

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu : July 2024 s/d Desember 2024

Tempat : Penelitian tesis ini dilakukan di Laboratorium Sains Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Indralaya Sumatera Selatan.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

- a. *Electrospinning* berfungsi sebagai proses sintesis serat nano (*nanofiber*)
- b. Gelas standar laboratorium kimia *Pyrex* dan iwaki sebagai tempat meletakkan larutan-larutan.
- c. Rak tabung reaksi berfungsi sebagai tempat meletakkan tabung-tabung reaksi.
- d. Kertas saring dengan spesifikasi *whatman* berfungsi sebagai alas untuk menimbang bahan-bahan.
- e. Botol vial berfungsi sebagai wadah larutan polimer.
- f. Pipet yang berspesifikasi *Huawei H10* berfungsi sebagai mengambil larutan.
- g. Spatula berfungsi sebagai mengambil bahan.
- h. Batang pengaduk berfungsi sebagai mengaduk bahan.
- i. Cawan dan mortar berfungsi sebagai alat menghaluskan sebuah bahan.
- j. *Thermometer* berspesifikasi set testo 106 berfungsi sebagai pengukur suhu.
- k. Jarum suntik plastic berspesifikasi *Omened* berfungsi sebagai pengumpul dan pengambilan larutan penutup gelas *beaker*.
- l. Timbangan analitik berspesifikasi *MATRIX DJ203AA series* berfungsi sebagai mengukur masa bahan.

- m. *Hot-plate* berspesifikasi IKA C-MAG HS4 berfungsi sebagai memanaskan dan menghomogenisasi larutan.
- n. *Magnetic stirrer* berspesifikasi IKA C-MAG HS4 berfungsi sebagai pengaduk bahan pada *hot-plate*.
- o. *Furnace* berspesifikasi *burnstead thermolyne* berfungsi sebagai proses pemanasan polimer.
- p. *Freezer* berspesifikasi Panasonic berfungsi sebagai proses pendinginan polimer

3.2.2 Bahan Penelitian

1. *Pb (II)(Germany)* berfungsi sebagai analit atau zat aktif.
2. *Methacrylic Acid (MAA) (C₄H₄O₂)* berfungsi sebagai monomer fungsi pembentuk IIPs.
3. *Benzoil peroxide (BPO)* berfungsi sebagai inisiator reaksi pembentuk IIPs.
4. *Ethlyne glycol dimenthacrylate (EDGMA) (C₁₀H₁₄O₄)* berfungsi sebagai *cross-linker* pembentuk IIPs.
5. *Ethanol (C₂H₅OH)* berfungsi sebagai pelarut organik dan pembersih *template*.
6. *Methanol (CH₃OH) aquabidest (H₂O)* berfungsi sebagai pelarut murni.
7. Air deionisasi berspesifikasi aqua deoionisasi sebagai larutan pembersih *template*.
8. Asam klorida (HCL) CH₃CN) berspesifikasi KGA A DRAMSTADT 64271 berfungsi larutan pembersih *template*.
9. *Polyvinyl alcohol* sebagai prekursor *electrospinning*.
10. *Gelatin (C₁₀₂H₁₅N₃₁O₃₉)* sebagai reagen *electrospinning*

3.3. Alat Karakterisasi

Tabel 3.1 Instrumentasi Karakterisasi

Instrumentasi Karakterisasi	Fungsi	Rencana Lokasi Pengujian
	Digunakan untuk mendeteksi keberadaan gugus fungsi mengenali	

<i>Fourier transform infrared</i> (FTIR)	senyawa dan menganalisis sampel dari persentase transmisi perpindahannya. FTIR yang digunakan dalam penelitian ini adalah nicolet is10 FTIR spectrometer.	Universtas Gajah Mada (UGM) Yogyakarta
<i>Scaning Electron Microscope</i> (SEM)	Berfungsi untuk mengetahui ukuran kristal pada sampel. Alat xrd yang digunakan adalah XRD tipe rigaku miniflex 600	Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
X-Ray Diffraction (XRD)	Digunakan untuk mengamati struktur permukaan dan ukuran pori atau rongga pada sampel. alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah SEM TESCAN VEGA III	Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya.
<i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS)	Berfungsi untuk melihat gambaran mikroskopik dari morfologi permukaan sampel. Alat yang digunakan adalah AAS tipe hitaci flex SEM	Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi tiga tahapan :

