

Buku Reff

By Agung Mataram

CHAPTER 1

PENGANTAR

1.1 Latar Belakang Penelitian

Pasar serat-serat karbon didominasi oleh serat yang terbuat dari polyacrylonitrile (PAN) sesuai dengan kombinasinya yang memiliki sifat mekanik yang baik (kekuatan tinggi, massa jenis rendah, dan kekuatan rusak tinggi (khususnya pada kekuatan tarik) dan biaya yang proporsional (Fitzer and Manocha, 2007). Kekuatan yang tinggi dan modulus serat karbon membuat serat sangat berguna sebagai pengikat atau penguat polimer, logam, karbon dan keramik, disamping serat-serat alam yang rapuh. Serat-serat karbon yang disiapkan dari serat PAN terdahulu dengan teknik konvensional hanya memiliki diameter berkisar 5-7 μm . besarnya biaya produksi yang terjadi selama produksi serat dikarenakan proses lamanya waktu proses pemanasan untuk menstabilkan dan mengkarbonisasi serat-serat terdahulu, dan lagi biaya merekayasa untuk mempertahankan tegangan di serat

selama proses stabilisasi (Fitzer and Manocha, 2007; Chung, 2001; Mallick, 2003)

Elektrospinning adalah metode terdepan dalam persiapan membran yang mengandalkan gaya elektrostatis untuk memproduksi serat dengan tipikal diameter yang berukuran nanometer antara larutan polimer ataupun cairan (Ji and Zhang, 2008). Ada beberapa industri penting yang memiliki aplikasi yang luas terhadap serat nano. Antara lain, dari peralatan olahraga sampai industri penerbangan dan antariksa (Gu *et al.*, 2008). Serat nano juga sama halnya dengan struktur nano satu dimensi lainnya, seperti *nanowires*, *nanotubes* and *molecular wires*, yang mendapatkan perhatian yang tinggi karena luasan panjang sampai perbandingan diameter yang dimiliki. Aplikasi serat nano yang potensial antara lain nano komposit, katalis dengan temperature tinggi, sampel untuk *nanotubes*, penyaring temperatur tinggi, baterai yang dapat diisi ulang kembali, super kapasitor dan aplikasi pada alas nano elektronik dan aplikasi lainnya (Moon and Farris, 2009).

Elektrospinning dengan polyacrylonitrile mampu memproduksi serat-serat dalam ukuran kisaran diameter nanometer atau "serat nano". Polyacrylonitril memperkankan laju pirolisis yang sangat cepat tanpa

banyak hambatan pada struktur dasarnya, hasil dari serat nano berupa kepentingan substansi ilmiah yang memiliki fleksibilitas besar, massa basis yang rendah, efektivitas biaya dan kepentingan komersil, sebagaimana bentuk dan sifatnya yang berbeda dari serat konvensional lainnya (Renuga *et al.*, 2006; Yordem *et al.*, 2008)

Tidak seperti teknik putaran serat konvensional lainnya (*wet spinning, dry spinning, melt spinning, gel spinning*), yang mana sesuai untuk memproduksi serat polimer dengan diameter hingga ke ukuran mikrometer, putaran elektrostatis atau elektrospinning adalah proses yang sesuai untuk memproduksi serat polimer dalam ukuran nanometer. Elektrospinning adalah proses yang produksi secara kontinyu serat polimer ultrafine yang melalui proses medan listrik eksternal yang dikenakan pada larutan polimer atau cairannya. Elektrospinning adalah proses yang terbaru dan efisien dalam proses fabrikasi yang dapat digunakan untuk menghimpun gelaran atau lembaran polimer berserat yang dikomposisikan untuk serat dengan ukuran diameter dari beberapa ukuran mikron sampai menuju yang terendah dari 100 nm. Belakangan ini, serat nano polimer sudah menjadi material yang atraktif untuk aplikasi skala besar karena luasnya permukaan serat nano polimer sampai perbandingan

volume dan keunikan bentuk atau arsitektur dari ukurannya yang nanometer, yang ditunjukkan pada Figure 1.1. satu lagi aplikasi yang mungkin dapat digunakan pada serat nano adalah penyaringan air. Untuk aplikasi ini menggunakan lembaran membran serat nano, yang dapat diproduksi. Lebih spesifik lagi, ini juga dapat digunakan untuk mikrofiltrasi. Yang memberikan permeabilitas yang tinggi untuk filtrasi air dari pada material konvensional yang digunakan (Thavasi *et al.*, 2008).

Dan lagi, sifat mekanik yang dapat ditingkatkan dengan elektrospinning. Elektrospinning dapat terhubung dengan sumber listrik yang tinggi, laju aliran yang rendah dan konsentrasi pencampuran yang tinggi (Saufi and Ismail, 2004). Secara mekanikal menggunakan serat PAN dapat diproduksi melalui elektrospinning, lebih cepat dari serat konvensional lainnya dan oleh karenanya, biaya yang lebih rendah, menjadi keluaran yang tinggi, yang berarti produksi sub mikro serat-serat karbon (Jie and Pei, 2009).

Membran mikrofiltrasi memiliki ukuran pori berkisar 0.1 dan 10 μm dan Tekanan Membran Perubahan (TMP) diantara 0.01 and 0.2 bar. Penggunaan membran ini memungkinkan untuk menahan padatan yang tersuspensi dan berdasarkan ukuran porinya, bahkan

mikroorganisme sekalipun seperti bacteria, ragi dan jamur. Penelitian sebelumnya telah mengindikasikan bahwa pada kasus untuk 0.45 μm ukuran sebuah pori log 2–log 4 dapat sampai mereduksi bakteri (Gomez *et al.*, 2006; Sadr *et al.*, 1999). Sebagai membran dengan ukuran pori kisaran 0.2 - 0.4 μm , sangat terlihat menarik untuk mengevaluasi kapasitasnya untuk menghilangkan bakteri. Dan lagi, penambahan kadar perak memfungsikan membran untuk menghilangkan patogen yang telah diteliti. Pengujian ini menunjukkan sistem aliran yang sedikitnya telah dilakukan diteliti sejauh ini untuk pengujian performansi penyaringan dan efisiensi disinfeksi pada perak yang telah dicampurkan pada membran serat nano.

Nano material telah menjadi prioritas peneliti pada bioteknologi; pertahanan dan industri semikonduktor secara partikular, ketertarikan aplikasi yang potensial dari nano teknologi, khususnya, pada jumlah substansi penelitian pada serat ukuran nano yang telah menjadi hubungan kebutuhan dari luasnya aplikasi perspektif seperti rekayasa jaringan (Bhattarai *et al.*, 2004; Jun *et al.*, 2009), membran (Anantha *et al.*, 2008), nanoresonator (Gruzintsev *et al.*, 2004), biomedical (Seema *et al.*, 2008) dan lapisan tipis hidropobik (Bin *et al.*, 2008)

Kontaminasi mikrobiologi dari sumber air telah lama menjadi fokus utama publik, sesuai dengan beberapa peneliti, ada beberapa jenis spesies bakteri yang masih ada (berkisar dari 10^2 sampai 10^4 mL⁻¹) dalam air yang limbahnya jernih atau baik. (Bonnélye *et al.*, 2008; Goldman *et al.*, 2009). Bakteri cenderung menuju ke permukaan dan sebagian besar tumbuh dengan mengorbankan akumulasi nutrisi dari fase air. Kontaminasi mikrobiologikal pada beberapa sumber seharusnya dapat dihindari dengan jumlah atau biaya berapapun dalam produksi untuk air minum, hanya dengan keterbatasan nilai dari bakteri (berdasarkan pada tipe bakteri) yang dapat diterima, proses pemisahan untuk menghilangkan kontaminasi tidak hanya bergantung pada mikroorganisme di alam saja, tetapi juga bergantung pada tingkat kemurniannya juga.

