostwald berkerja dengan konsep kecepatan alir suatu fluida dalam suatu pipa tabung. Semakin kecil kecepatan alir larutan, maka semakin besar nilai viskositas. Kegunaan Viskometer Ostwald mengukur waktu yang di butuhkan oleh sejumlah fluida tertentu untuk mengalir melalui pipa kapiler dengan gaya yang disebabkan oleh berat larutan itu sendiri. Larutan dengan volume tertentu diukur kecepatan alirnya dari tanda (A) ke tanda (B). Viskometer Ostwald dapat digunakan untuk menentukan nilai viskositas zat cair yang belum diketahui nilainya [37]. Penentuan nilai ini dilakukan dengan membandingkan nilai viskositas cairan pembanding yang sudah diketahui nilainya dengan cairan lain yang belum diketahui nilai viskositasnya.

Sebelum mengukur viskositas cairan, maka perlu dilakukan pengukuran terhadap massa jenis cairan ( $\rho$ ) dengan cara memasukkan bahan polimer yang sudah dicari massanya ke dalam air dengan volume tertentu, selanjutnya penambahan volume air diukur sehingga dihasilkan volume polimer tersebut. Massa jenis polimer dapat dihitung dari perbandingan massa dengan volume polimer.. Disamping itu, pengukuran waktu jatuhnya cairan pembanding (air) dari tanda A ke B ( $t_o$ ) juga perlu dilakukan terlebih dahulu. Viskometer Ostwald dapat dilihat pada gambar 3.8.



**Gambar 3.3** Viskometer Ostwald.

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) (0,89 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 (kg/m<sup>3</sup>)

$\rho_0$  : massa jenis cairan pembanding (air) ( $\text{kg/m}^3$ )

### 3.6.2 Karakterisasi Lembaran Nanoserat

Setelah proses pemintalan elektrik lembaran membran komposit nanoserat PVP/PAN dengan dimensi 12 x 18 cm akan diperoleh, selanjutnya akan dilakukan beberapa karakterisasi meliputi: morfologi dan diameter serat, ketebalan, kerapatan serat, porositas, gugus fungsional, uji kekuatan tarik 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 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.

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 200 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.

**c. 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. Alat FTIR yang digunakan untuk karakterisasi sampel nanoserat dalam penelitian ini yaitu Bruker tipe Alpha Platinum ATR A220/D-01 yang terdapat di laboratorium kimia analitik Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung. 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.

**d. 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 [38].

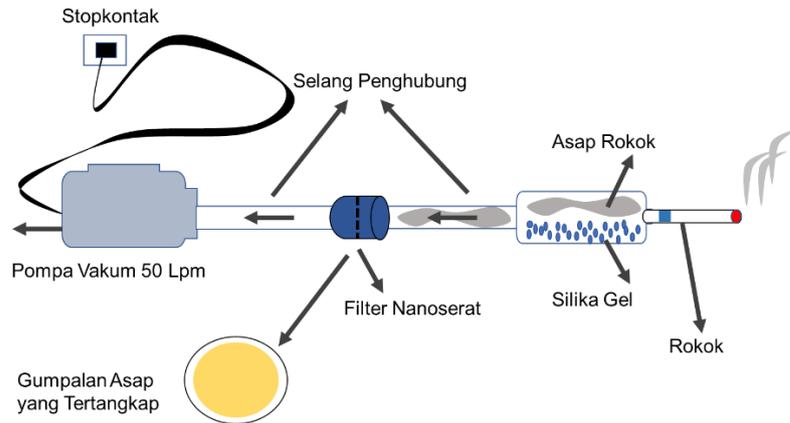
**Tabel 3.4** Kategori sifat material berdasarkan sudut kontakya terhadap air

No.	Sudut Kontak (°)	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*), dimana air dengan volume 5  $\mu$ L ditetaskan 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.

### 3.7 Pengujian penyaringan udara

Pengujian filter udara dilakukan dengan metode penyaringan asap rokok menggunakan alat berupa pompa vakum yang dihubungkan dengan selang. Pengujian dilakukan dengan mengalirkan asap rokok ke filter nanoserat yang dihisap oleh *pompa vakum* dan akan melewati tabung silika gel. Fungsi utama silika gel adalah sebagai pengering atau mencegah terbentuknya kelembapan yang berlebihan yang dapat merusak *nanoserat*. Pompa vakum digunakan untuk menyedot atau mengisap rokok dengan kecepatan 50 Lpm. Filter asap rokok dilakukan dengan variasi waktu dengan variasi konsentrasi *nanoserat*. Variasi waktu yang dilakukan yaitu 30 s, 60 s, 90 s, dan 120 s pada sampel A, B, C, D, E, F, dan G. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui massa gumpalan asap (kondesat) yang tersaring oleh *nanoserat*. Gambar 3.9 diilustrasikan metode penyaringan udara dengan asap rokok.



**Gambar 3.4** Skema alat pengujian filtrasi udara dengan asap rokok.

### 3.8 Tempat Penelitian

Adapun kegiatan penelitian beserta tempat penelitian yang dilakukan di laboratorium tingkat lanjut, yaitu

**Tabel 3.5** Kegiatan penelitian

No	Kegiatan Penelitian	Tempat Penelitian
1	Pembuatan Larutan	Laboratorium Material Prodi Fisika ITERA
2	Uji Viskositas	Laboratorium Material Prodi Fisika ITERA
3	Pembuatan Serat Dengan Pemintalan elektrik	Laboratorium Material Prodi Fisika ITERA
4	Uji Mikroskop Optik	Laboratorium Biologi ITERA
5	Uji SEM	FMIPA ITB
6	Uji Penyaringan Udara	Laboratorium Material Prodi Fisika ITERA
7	Uji FTIR	Glabs Bandung
8	Uji sudut kontak	Laboratorium Material Prodi Fisika ITERA

### 3.9 Jadwal Penelitian

Tahap penelitian ini akan dilaksanakan dari bulan Januari 2020 dan ditargetkan berakhir pada bulan Juni 2020. Secara detail jadwal dari rencana penelitian ini ditampilkan pada tabel 3.3 berikut ini.

*Tabel 3.6 Jadwal penelitian*

No	Jenis Kegiatan	Bulan								
		Jan.	Feb.	Mar.	Apr.	Mei	Jun.	Jul.	Ags.	Sept.
1	<b>Persiapan</b>									
	Pengadaan dan pembelian bahan material polimer PVP dan PAN									
	Persiapan peralatan eksperimen dan bahan pendukung									
2	<b>Eksperimen</b>									
	Pembuatan larutan PVP, PAN dan komposit PVP/PAN dan pengukuran sifat fisisnya									
	Proses pembuatan nanoserat dengan teknik									

	<i>pemintalan elektrik</i>								
	Karakterisasi lembaran nanoserat								
	Pengujian kinerja penyaringan udara								
<b>3</b>	<b>Pengolahan Data</b>								
	Pengolahan data distribusi diameter serat dan keseragamannya								
	Analisis data hasil pengukuran efisiensi penyaringan udara								
<b>4</b>	<b>Penulisan Tugas Akhir</b>								