1. Menyintesis polimer padatan Pb(II) dengan menggunakan metode *Cooling Heating*.
2. Pengangkatan *template* Pb(II) dari bahan polimer melalui proses ekstraksi menggunakan pelarut HCL.
3. Tranformasi morfologi polimer menjadi serat nano (*nanofiber*) dengan metode *electrospinning*.

3.5 Sintesis IIPs-Pb(II) dan Sintesis NF-IIPs Pb(II)

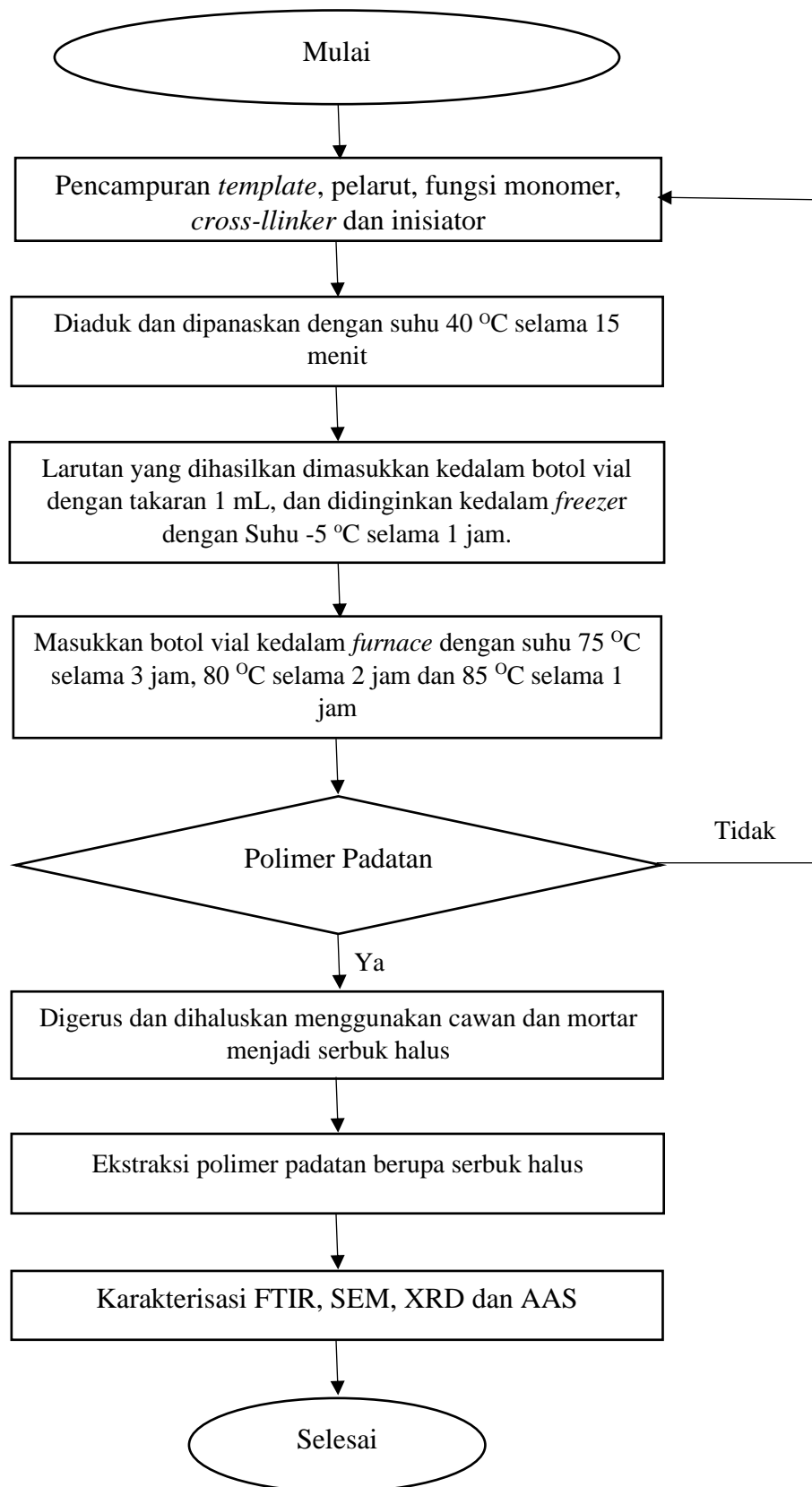
3.5.1 Sintesis Polimer Pb(II)