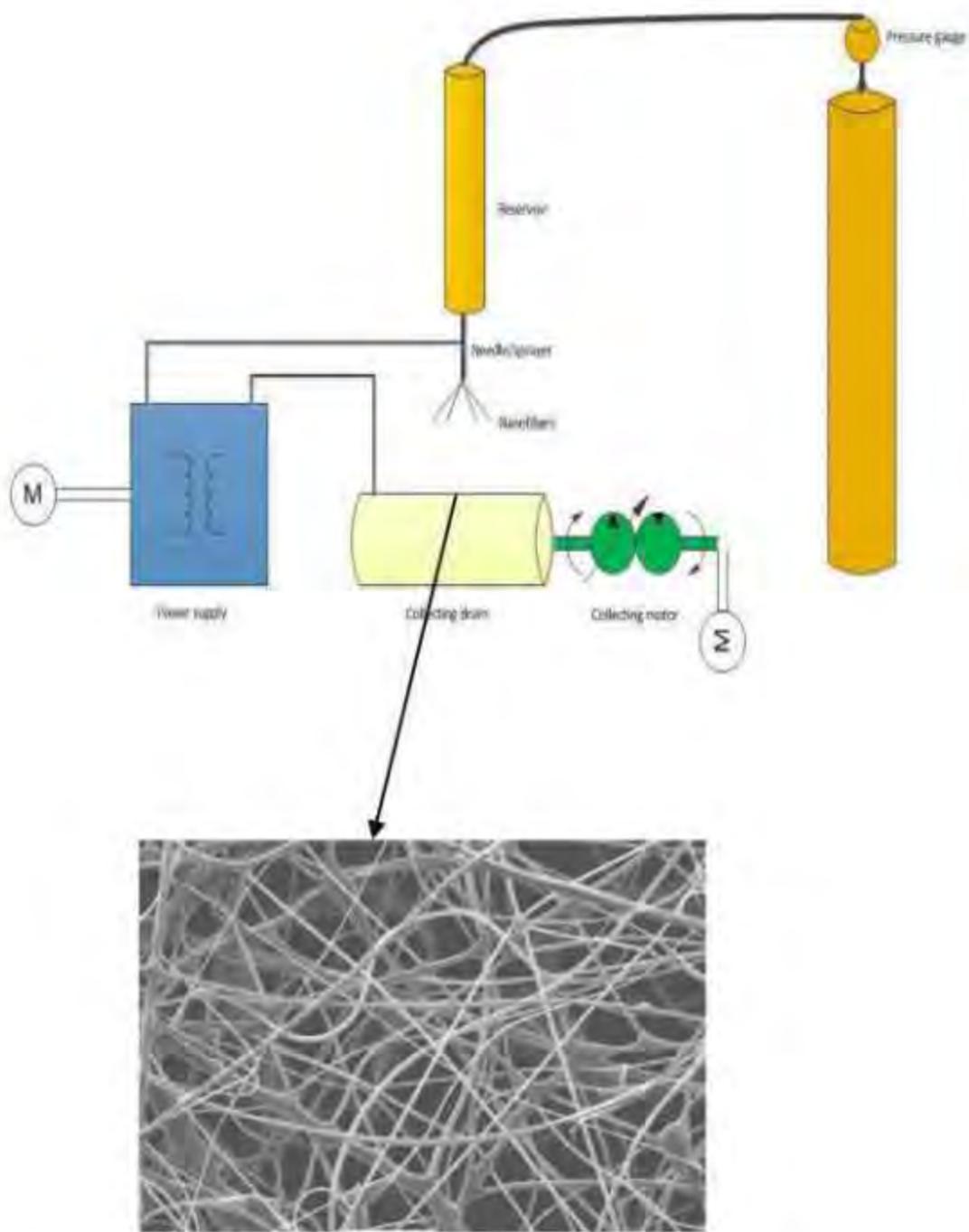


Figure 1.1: Prinsip Electrospinning dan gelaran serat yang dihasilkan (SEM picture)

Elektrospinning menggunakan gaya elektrostatis sebagai gaya yang mengarahkannya menuju ke *spin fibers*, dalam larutan proses elektrospinning, larutan polimer ditahan oleh tegangan permukaan pada saat ujung kapiler berada di medan listrik. Sebagai intensitas dari peningkatan medan listrik, permukaan hemispherical larutan didalam larutan pada ujung dari tabung kapiler melebar menjadi bentuk layaknya struktur kerucut, yang mana dikenal dengan nama kerucut Taylor (Shin *et al.*, 2005). Ketika telah sampai titik kritis dengan peningkatan tegangan, larutan yang telah bermuatan dilepaskan dari ujung kerucut Taylor, muatan pancaran tersebut bergerak menuju udara, pelarut menguap, melepaskan muatan serat polimer, yang mana secara random menyusun sendiri pada piringan pengumpul. Demikian, secara kontinyu serat tersusun hingga menjadi jaringan berserat.

Pada pekerjaan ini, serat nano yang dihasilkan oleh larutan elektrospinning dari larutan yang menggunakan polyacrylonitrile sebagai polimernya. Eksperimen yang dilakukan menggunakan polimer polyacrylonitrile dan jaringan elektrospun telah menunjukkan sifatnya yang sesuai. Eksperimen yang sesuai dan desain peralatan telah dibuat dalam urutan parameter proses penelitian. Parameter proses diperiksa termasuk konsentrasi dari

lautan polimer; voltase dan jarak pengumpulan antara dua elektroda. Parameter ini telah teroptimisasi dengan menggunakan Response Surface Methodology. Sifat secara struktur dari jaringan eletrospun telah memiliki karakteristik pengukuran diameter fiber dan distribusinya, orientasi fiber dan ukuran pori dan distribusinya. Penggunaan yang mungkin untuk membran serat nano elektrospun dalam penyaringan air berada pada dua perbedaan wilayah : pertama, membran untuk menghilangkan patogen dapat diaplikasikan sebagai membran untuk aktivitas antibakterial dan kedua, membran untuk mereduksi padatan suspensi, kebutuhan kimiawi oksigen, nitrogen ammonia dan ajuga penghilang patogen yang diaplikasikan sebagai unit mikrofiltrasi yang berdiri sendiri

1.2 Rumusan Masalah

Tidak seperti teknik putaran serat lainnya, yang mampu untuk memproduksi serat dengan diameter turun hingga ukuran mikron, putaran elektrostatis atau elektrospinning mampu memproduksi serat dengan diameter ukuran nano atau “serat nano”. Dalam elektrospinning, gaya elektrostatis yang digunakan ditambah dengan gaya mekanik untuk mengarahkan

proses pembentukan serat. Oleh karenanya, kontrol dari proses pada potensial listrik yang tinggi, laju aliran, jarak sekat dan konsentrasi menjadikannya sulit mengalami peningkatan.

Peraturan pemerintah terkait pembuangan air atau limbah air harus ketat dan minat dalam penghilangan bakteri dan juga kontaminasi zat organik yang berbahaya semakin meningkat. Kandungan dari Kebutuhan Kimiawi Oksigen (KKO) Total Padatan Tersuspensi (TPT) dan ammonia nitrogen ($\text{NH}_3\text{-N}$) harus mengikuti 'National primary discharged standar (P. U. (A) 434, Standart B, December 10, 2009, Malaysia) yang ditunjukkan pada Tabel 1.1 and Appendix H.

Tabel 1.1: Komposisi dari Air Limbah

Constituent, unit	National primary discharged standard (P.U. (A) 434, Standard B, December 10, 2009, Malaysia)
COD, mg/l	400
Suspended solid, mg/l	100
$\text{NH}_3\text{-N}$, mg/l	20

1.3 Sasaran Penelitian

Berdasarkan pada rumusan masalah, penelitian saat ini telah ditunjukkan dengan beberapa sasaran :

- (i) Untuk mengembangkan metode baru untuk produksi serat nano karbon aktif berbasis polyacrylonitrile dengan menggunakan proses elektrospinning.
- (ii) Mempelajari efek dari parameter elektrospinning secara struktur dan properties atau sifat dari serat
- (iii) Mempelajari pengaruh dari variasi secara simultan dari konsentrasi polimer dan parameter proses elektrospinning menggunakan Response Surface Methodology (RSM) untuk penyaringan berdasarkan pada penghilangan bakteri patogen

1.4 Batasan Masalah

Dalam rangka untuk mencapai sasaran diatas, batasan masalah penelitian antara lain :

- (i) Formulasi beberapa larutan pencampuran dengan perbedaan konsentrasi polimer untuk 15, 16, 17.5, 19 and 20 wt.% pada temperatur 50°C selama 24 jam
- (ii) Fabrikasi serat PAN dengan penambahan partikel nano silika (0, 0.5, 1 and 2 wt.% of PAN) menjadi wt.% Larutan PAN menggunakan sistem *dry-jet spinning*.
- (iii) Menggambarkan ciri serat PAN menggunakan *scanning electron microscopic (SEM)*, melemahkan refleksi *total fourier transform infrared spectroscopy (FTIR-ATR)*, dan mesin pengujian tarik
- (iv) Fabrikasi sistem elektrospinning untuk memproduksi serat nano PAN
- (v) Fabrikasi membran serat nano PAN dengan penambahan AgNO₃ (perak nitrat) pada konsentrasi 1 wt. %.
- (vi) Menggambarkan ciri serat nano PAN menggunakan *Scanning Electron*

Microscopic (SEM), kontak sudut, ukuran pori rata-rata, and penyerapan air

- (vii) Analisis efek dari parameter proses elektrosinning pada kualitas dari membran serat nano dengan menggunakan MRP untuk menjelsakan individualisasi dan efek interaktif pada beberapa variabel
- (viii) Investigasi performa dari membran serat nano elektrosipun dalam penyaringan air dalam hal aktivitas antibakterial dengan menggunakan metode kepingan difusi dan penghilangan bakteri via penyaringan suspensi bakterial, sesuai dengan performa dari pemisahan untuk penghilangan padatan tersuspensi, kebutuhan kimiawai oksigen dan nitrogen ammonia.

