

BAB III METODE PENELITIAN

1.1. Lokasi Penelitian dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis dan karakterisasi. Tahap sintesis dilakukan di laboratorium Riset Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Sedangkan tahap karakterisasi dilakukan di beberapa tempat diantaranya uji konduktivitas dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI, uji SEM dan XRD dilakukan di *Department of Advanced Material Engineering, Yeungnam University*. Sedangkan untuk uji FTIR, uji *Thermal Gravimetric Analysis (TGA)* dan uji kekuatan mekanik dilakukan di *Center for energy and Environmental Science, Shinsu University*, Jepang. Penelitian dimulai bulan Juni sampai Oktober 2018.

1.2. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas kimia 100 mL, 250 mL, 500 mL, ultrasonik, neraca analitik, spatula, gelas ukur 10 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 25 mL, pipet tetes, stirrer, cawan petri plastik, kaca arloji, magnetic stirrer, *micrometer skrup*, penangas listrik, batang pengaduk, mikropipet, pipet ukur 5 mL, pipet volum 25 mL, botol semprot, Digital Multimeter Metex untuk uji konduktivitas, Thermoscientific Nicholet 6700 untuk uji *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, SEM untuk uji morfologi menggunakan instrument Hitachi S-4800, Shimadzu EZ-EX-500 M untuk uji sifat mekanik, Rigaku.-D-MAX 2500 untuk uji *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan Hitachi 7200 untuk uji *Thermal Gravimetric Analysis (TGA)*.

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kitosan (*De-Acetylation* 87,5%), *Poly (vinil) alcohol fully hydrolyzed* p.a (MW approx. 60000) (Merck), Glutaraldehida 25% (Merck), Methanol, Asam sulfat, Asam asetat 98%, Akuades, *Graphene Oxide suspended (GO)* (metode *Hummer*), dan *Multi-Wall Carbon Nanotubes (CVD-MWCNT; 100 nm bundle size)*.

1.3. Metode Penelitian

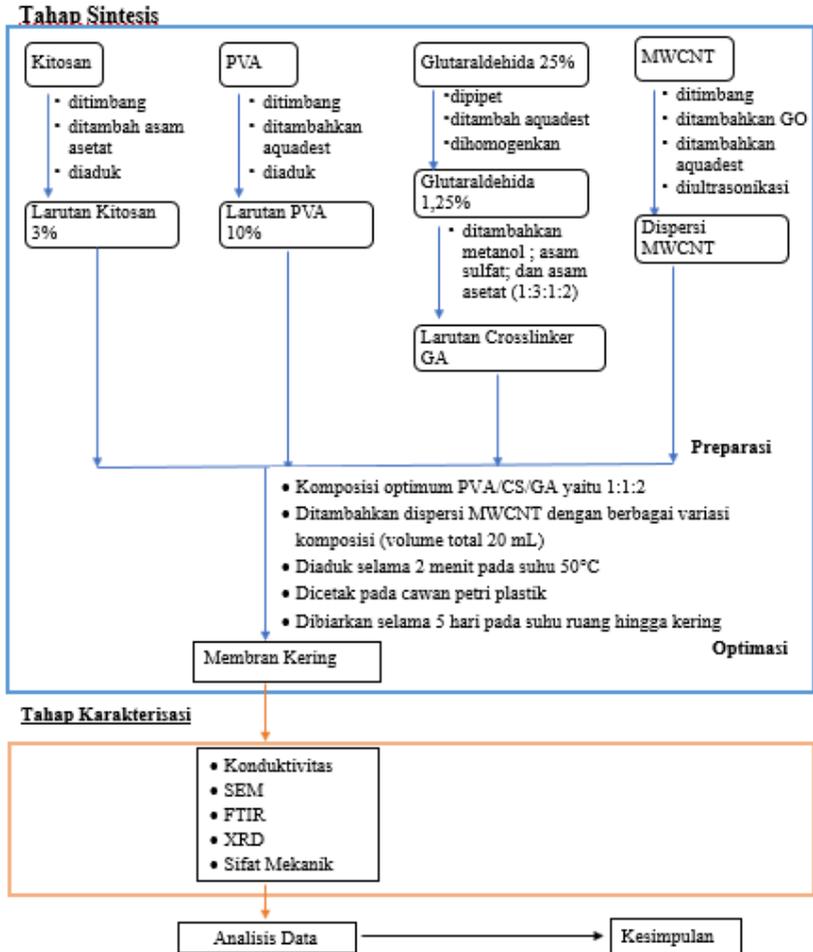
Penelitian ini dilakukan dengan 2 tahap yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan optimasi komposisi PVA/CS/GA/MWCNT. Karakterisasi film konduktif

Sofi Hanifah, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM KONDUKTIF NANOKOMPOSIT PVA/CS/GA/MWCNT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

dilakukan dengan menggunakan instrument FTIR, SEM, XRD, TGA, uji kekuatan mekanik (tensile strength dan % elongasi) dan uji konduktivitas. Secara garis besar penelitian ini diilustrasikan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Tahap Sintesis PVA/GA/CS/MWCNT

3.4.1.1. Tahap Preparasi

3.4.1.1.1 Tahap Pembuatan PVA 10% (w/v)

Sebanyak 10 gram serbuk PVA ditimbang, kemudian ditambahkan akuades 100 mL. Diaduk dengan menggunakan batang pengaduk pada suhu 80°C selama 3 jam hingga seluruh serbuk PVA larut.

3.4.1.1.2 Tahap Pembuatan Kitosan 3% (w/v)

Kitosan sebanyak 3 gram ditimbang, lalu ditambahkan asam asetat 98% sebanyak 2,04 mL, kemudian dilarutkan dalam akuades hingga 100 mL. Diaduk pada suhu ruang menggunakan pengaduk mekanik selama 1 jam.