Material IIPs dan NIPs yang disiapkan untuk disintesis dengan metode *cooling heating*. Larutan ion logam Pb(II) dengan melarutkan 1 mmol (8M) dan Pb(II) (0.404g) lalu dilarutkan dalam 40 mL etanol sebagai pelarut Organik. Kemudian (0,4 mL) asam metakrilat (MMA) serta (3,96 mL) *etilen glycol dimetakrilat* (EDGMA) (Rousani et al., 2016) dan (0,07 gr) *benzoil peroxide* sebagai inisiator (Royani et al., 2020). Lakukan pengulangan yang sama terhadap IIPs dan NIPs. Pembuatan IIPs-Pb(II) adalah bahan yang digunakan sebagai

template dimasukkan ke dalam Gelas beker yang berisi larutan sesuai jenisnya masing-masing dan *aquabides* sebagai pelarut kemudian menambahkan (MAA) ke dalam larutan sampel yang berfungsi sebagai monomer fungsi, (EDGMA) sebagai *Cross-linker* dan (BPO) berfungsi sebagai inisiator. Setelah semua bahan dimasukkan ke dalam gelas beaker kemudian dilakukan pengaduan sambil dipanaskan dengan *magnetic stirrer* dengan suhu 40 °C selama 15 menit agar terlarut homogen sesuai penelitian yang sudah pernah dilakukan. Larutan pra-polimer kemudian dimasukkan ke dalam botol vial untuk didinginkan pada suhu -5 °C selama 1 jam di *freezer* untuk mengurangi kadar oksigen yang ada dalam larutan tersebut. Oksigen yang berada di dalam larutan dapat mengganggu saat proses polimerisasi sehingga bias yang menyebabkan gagalnya pembuatan polimer padat dimana melakukan proses pemanasan dengan memasukkan seluruh sampel pra-polimer dengan suhu yang dinaikkan berturut-turut mulai dari suhu 70 °C selama 3 jam, kemudian dinaikkan 80 °C selama 2 jam dan terakhir pada suhu 85 °C selama 1 jam untuk membentuk proses penguapan (Suci., 2020 ; Maimunah., 2020).