1.5 Fokus Penelitian

Fokus Peneltian dari penelitian adalah untuk mengembangkan serat ektrosipun terbaru untuk perlakuan limbah yang mana secara partikuler telah digunakan untuk penghilangan patogen. Banyak dari penelitan yang telah dikerjakan berhubungan dengan serat nano elektrosipun terutama yang dialamatkan pada penghilangan padatan

tersuspensi dalam air dan limbah air. Fokus dari penelitian ini adalah penghilangan bakteri, yang mana termasuk dalam langkah disinfeksi, menggunakan serat nano sebagai fokus utama. Membran antibakterial mengembangkan banyak langkah pilihan untuk perlakuan air untuk pembasmi yang berdiri sendiri dan disinfeksi bakteri. Hasil yang didapatkan pada penelitian juga menyediakan informasi pada penghilangan bakteri dan mekanisme pemusnahan bakteri yang mana menjadi acuan pilihan dengan efektivitas terbaik dalam perlakuan air yang tercemar. Kedepannya, informasi dalam perangkapan perak yang didapat dalam penelitian akan membantu dalam kasus yang berhubungan antara lain secara medical dan medan elektikal dimana perak teroptimasi dalam ikatan yang terlapisi dan konduktivitas material, masing-masing. Ditambah lagi, proses pengkondisian dari proses perlakuan dalam hal penghilangan bakteri telah dilakukan menggunakan tekanan serendah-rendahnya 0,1 Mpa

1.6 Tinjauan pustaka

1.6.1 Pemilihan Perintis

Pada area produksi serat karbon, serat-serat PAN hanya dapat dikenal sebagai perintis yang paling penting dan menjanjikan untuk memproduksi serat karbon performansi yang tinggi. Dominasinya mendekati 90% dari penjualan serat karbon dunia (Gupta and Harrison, 1996). Ada banyak sekali keuntungan dari serat-serat PAN. Termasuk derajat yang tinggi dari orientasi molekul, titik leleh yang tinggi (serat PAN cenderung mengurai dibawah titik leleh T_m of 317– 330 °C) dan serat-serat nano yang dihasilkan besar (Donnet and Bansal, 1984).

Bentuk dari serat-serat PAN secara termal stabil, struktur molekul terorientasi tinggi ketika dikenakan perlakuan panas temperatur rendah. Yang mana tidak secara signifikan terganggu selama perlakuan karbonisasi, ini berarti serat-serat karbon menghasilkan sifat mekanik yang baik (Donnet and Bansal, 1984). Satu yang menjadi masalah utama yang tidak didukung membran karbon atau serat berongga adalah kerapuhan. Dengan menggunakan PAN yang mana secara besar digunakan dalam produksi serat karbon kekuatan tinggi. Masalah ini dapat diminimalisir (Saufi and Ismail, 2002).

Schindler and Maier menjadi peneliti pertama yang termasuk dalam persiapan membran karbon PAN berdasarkan paten Amerika Serikat yang dipublikasikan pada tahun 1990 (Schindler and Maier, 1990). Mereka sudah menggunakan serat karbon berpori dengan sistem pirolisis gas nitrogen pada temperatur pirolisis 800 hingga 1600 °C. Sebelum praoksidasi dan karbonisasi, serat perintis yang dikenakan larutan hidrazin sebelum dilakukan perlakuan. Setelah pada tahun 1992, Yoneyama dan Nishihara dari rayon Mitsubishi, Jepang mempatenkan penelitiannya pada persiapan untuk membran serat karbon rongga berpori (Yoneyama and Nishihara, 1990).

Ada beberapa jenis dari tipe perintis (serat) untuk produksi dari serat karbon, yaitu polyacrylonitril (PAN), pitch (sisa produk dari pengolahan minyak), batubara, rayon dan perkembangan terkakhir dari serat-serat uap. ²⁶ Tabel 2.1 merangkum keuntungan dan kerugian dari serat-serat karbon yang seharusnya berguna untuk pemilihan perintis. ³⁴ Sebagaimana yang ditunjukkan pada Tabel 2.1 dan Tabel 2.2, PAN telah ditemukan sebagai perintis terbaik untuk memproduksi serat karbon performa tinggi sebagai mana banyaknya keuntungan seperti derajat orientasi molekul yang tinggi. Stabilitas termal, titik leleh yang tinggi sebaik dengan perbandingan biaya yang rendah

dibandingkan material perintis lainnya, karena alasan inilah, tidak heran mengapa serat-serat dasar PAN telah secara luas digunakan lebih dari 90 % produksi total karbon di dunia (Donnet and Bansal, 1984).

Walaupun serat PAN sangat mahal dari jenis serat rayon. PAN secara ekstensif sebagai sumber serat-serat karbon karena serat hasil karbon telah menghasilkan dua kali lipat serat dari rayon. (Gu *et al.*, 2008). Puncak serat-serat karbon memiliki sifat mekanik yang lemah atau lemah terhadap reproduksitas pada sifat seratnya, serat nano karbon sebagai material nano struktur satu dimensi lainnya (1D), sebagai contoh kawat nano (*nanowire*), tabung nano (*nanotubes*) dan kawat molekular (*molecular wire*), yang telah menerima perhatiannya meningkat karena panjang luasan ke rasio diameter. Seluruhnya dapat berpotensi menggunakan nanokomposit (Kostakova *et al.*, 2009), penyimpanan hidrogen (Im *et al.*, 2009), sampel tabung nano (*nanotube*) (Qiu and Yu, 2008), penyaring (Shin *et al.*, 2005), superkapasitor (Seo and Park, 2009; Ra *et al.*, 2009), dan pemasangan batas atas dari nanoelektronik dan potonik (Quan *et al.*, 2010).

Tabel 1.2: Keuntungan dan kerugian dari beberapa jenis produksi serat karbon perintis (Donnet and Bansal, 1984; Gu *et al.*, 2008).

Precursors	Keuntungan	Kerugian
Polyacrylonitrile (PAN)	<ol style="list-style-type: none"> 1. Derajat orientasi molekul yang tinggi 2. titik leleh yang tinggi 3. serat karbon yang dihasilkan tinggi (50% dari massa awal perintis) banyak terjadi penggadaan pada setiap rayonnya 4. Formasi dari temperatur yang stabil, struktur orientasi molekul yang tinggi ketika dikenakan perlakuan panas temperatur rendah, yang secara signifikan tidak mengganggu selama perlakuan karbonisasi dan temperatur tinggi 5. kekuatan tarik tinggi (100GPa yang telah terukur.) 6. modulus yang tinggi (1000Gpa yang telah tercapai 	Mahal

Pitch	<ol style="list-style-type: none"> 1. Pada fase menengah, perintis (Serat) memungkinkan persamaan sifat mekanik yang dicapai dari bahan PAN 2. Temperatur dan konduktivitas elektrik yang baik dibanding Serat karbon dasar PAN 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Kekuatan dan sifat modulus yang sedang 2. dari hasil keseluruhan lebih rendah dari PAN karena beberapa kehilangan dalam langkah konversi fase menengah 3. kesulitan untuk memintal dan menangani hasil reaksi serat, biaya yang tinggi diperlukan untuk membuat bubungan yang dapat berputar
Rayon	<ol style="list-style-type: none"> 1. Massa jenis rendah 2. Konduktivitas panas dan tegangan tinggi yang rendah 	Mahal
Serat uap	Struktur mendekati grafit	Kesulitan dalam kondisi proses

Diameter dengan ukuran nano menjanjikan permukaan dengan spesifikasi luas permukaan yang tinggi dan sifat fisik dan proses kompresi yang tahan lama (Park *et al.*, 2003; Yan *et al.*, 2003). Reneker *et al.* (2006). Diproduksi serat nano karbon dengan diameter berkisar 100 nm hingga beberapa mikro. Dari elektrospinning polyacrylonitrile dan fase menengah bubungan serat-serat perintis. Wang *et al.*, (2003); Kim *et al.*, (2008) and Zhou *et al* (2009). diproduksinya serat nano karbon dengan elektrospinning karbonisasi PAN serat nano, dan mempelajari struktur dan konduktivitasnya. Kim *et al.*, (2004)., diproduksinya karbon serat nano aktif dari PAN dasar atau pitch dasar serat-serat elektrospinning dan dipelajari sifat elektrokimia dari jaringan serat nano karbon sebagaimana elektroda untuk super kapasitor (Seo and Park, 2009).