3.4.1.1.3 Tahap Pembuatan Metanol 50%

Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.4.1.1.4 Tahap Pembuatan Glutaraldehida 1,25%

Larutan glutaraldehida 25% dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.4.1.1.5 Tahap Pembuatan Asam Asetat 10%

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 10,20 ml, dimasukan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.4.1.1.6 Tahap Pembuatan Asam Sulfat 10%

Larutan asam sulfat 98% dipipet sebanyak 10,20 mL, dimasukan kedalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi aquades, lalu ditambahkan aquades hingga volume mencapai 100 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.1.7 Tahap Pembuatan Crosslinker dengan Perbandingan 3:2:1:1

Larutan asam asetat 10%, ditambahkan larutan metanol 50%, larutan asam sulfat 10%, dan larutan glutaraldehida 1,25%, kemudian diaduk hingga homogen. Campuran dibuat dengan perbandingan 3:2:1:1.

3.4.1.1.8 Tahap Pembuatan Larutan MWCNT (Dispersi MWCNT dalam larutan GO)

Graphene Oxide (GO) ditimbang 1 gram kemudian ditambahkan 100 mL akuades. Diaduk dengan batang pengaduk hingga larut lalu

ditambahkan MWCNT sebanyak 0,001 gram dan dihomogenkan dengan ultrasonikasi selama 30 menit.

3.4.1.2. Tahap Optimasi

Komposisi optimum film PVA/CS/GA mengikuti temuan penelitian terdahulu (Septiani, 2017) dengan komposisi optimum 1:1:2. Larutan PVA/CS/GA diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 menit, pada suhu 50°C. Setelah itu, dispersi MWCNT pada berbagai ratio volume (0,25; 0,50, 0,75, dan 1) dalam koloid GO ditambahkan pada campuran PVA/CS/GA diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 menit pada suhu 50°C. Kemudian masing-masing komposisi dicetak pada cawan petri plastik sebanyak 20 mL dan dibiarkan selama 5 hari pada suhu ruang hingga film mengering.

3.4.2. Tahap Karakterisasi PVA/GA/CS/MWCNT

3.4.2.1. *Fourier Transform Spektroskopi InfraRed (FTIR)*

Pengujian FTIR ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang ada dalam komposit. Spektrum FTIR *thin film* PVA/CS/GA/MWCNT diukur pada rentang bilangan gelombang 4000-650 cm⁻¹ pada suhu kamar menggunakan instrumen ThermoScientific Nicolet 6700.

3.4.2.2. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan komposisi suatu bahan. Pada penelitian ini digunakan instrumen Hitachi S-4800.

3.4.2.3. *Kekuatan Mekanik*

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui kekuatan tarik (*tensile strength*) dan % elongasi dari sampel. Instrumen yang digunakan adalah Shimadzu EZ-EX-500 M dengan dimensi sampel 1 cm x 1 cm.

3.4.2.4. *Konduktivitas* (Irzaman *et al.*, 2010)

Pengukuran konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan multimeter. Untuk perhitungan nilai konduktivitas listrik sampel, data resistensi yang diperoleh dari multimeter menggunakan persamaan berikut (Panjang dan lebar sampel masing-masing 2x2 cm):

$$R = \frac{\rho L}{A} \quad (3.1)$$

$$\sigma = \frac{L}{\rho} \quad (3.2)$$

Persamaan 3.1 dan 3.2 dapat digabungkan, sehingga diperoleh persamaan berikut ini:

$$R = \frac{L}{(A.\sigma)} \quad (3.3)$$

$$\sigma = \frac{L}{(A.R)} \text{ atau } \sigma = G \frac{L}{A} \quad (3.4)$$

dimana R adalah tahanan listrik (Ω), L adalah panjang atau tebal sampel (cm), ρ adalah resistivitas bahan ($\Omega \text{ cm}$), A adalah luas permukaan (cm^2), σ adalah konduktivitas ($\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$ atau S cm^{-1}), dan $G = 1/R$ (Ω^{-1} atau S) adalah konduktansi.

3.4.2.5. *X-ray Diffraction (XRD)*

Salah satu metode karakterisasi dalam menentukan kristalinitas material adalah menggunakan alat instrumentasi *X-Ray Diffraction* (XRD). Metode ini mengidentifikasi fasa kristalin dalam material serta struktur kisinya. Penentuan kristalinitas dapat mengikuti persamaan Bragg dan Scherrer dengan melihat hubungan antara jarak interlayer dan kristalinitas sampel.

Persamaan Bragg:

$$n.\lambda = n.d.\sin \theta \quad (3.5)$$

dimana λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak *interface*/jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang pada bidang normal, dan n adalah orde pembiasan. Makin banyak bidang kristal dalam sampel, makin kuat intensitas yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu. Pada penelitian ini digunakan instrumen Rigaku., D-MAX 2500.

3.4.2.6. *Thermogravimetry Analysis (TGA)*

Uji TGA dilakukan untuk mengetahui sifat termal dari film yang telah disintesis dengan menggunakan instrumen Hitachi 7200. Analisa termal merupakan suatu teknik pengukuran perubahan sifat fisik dan kimia suatu sampel sebagai fungsi perubahan suhu. Pada TGA, perubahan berat sampel sebagai fungsi dari suhu maupun waktu direkam secara otomatis. Perubahan masa sampel dapat terjadi karena adanya dekomposisi, evaporasi, adsorpsi, atau reaksi dengan atmosfer (gas) yang digunakan. Untuk proses pengurangan massa (misalnya karena dekomposisi atau reaksi yang menghasilkan gas).