3.5.2 Ekstraksi Polimer IIPs Pb(II)

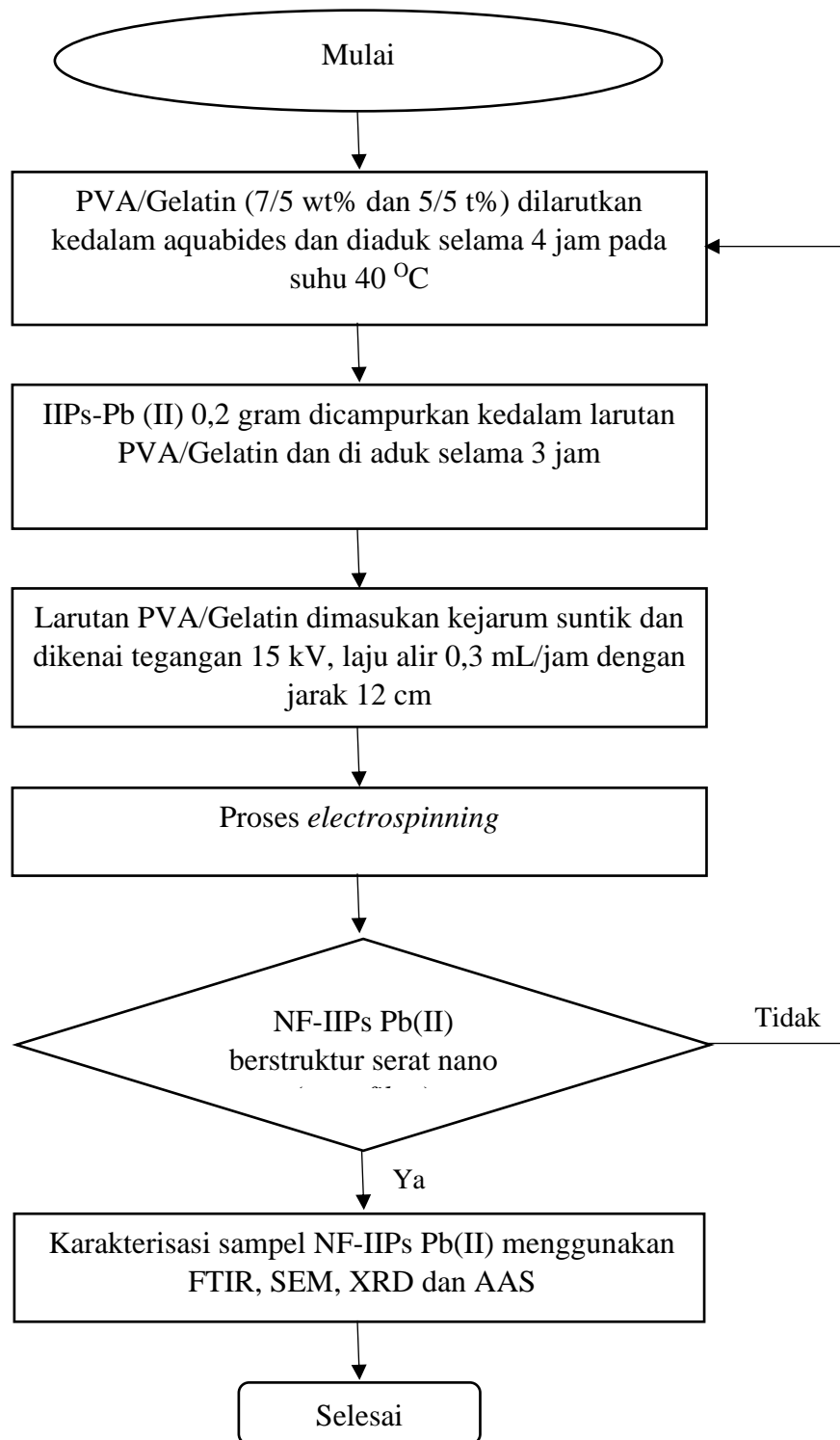
Proses ekstraksi dalam penelitian ini dilakukan beberapa Langkah-langkah yaitu, Polimer padatan yang dihasilkan akan digerus menggunakan cawan dan mortar, partikel polimer yang dicuci dengan masing-masing pelarutnya. Kemudian dilakukan pencucian berulang sebanyak 5 kali dengan merendam polimer selama 5 jam. Dilanjutkan dengan etanol sebanyak 8,5 mL sebanyak 5 kali selama 5 jam dengan air deonisasi sebanyak 15 mL berfungsi untuk membersihkan *template*. sampel polimer dicuci kembali dengan HCL sebanyak 15 kali perulangan selama 5 jam dengan konsentrasi (1M) 8 mL dan air deonisasi di tahap akhir selama 5 kali perulangan selama 5 jam sebanyak 15 kali perulangan juga. partikel polimer dimasukkan dalam oven dengan suhu 60 °C selama 1 jam setelah didiamkan suhu untuk mendapatkan partikel polimer yang kering (Zhu et al., 2019)