Tabel 1.3: Sifat Mekanik yang umum ada pada karbon serat nano PAN dasar (Donnet and Bansal, 1984).

Manufacturer	Product Name	Tensile Strength (MPa)	Yield Modulus (GPa)	Strain to Failure (%)
Hercules Inc. (U. S. A)	AS-4	4000	235	1.6
	IM-6	4880	296	1.73
	IM-7	5300	276	1.5
Toray Industry (Japan)	T300	3530	230	1.5
	T800H	5490	294	1.9
	T1000G	6370	294	2.1
	T1000	7060	294	2.4
	M46J	4210	436	1.0
	M55J	3920	540	0.7
	M60J	3920	588	0.7
Amoco Corp. (U. S. A)	Thornel T600	4160	241	1.72
	Thornel T700	3720	248	1.83
Toho Beslon (Japan)	HTA-7	3840	234	1.64
	ST111	4400	240	1.8
Mitsubishi Rayon (Japan)	Purofil TI	3330	245	1.40
	Purofil TI	2550	353	0.7

1.6.2 Persiapan Serat Polimer

Serat-serat polimer atau perintis untuk fabrikasi serat-serat karbon harus disiapkan pada kondisi optimal dalam urutan untuk produksi serat karbon dengan kualitas tinggi. Dalam kasus serat-serat polimer kualitas rendah, proses pirolisis tidak dapat diharapkan untuk memuaskan produksi sifat membran karbon yang superior. Karena itu, serat perintis harus disiapkan dalam bentuk rusak untuk agar meminimalisir masalah dalam proses yang kemudian selama pembuatan serat-serat karbon.

PAN homopolimer telah jarang digunakan sebagai serat karbon perintis sejak serat inti mengalami kemunduran selama proses stabilisasi karena pelelehan parsial yang dikarenakan oleh proses oksidasi exothermik alam (Layde, 1972). Itu juga secara umum tidak baik yang bertujuan membandingkan pemintalan dengan kopolimernya yang mana makin larut pada pelarut dan sangat mudah untuk menangani dan penyimpanan (Bajaj *et al.*, 2002). Kelarutan PAN dan sifat termal dari serat PAN dapat ditingkatkan dengan penggabungan antara asam, netral atau gugus hidrofilik sebagai komonomer selama polimerisasi atau pemintalan pencampuran adiktif sebelum proses fabrikasi. Penambahan kopolimer ataupun adiktif telah sangat perlu dalam polyacrlonitril dasar serat

karbon formasi pencampuran. Penggabungan adiktif atau komonomer dapat meningkatkan pemrosesan sebaik sebagaimana pencelupan serat-serat (Bahrami *et al.*, 2003)

Homopolimer PAN mengandung golongan nitril polar yang tinggi, menghalangi penyelarasan rantai molekul makro selama pemintalan (terutama selama peregangan sebagai pemintalan serat-serat) Selain itu, stabilisasi oksidatif PAN homo-polimer terjadi pada suhu yang relatif tinggi, dan reaksi itu sulit untuk dikontrol karena perkembangan secara tiba-tiba dan cepat dari panas. gelombang panas ini dapat menyebabkan pemotongan rantai pasir molekul makro yang membuat serat-serat karbon yang dihasilkan secara mekanik lemah. Serat-serat karbon dengan kekuatan mekanik tertinggi telah diproduksi secara eksklusif dari kopolimer perintis PAN. komonomer biasanya mengandung kisaran 0.5 hingga 8 wt.%; tipikal komonomer termasuk asam (seperti asam itakonik), vinil ester (seperti metil methasilat) dan lainnya (Morgan *et al.*, 1995).

Dimasukkannya komonomer secara sebagian mengganggu interaksi nitril-nitril, memberikan kopolimer lebih mudah larut dalam pelarut yang memintal, sehingga orientasi rantai molekul makro yang lebih baik pada serat-serat perintis, dan membuat serat-serat yang terstabil dan

terkarbonisasi lebih struktural homogen (Liwen *et al.*, 2009).

Ada beberapa pelarut yang secara komersil digunakan untuk mempersiapkan larutan pencampuran komersil. ini termasuk ¹³ *sodium thiocyanate*, *dimethylformamide (DMF)*, *dimethylsulfoxide (DMSO)*, *dimethylacetamide (DMAc)*, *N,N-dimethylcarbonylchloride* ⁵² *(DMCC)* and *N,N-dimethyltrichloroacetamide (DMTCAc)* (Zheng *et al.*, 2003; Sancez-Soto *et al.*, 2001). Antara solven-solven ini, DMAc and DMF menunjukkan kelarutan yang baik dengan polimer PAN.

Sejumlah penelitian telah menunjukkan bahwa serat elektrospinning PAN harus memiliki karakteristik sebagai berikut; diameter kecil, kristalinitas maksimal, kandungan komonomer rendah, modulus tinggi untuk serat nano karbon dengan kualitas terbaik (Mittal *et al.*, 1997; Nju-NB *et al.*, 2009). modulus Young dari PAN serat nano perintis adalah parameter terbaik mewakili kinerja serat nano karbon karena ada korelasi langsung antara modulus Young dari perintis primer dan serat nano karbon yang dihasilkan (Chari *et al.*, 1981).

1.6.3 Kontruksi Modul

Bagian ini menjelaskan sistem yang digunakan untuk proses elektrospinning. Diagram desain peralatan dan desain eksperimental dari proses telah disediakan (Schindler and Maier, 1990). Garis besar umum dari peralatan adalah sebagai berikut

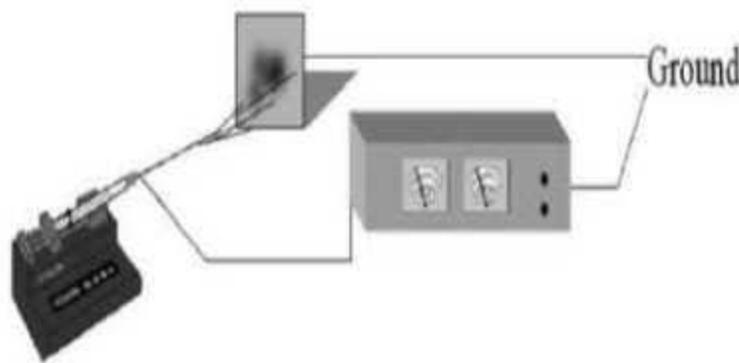


Figure 1.2: Diagram sistem larutan elektrospinning tipikal yang terdiri dari jarum suntik yang berisi larutan terpasang pada pompa jarum suntik, sumber tegangan tinggi dan stasioner, sasaran berada ditanah (Reneker *et al.*, 2000).

1.6.4 Desain dan Prosedur

Sistem elektrospinning pada dasarnya terdiri dari tiga komponen: reservoir polimer, suplai energi tegangan tinggi, dan kumpulan perangkat yang berada ditanah atau sasaran, seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.1. reservoir polimer terdiri dari polimer dalam larutan, atau dalam cair; penurunan independen dari larutan polimer

dilakukan pada akhir tabung kapiler melalui penggunaan pompa jarum suntik (digunakan untuk mempertahankan tekanan kembali konstan).

Elektroda, yang terhubung ke suplai tenaga tegangan tinggi, melekat pada ujung jarum suntik dan tegangan yang telah diterapkan. Muatan listrik berkembang pada permukaan cairan bebas dan berinteraksi dengan medan listrik eksternal yang mengakibatkan emisi pancaran cairan yang menipis karena mempercepat penurunan medan. Permukaan tetesan gantungan mendistorsi untuk membentuk tonjolan berbentuk kerucut dan pancaran langsung dikeluarkan dari permukaan tetesan sebagai konsekuensi dari kekuatan listrik; tonjolan berbentuk kerucut sering disebut kerucut Taylor (Reneker *et al.*, 2000). Penurunan medan selanjutnya, pancaran mengalami ketidakstabilan mendera yang mengarah ke lekukan dan peregangan dari pancaran; loop meningkatkan ukuran yang telah diamati sebagai ketidakstabilan yang berkembang (Kowalewski *et al.*, 2005).

Berikut parameter dan variabel proses mempengaruhi proses elektrospinning: (i) sistem parameter seperti berat molekul, distribusi berat molekul dan arsitektur (bercabang, linear, dll) dari polimer, dan

sifat larutan polimer (viskositas, konduktivitas, dielektrik konstan, dan tegangan permukaan, perubahan yang dilakukan oleh pancaran pemintalan) dan (ii) parameter proses seperti potensial listrik, tingkat, konsentrasi, jarak antara jarak kapiler dan kolektor, parameter lingkungan (suhu, kelembaban, dll), dan akhirnya gerakan layar sasaran (Jie and Pei, 2009).

Beberapa peneliti telah membahas rincian dari sistem elektrospinning yang telah dirancang dan dibangun. Sistem ini terdiri dari dua perangkat utama, penyemprotan dan perangkat pengumpul (Chronakis, 2005; Seema *et al.*, 2008).

1.6.4.1 Penyemprotan

Penyemprotan diatur seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.2, memiliki alat pemintal kaca dengan jarum dari diameter dalam tertentu (fraksi mm) diisi dengan larutan polimer. Larutannya diisi hampir setengah dari kaca spinneret, sehingga bagaimanapun kental larutannya, larutan tersebut dapat melewati alat pemintal karena berat/tekanan yang dimiliki. Larutan polimer diberi medan positif dengan bantuan suplai tenaga tegangan tinggi. Kawat terminal (elektroda logam) dari suplai tenaga tegangan tinggi dilakukan pada kaca spinneret dengan

bantuan pemegang karet. Kaca spinneret diletakkan pada ketinggian dari tanah dengan bantuan garolite stand dan telah pada sudut termiring ke tanah sehingga memudahkan penyemprotan serat pada permukaan drum (aluminium foil). Catu daya tegangan tinggi memiliki kapasitas mulai 0-40 kV dan tegangan dapat meningkat pada 1/10 volt kilo (kV). Drum Pengumpul ditempatkan tepat di bawah alat pemintal untuk mengumpulkan limbah larutan polimer dan liar muatan serat-serat yang menyimpang

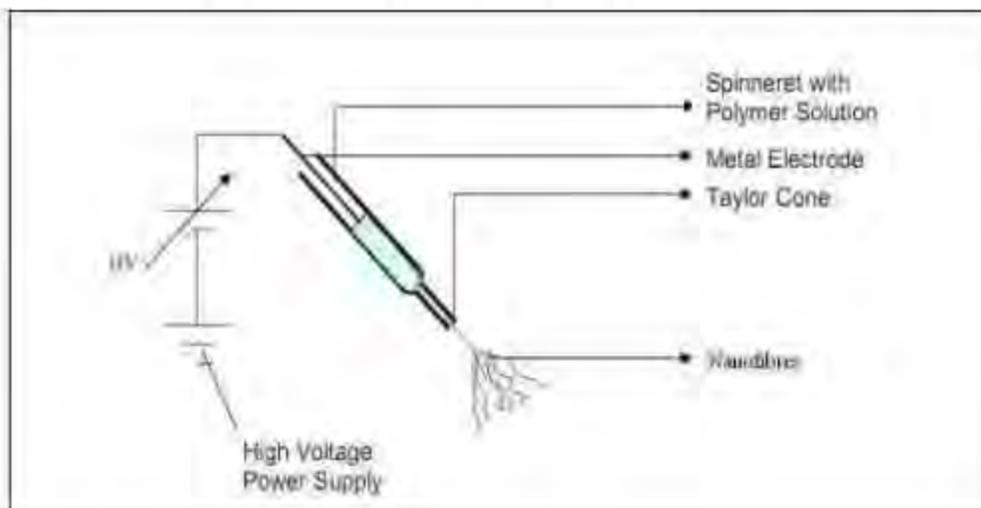


Figure 1.3: Skematik dari alat penyemprot serat nano

Kelompok kerja pada elektrospinning telah mengadopsi larutan yang berbeda untuk pakan larutan polimer. Beberapa hanya memilih untuk menempatkan kapiler tegak lurus, membiarkan cairan polimer jatuh dengan bantuan gravitasi dan meletakkan kolektor di

bawahnya (Koombhongse *et al.*, 2001). kadang-kadang kapiler dapat dimiringkan pada sudut yang didefinisikan untuk mengontrol aliran (Buer *et al.*, 2001). Dalam kasus lain, kapiler bersifat horizontal dan pompa digunakan untuk memulai penetasan, Pompa yang juga digunakan dalam kasus pakanan vertikal (Bognitzki *et al.*, 2000; Bognitzki *et al.*, 2001), elektroda dapat dimasukkan baik dalam cairan polimer atau ditempatkan ke ujung kapiler jarum suntik dengan jarum logam yang dikeluarkan

1.6.4.2 Perangkat Pengumpul

Sistem pengumpulan membran serat nano seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.3, termasuk drum silinder dengan drive eksternal. kolektor adalah drum silinder (misal panjang dan diameternya 8" dan 14"), terbuat dari pipa plastik (misalnya poli vinil klorida (PVC)). drum ditahan oleh poros pusat dan kaku ke bingkai kayu. Pipa plastik dan bingkai kayu digunakan selama pembangunan peralatan untuk menjaga sistem bebas dari logam. Bingkai kayu dibangun sedemikian rupa agar ada slot dalam bingkai. Ini memfasilitasi pergerakan drum baik ke atas atau ke bawah. Hal ini dilakukan agar posisi vertikal silinder dapat disesuaikan untuk mengubah jarak dari spinneret sesuai kebutuhan. drum melekat dengan piringan

logam (kuningan), pembungkusan yang terjadi menunjukkan penyelesaian sambungan listrik (ini telah dijelaskan dalam paragraf berikutnya dengan bantuan gambar yang sesuai). Sambungan listrik digunakan sebagai terminal negatif dari peralatan tegangan tinggi. Oleh karena itu drum silinder berfungsi sebagai terminal negatif dan dengan demikian membantu dalam proses pengumpulan serat yang lebih lanjut tersebut.

Satu sisi pipa (sisi kanan pada Figure 2.3) ditutupi dengan plat kuningan di keseluruhan lingkarannya. Sebuah batang logam ditempatkan pada alur dalam drum pada keseluruhan panjang yang tetap di salah satu ujung dengan plat kuningan dan ujung lainnya yang bebas. Batang logam membawa medan listrik yang diberikan oleh plat kuningan. Aluminium foil yang menyinggung drum, meliputi batang logam. Hal ini dilakukan untuk menjaga medan listrik yang sama di seluruh permukaan drum. Muatan negatif sistem berasal dari listrik tegangan tinggi yang di pasok ke plat kuningan dengan bantuan kawat sambungan dan pembungkusnya, yang melekat pada plat kuningan.

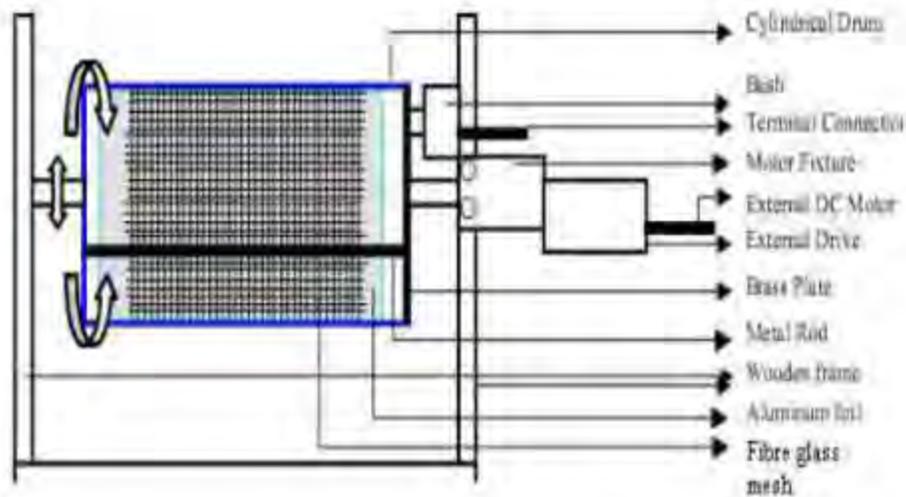


Figure 1.4: Perangkat Pengumpul elektrospinning membran serat nano.

1.6.5 Membran antibakterial untuk bakteri

Dalam perlakuan konvensional dari sumber air yang terkontaminasi, beberapa metode telah diterapkan untuk memberikan beberapa hambatan untuk penyebaran mikroorganisme patogen dan meminimalkan penyebaran penyakit yang ditularkan melalui air tersebut.

Di antara proses, teknik yang mudah dan diterima secara luas berhubungan dengan prinsip alam, yang menggunakan gaya gravitasi bumi untuk mengendapkan partikel/padatan tersuspensi (PT) dari suspensi. Proses ini mengkonsumsi energi yang rendah sehingga mengurangi biaya pengolahan. Namun, beberapa kekurangan dikutip

Vlaski (1998) adalah laju pemrosesan rendah yang hanya 1- 2 $\text{m}^3\text{m}^{-2}\text{hr}^{-1}$ ditambah dibutuhkan ruang yang besar yang menyebabkan besarnya biaya konstruksi yang dibutuhkan. Selain dari gaya alam, sedimentasi sebagai koagulan berfungsi mendorong agar memenuhi beban endapan yang tinggi. Sapuan koagulasi efisien hanya dapat dicapai pada dosis koagulan yang lebih tinggi. Bakteri berlendir yang berlebihan mengakibatkan penyaring mengalami penyumbatan yang merupakan kelemahan lain dalam sedimentasi (Horan and Mara, 2003).