Gambar 3.1 Bagan Alir Sintesis IIPs-Pb

3.5.3 Sintesis NF-IIPs Pb (II)

Larutan prekursor *electrospinning* dibuat dengan mengombinasikan *poly(vynil alcohol)* (PVA) dengan gelatin. PVA dan gelatin dilarutkan kedalam aquabides dengan variasi konsentrasi PVA/Gelatin (7,5/2,5 wt% dan 5/5 wt%) dan diaduk menggunakan *hot plate* selama 4 jam pada suhu 40°C (Perez-Puyana et al., 2018). IIPs Pb (II) sebanyak 0,2 gram dicampurkan ke dalam masing-masing variasi konsentrasi larutan PVA/Gelatin, lalu diaduk menggunakan *hot plate* selama 3 jam. Larutan IIPs Pb (II) PVA/Gelatin dimasukkan ke dalam jarum suntik dan dipompa menggunakan injektor dengan laju alir 0,3 mL/jam. Drum kolektor dilapisi dengan aluminium foil dan dibuat berputar dengan kecepatan putar konstan sebagai tempat pengumpul material akhir. Tegangan sebesar 15 kV dihubungkan ke ujung jarum dan jarum suntik dengan jarak 12 cm dari kolektor (Rammika et al., 2011).



Gambar 3.2 Bagan Alir Sintesis Nf-IIPs-Pb (II)

3.6 Pengujian kinejra Adsorpsi Material

Menurut (Roushani et al., 2016), pengujian adsorpsi yang telah dilakukan meliputi, yang pertama yaitu dengan menambahkan 20 mg IIPs Pb (II) kedalam 30 mL larutan yang mengandung 10 ppm ion Pb (II) diaduk selama 1 menit. Tahapan selanjutnya lalu diamkan dengan jangka waktu 45 menit. Pada NF-IIPs Pb (II) juga dilakukan serupa sebagai pembanding namun disesuaikan massanya dengan ukuran gelas beaker. Selanjutnya konsentrasi Pb (II) dimasukan kedalam larutan seteah proses adsorpsi diukur menggunakan AAS.

3.7 Luaran dan Hasil Ekspektasi

Luaran dan hasil ekspektasi dari tiap tahapan penelitian yang dilakukan dan tahapan karakterisi material dilampirkan pada tabel (3.2)

Tabel 3.2 Luaran dan Hasil Ekspektasi

No	Tahapan penelitian	Sampel	Hasil Ekspektasi
1	Sintesis polimer Pb(II)	Polimer Pb(II)	Padatan dan bening transparan
		NIPs	Padatan dan bening mengkilap
2	Pencucian polimer Pb (II)	IIPs Pb (II)	Serbuk IIPs-Pb(II) berwarna putih
3	Sintesis NF-IIPs Pb (II)	NF-IIPs Pb (II)	Terkumpul material pada permukaan ujung kolektor dan hasil terkumpul pada drum yang dilapisi alumunium foil
4	Karakterisasi XRD	IIPs-Pb (II)	Terkonfirmasi puncak difraksi Pb(II) dengan intensitas rendah dibawah 300 cps
		NF-IIPs Pb(II)	Material yang berstruktur kristal dengan adanya puncak-puncak yang mengonfirmasi adanya PVA/Gelatin

5	Karakterisasi SEM	Polimer Pb-(II)	Partikel dengan tidak adanya rongga-rongganya.
		IIPs-Pb (II)	Memiliki jumlah rongga-rongga yang cukup banyak sekali.
		NF-IIPs Pb(II)	Diameter serat nano yang terukur dalam skala nano dengan permukaan halus dan kontinyu
6	Karakterisasi FTIR	NIPs	Menunjukkan gugus fungsi dari bahan sintesis.
		Polimer Pb(II)	Menunjukkan gugus fungsi senyawa yang mengonfirmasi zat aktif.
		IIPs-Pb (II)	Tidak ada lagi gugus fungsi yang dimiliki Pb (II) dan persen transmiansi yang tinggi.
		NF-IIPs Pb(II)	Menunjukkan gugus fungsi senyawa yang mengonfirmasi prekursor dan transmiansi yang tinggi.