Sedimentasi dan flokulasi lebih lanjut yang diperlukan untuk menghasilkan kualitas air yang baik, sedangkan penggunaan bubuk karbon aktif (PAC) yang mungkin diperlukan untuk menghilangkan rasa dan bau (Hagen, 1998). Dalam rangka untuk melengkapi proses pengolahan air konvensional, desinfeksi dilakukan dengan menggunakan disinfektan kimia atau metode fisik. Tujuan desinfeksi adalah untuk membuat suatu objek atau lapangan bebas dari infeksi di mana infeksi mungkin merupakan resiko bagi orang atau lingkungan (Gilbert dan Brown, 1995).

1.6.6 Disinfeksi air dan pengolahan air limbah

Penyakit yang disebabkan oleh bakteri patogen, virus, protozoa atau cacing dengan risiko kesehatan yang paling umum dan meluas berhubungan dengan air minum. Untuk alasan ini, Organisasi Kesehatan Dunia (WHO) telah menempatkan kepingan paling besar pada kualitas mikrobiologi air minum dan menekankan konsekuensi potensi kontaminasi mikroba yang sedemikian rupa sehingga kontrolnya tidak boleh dikompromikan (Gorchev, 1996). sumber air harus dilindungi dari kontaminasi oleh kotoran manusia dan hewan yang mengandung berbagai bakteri, virus, protozoa dan cacing patogen yang merupakan sumber penyakit yang ditularkan melalui air. Karakteristik sumber penyakit yang ditularkan melalui air utamanya tercantum dalam Tabel 2.3.

Penyakit yang ditularkan melalui air adalah penyakit yang dihasilkan dari pembuangan sanitasi yang tidak tepat pada kotoran manusia. Tinja orang sehat mengandung 1 sampai 1000 miliar per gram dari masing-masing kelompok berikut bakteri: enterobacteria (misalnya *E.coli*), enterococci, lactobacilli, klostridia, bacteriodas, bifidobacteria dan Eubacteria (Hammer dan Hammer Jr, 2008).

Dalam rangka memenuhi peraturan ketat Organisasi Kesehatan Dunia (WHO), metode disinfeksi (kimia dan/atau fisik) telah diadopsi dalam air dan pengolahan air limbah. desinfektan yang biasa digunakan tercantum pada Tabel 2.4 dengan beberapa resiko, keuntungan dan efisiensi melawan perbedaan kontaminan untuk perbandingan umumnya. Beberapa studi telah menunjukkan bahwa efisiensi UV sebagai metode disinfeksi itu sangat tergantung pada konsentrasi SS (Narkis *et al.*, 1995; Hurst, 1996; Blume *et al.*, 2002). Hal ini disebabkan fakta bahwa SS dapat melindungi bakteri melalui 'Perlindungan' cemeti yang mencegah cahaya UV dari penetrasi dan penghancuran oleh desinfektan (LeChevallier, 1988). Cahaya UV tidak dapat menembus partikel yang besar dari diameter $\sim 50 \mu\text{m}$, dengan demikian energi yang dibutuhkan akan meningkat secara drastis (Neis and Blume, 2003).

Table 1.4: Perbedaan antara bakteri, virus dan protozoa
(Madigan *et al.*, 2000).

Organisme	Ukuran	Deskripsi	Contoh (pada air)
Viruses	20-120 nm	agen biologis yang terdiri dari molekul-molekul asam nukleat dan jaringan protein	Enterovirus, coxsackievirus, echovirus, rotavirus, hepatitis A & B.
Bacteria	1-6 μm	Uniselular dan organisme dengan inti	<i>E.coli</i> , <i>Salmonella</i> sp., <i>Shigella</i> sp.
Protozoa	<i>Cryptosporidium</i> sp. (4-6 μm) <i>Giardia</i> sp. (panjang 8-12 μm) (lebar 7-10 μm)	Protozoa yang tunggal eukariota (organisme dengan sel yang memiliki nukleus) yang menunjukkan beberapa karakteristik biasanya berhubungan dengan hewan, terutama mobilitas dan heterotropi	<i>Giardia</i> duodenalis, <i>Cryptosporidium</i> sp., <i>Entamoeba</i>

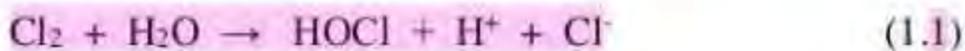
Table 1.5: Perbandingan Secara umum penggunaan disinfektan dalam pengolahan air (Asano *et al.* 2007)

Characteristics	Chlorine gas	Sodium hypochlorite	Chlorine dioxide	ozone	UV radiation
Deodorizing ability	High	Moderate	High	High	na [#]
Interaction with organic matters	Oxidizes organic matter	Oxidizes organic matter	Oxidizes organic matter	Oxidizes organic matter	Absorbance of UV irradiation
Corrosiveness	Highly corrosive	Corrosive	Highly corrosive	Highly corrosive	na [#]
Toxic to higher forms of life	Highly toxic	Highly toxic	Toxic	Toxic	Toxic
Penetration of particles	High	High	High	High	Moderate
Safety concern	High	Moderate to Low	High	Moderate	Low
Solubility	Moderate	High	High	High	na [#]
Stability	Stable	Slightly unstable	Unstable	Unstable	na [#]
Effectiveness as disinfectant					
Bacteria	Excellent	Excellent	Excellent	Excellent	Good
Protozoa	Fair to poor	Fair to poor	Good	Good	Excellent

Viruses	Excellent	Excellent	Excellent	Excellent	Good
Byproduct formation	THMs and HAAs	THMs and HAAs	Chlorite and chlorate	Bromate	None known in measurable concentrations
² Increases TDS	Yes	Yes	Yes	No	No
Use as a disinfectant	Common	Common	Occasional	Occasional	Increasing rapidly

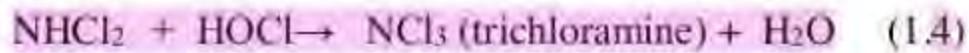
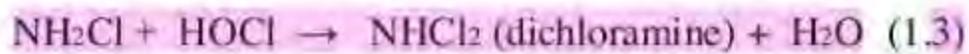
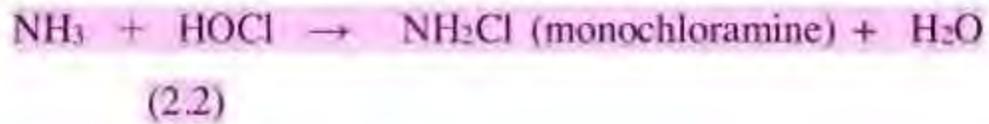
*na = not applicable

Perkembangan terakhir di bidang desinfeksi telah ditemukan untuk mencerminkan keragaman dan kompleksitas produk. Sebagai contoh, untuk klorinasi, klorin dalam bentuk bebas dapat bereaksi dengan sekelompok asam organik yang tersedia dalam air dan menghasilkan trihalomethanes (THM) (Asano *et al.*, 2007). Pada dasarnya ketika klorin dalam bentuk gas ditambahkan ke air, hidrolisis molekul akan terjadi dan asam hipoklorit (HOCl) akan terbentuk (²Smethurst, 1988):



²⁹ Karena asam hipoklorit adalah agen pengoksidasi yang sangat aktif, hal itu mungkin juga bereaksi dengan

derivatif nitrogen untuk contoh amonia dan bentuk chloramines;



Persamaan 2.1-2.4 adalah jalur yang menunjukkan DBP hasil pembentukan klorinasi. Aksi pembunuhan bakteri oleh klorin adalah karena aksi toksik langsung tidak hanya oleh klorin dalam bentuk bebas, tetapi juga oleh asam hipoklorit dan chloramines (Smethurst, 1988). Selain pembentukan DBP, Scholz (2006) juga menyoroti kelemahan dari klorinasi yang merupakan 'rasa klorin' air dan membutuhkan perawatan ekstra penyimpanan dan penanganan.

Pencegahan yang efektif dari pertumbuhan mikroba dalam sistem pengolahan air hanya dapat dicapai bila konsentrasi klorin terus menerus dan cukup tinggi dipertahankan. Namun, kondisi ini tidak dapat dilihat sebagai solusi akhir, mengingat masalah lingkungan

tumbuh dan peraturan perundang-undangan yang lebih ketat mengenai pembuangan air asin yang mengandung klor. Oleh karena itu, bahan membran dengan afinitas bakteri yang berkurang telah aktif diteliti (Fraser *et al.*, 2004). Penyelidikan oleh Hagen (1998) mengungkapkan bahwa saat ini desinfeksi dan filtrasi metode harus digantikan dengan proses filtrasi membran lebih cocok.

1.6.7 Teknologi Membran dalam Penghilangan Bakteri

Secara umum, membran adalah penghalang yang memisahkan dua fase dan membatasi transportasi dari berbagai jenis dengan cara tertentu ketika gaya pendorong diterapkan. Dengan kata lain, ketika gaya pendorong diterapkan, membran ditempatkan dalam sistem fluida akan mempertahankan salah satu komponen dengan cara penyaringan atau mekanisme pengeculian ukuran dan menghasilkan larutan yang dimurnikan. proses membran terdorong tekanan adalah reverse osmosis, nano, ultra dan mikrofiltrasi sekarang sedang banyak digunakan untuk pemurnian air alami dan limbah. Figure 2.4 menggambarkan berbagai ukuran pori proses membran tekanan terdorong yang digunakan untuk partikel yang terpisah dari berbagai ukuran.

Ultrafiltrasi (UF) adalah proses membran tekanan terdorong yang sifatnya terletak di antara nanofiltrasi dan mikrofiltrasi (MF). MF biasanya dikenal dan digunakan untuk pengurangan kekeruhan dan penghapusan padatan tersuspensi dalam ukuran perkiraan 1-30 μm (Li *et al.*, 2003). Sementara membran UF biasanya digunakan untuk menghapus beberapa virus, warna, bau, dan beberapa bahan organik alami koloid. Kedua proses memerlukan tekanan yang cukup rendah (1- 30 psi) untuk beroperasi, dan keduanya sekarang digunakan sebagai pretreatment dalam proses desalinasi seperti reverse osmosis, nanofiltrasi, dan elektrodialisis. Sebagai proses membran tekanan terdorong, membran UF biasanya memiliki struktur asimetris dengan tipis tapi relatif padat lapisan atas (ketebalan 0.1-1.0 μm), yang didukung struktur berpori (ketebalan \approx 50-150 μm) di mana ditangguhkan koloid dan partikel dalam berbagai ukuran perkiraan 10-1000 Å dipertahankan. Sebuah ilustrasi pada Figure 1.6 menyederhanakan konsep pemisahan di membran. Meskipun UF telah umum digunakan di pasar saat ini, perbaikan pada sistem yang tersedia masih diperlukan. Transportasi molekul atau partikel melalui membran terjadi karena gaya pendorong diterapkan. gaya pendorong ini didapat dari gradien potensial kimia, misalnya

konsentrasi gradien atau gradien pH; perbedaan tekanan; beda potensial listrik atau kombinasi dari ini (Mulder, 1991). Dalam penghilangan bakteri, transportasi bakteri umum terjadi secara konveksi, difusi (untuk bakteri kecil) dan kemotaksis (Corapcioglu, 1996). Kemotaksis adalah gerakan preferensial bakteri dalam menanggapi gradien kimia seperti daerah konsentrasi nutrisi yang lebih tinggi.

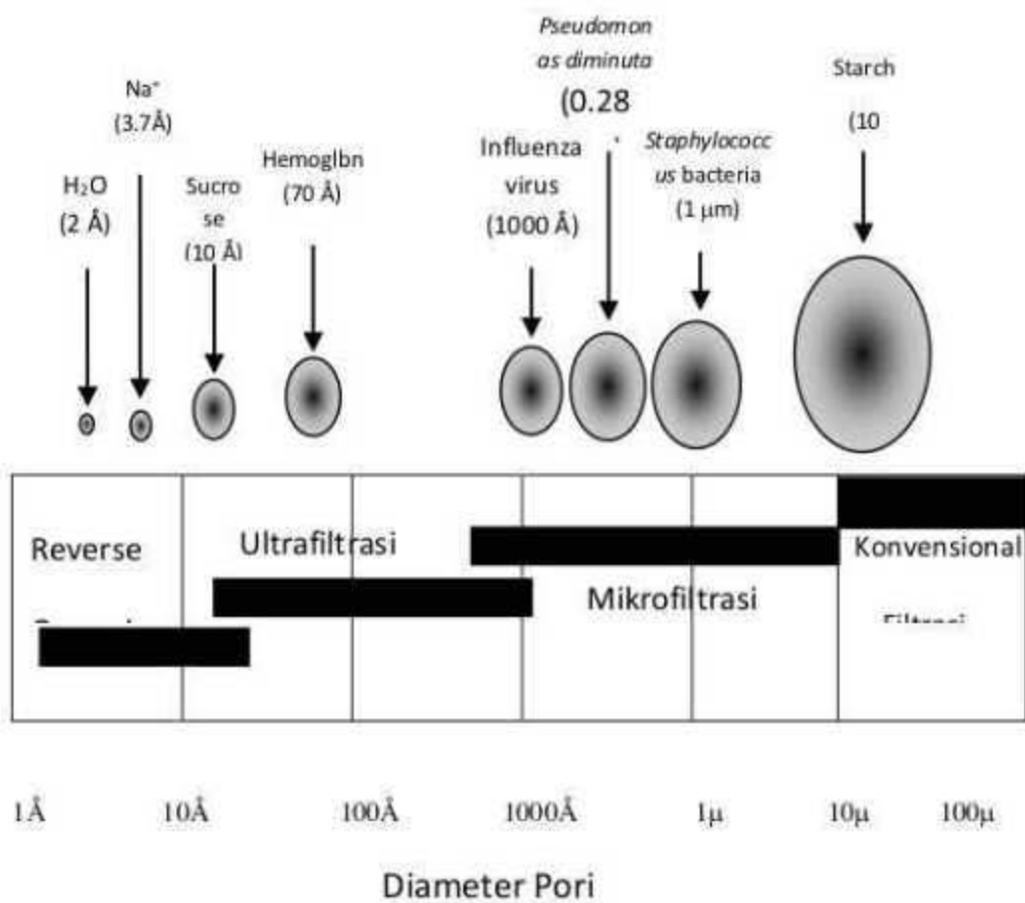


Figure 1.5: Proses Membran Tekanan Terdoroing yang diklasifikasikan secara prinsip oleh diameter pori rata-rata (Eykamp, 1995).

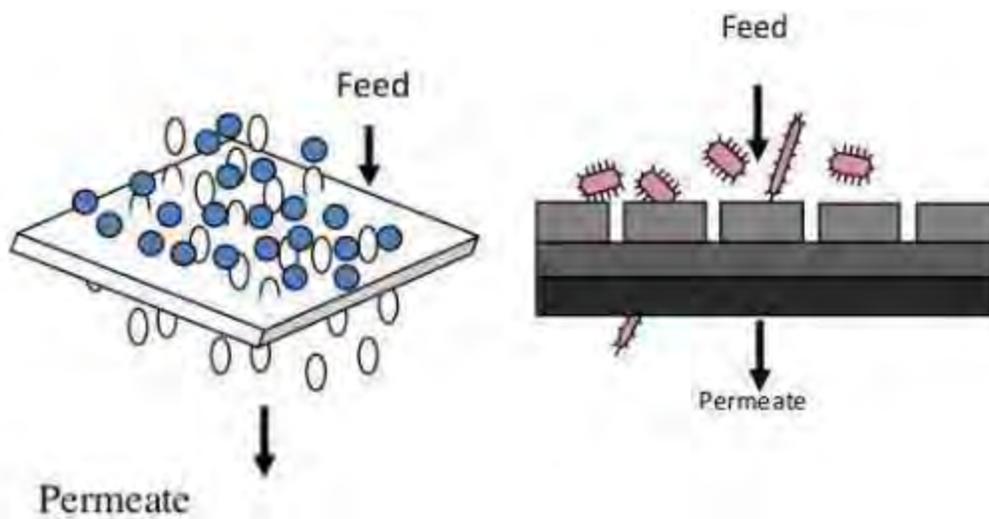


Figure 1.6: Konsep Sederhana skema pemisahan membran. Sebuah komponen yang diinginkan (air) diperbolehkan untuk melewati sementara komponen yang tidak diinginkan (bakteri) dipertahankan.

Ketika membran dengan ukuran pori yang lebih kecil digunakan atau jenis terlarut lebih besar perlu dipertahankan, tekanan yang lebih tinggi harus diterapkan dalam sistem operasi. Hubungan proporsional antara fluks membran dan gaya pendorong adalah:

$$\begin{aligned} \text{Flux} &= \text{Proportionality factor} \times \text{Driving force} \\ J &= A \times X \end{aligned} \quad (1.5)$$

dimana A adalah faktor proporsionalitas yang menentukan seberapa cepat komponen atau partikel diangkut melalui membran. Dengan kata lain, A adalah pengukuran resistansi yang diberikan oleh membran sebagai media difusi ketika gaya diterapkan pada komponen atau partikel.

Menurut Song dan Elimelech (1995), kecepatan murni sel bakteri normal ke permukaan membran sangat ditentukan oleh konveksi biasa dengan kontribusi kecil oleh koreksi tangensial dan difusi Brown. Profil gaya interaksi menyarankan bahwa agregasi ditingkatkan dalam medium asam meskipun tingkat deposisi bakteri yang lebih rendah. Model yang dipelajari juga menyarankan bahwa peningkatan kecepatan permeasi mengakibatkan laju deposisi bakteri yang lebih tinggi.

1.6.8 Keuntungan dari membran antibakterial pada metode penghilangan bakteri lainnya

Membran konvensional telah dioptimalkan ukuran porinya dan sifat membran lain seperti hidrofilitas untuk menghilangkan bakteri. Keuntungan utama dari membran antibakterial adalah tindakan antibakterial ditingkatkan oleh agen antibakterial yang dimasukkan. Permeabilitas pada

membran antibakteri dalam dan luar akan menyebabkan pelepasan zat antibakteri dan akhirnya mengganggu dinding membran sel bakteri. Oleh karena itu, penghilangan bakteri dengan mempertahankan mereka pada permukaan membran, membran antibakteri menawarkan penghilangan (melalui rentang ukuran pori yang cocok) dan desinfeksi dalam sistem yang mandiri.

Akibatnya, pembentukan biofilm dapat secara substansial terhambat dan biofouling dapat terhambat. Pembentukan permukaan halus dan membran anti pengikutan adalah nilai lain tambah yang kemudian meluaskan membran antibakteri sebagai calon yang menjanjikan dalam penghapusan bakteri untuk pengolahan air limbah. Telah diusulkan bahwa energi interaksi antara partikel koloid dan permukaan membran kasar telah sesuai dengan variasi lateral sehingga partikel akan memiliki kecenderungan lebih besar untuk menumpuk (Rizwan dan Bhattacharjee, 2007). Sebaliknya, permukaan halus mengurangi atau menghilangkan dsetiap daerah non-pengontakan yang meningkatkan batas interaksi energi penghalang antara partikel koloid dan permukaan membran (Hoek *et al.*, 2003).

CHAPTER 2

METODOLOGI

Bab ini menguraikan lima langkah utama yang termasuk dalam pengembangan membran serat nano PAN untuk pengolahan air limbah, seperti yang tercantum di bawah ini:

- (i) Desain dan persiapan sistem elektrospinning
- (ii) Pemilihan Material;
- (iii) Optimasi variabel proses persiapan membran menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) atau Metode Respon Permukaan dalam rangka untuk menggambarkan efek individu dan interaktif dari variabel-variabel tersebut
- (iv) Karakteristik pinal membran serat nano;
- (v) Evaluasi dari perfoma fabrikasi membran dari pengolahan air limbah;

Bab ini menguraikan penelitian termasuk penggambaran dalam skema desain eksperimental pada Figure 2.1. Bagian 2.1 menggambarkan desain dan

pengaturan sistem electrospinning. Bagian 2.2 menjelaskan pemilihan bahan untuk penyusunan membran yang mengandung polimer, pelarut dan aditif. Pada bagian 2.3 menggambarkan persiapan membran serat. Pada bagian 2.4 menggambarkan efek dari parameter pemintalan pada kinerja membran dalam pengolahan air limbah dijelaskan umumnya dengan menggunakan RSM/MRP. Parameter electrospinning optimum juga disajikan dalam bagian ini. Pada bagian 2.5, membran dibuat dicirikan dalam hal perembesan air, sudut kontak dan ukuran pori. Fourier transform infrared (FTIR), Scanning mikroskop elektron (SEM), Kebutuhan Oksigen Kimiawi (COD/KOK), Total Padatan Tersuspensi(TPT/TSS), nitrogen Amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dan penghilangan *e. coli* juga berhubungan. Bagian 2.6 memberikan kinerja membran elektrospun serat nano untuk pengolahan air limbah.

Dalam rangka mencapai tujuan dan untuk mendapatkan hasil yang memuaskan untuk penelitian ini, beberapa pedoman yang diikuti. Figure 2.1 menguraikan desain penelitian yang digunakan dalam penelitian ini.

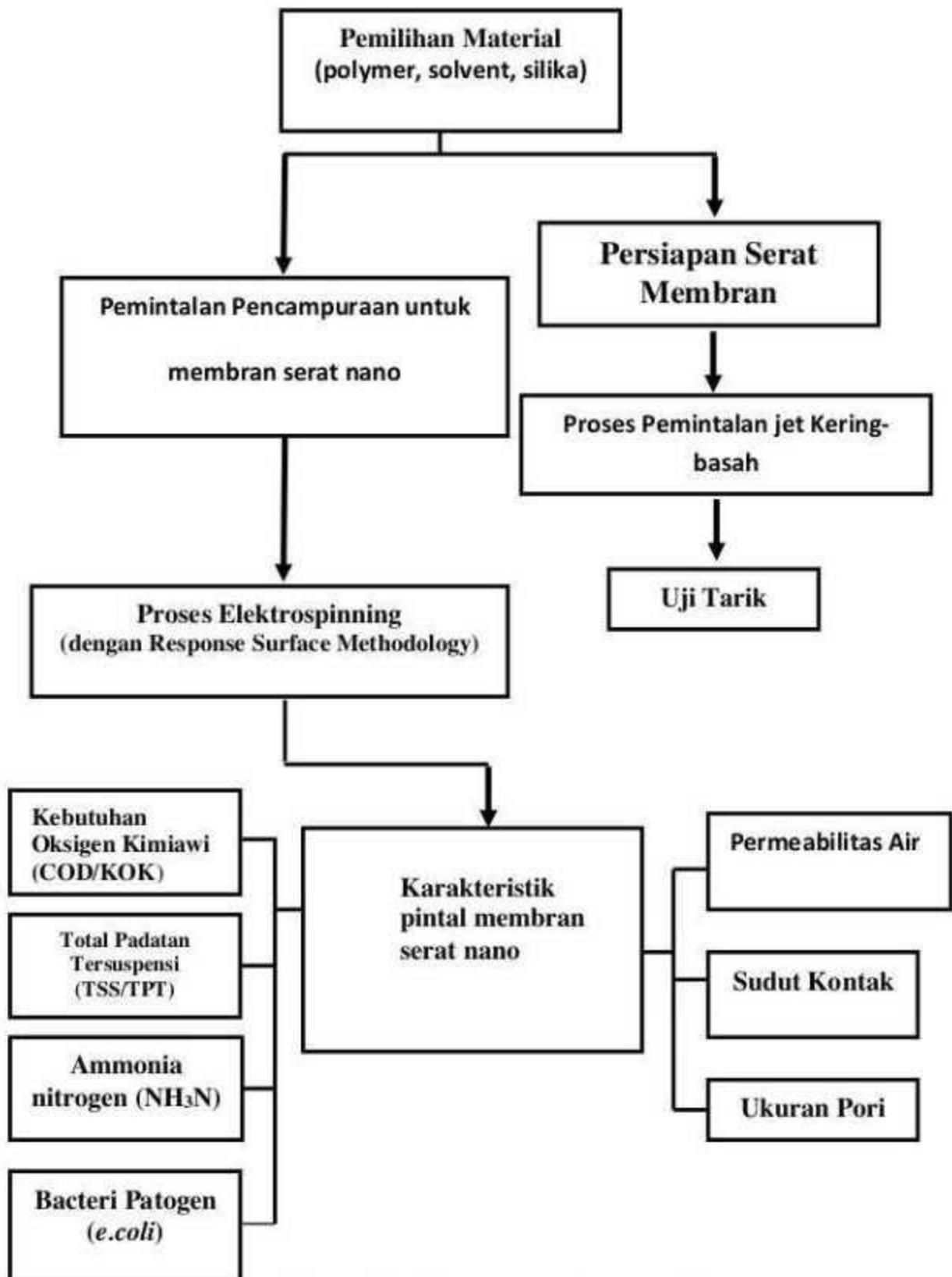


Figure 2.1: Skema prosedur penelitian

2.1 Sistem Elektrosinning

Bagian ini menjelaskan peralatan yang digunakan untuk proses elektrosinning, gambaran lengkap dari desain peralatan dan desain eksperimental dari proses. Garis besar umum dari peralatan yang digunakan.

Aparatus elektrosinning terdiri dari tiga komponen: reservoir polimer, suplai tenaga tegangan tinggi, dan Perangkat Pengumpul yang tertanam atau target, seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.2 dan Lampiran B. Reservoir Polimer terdiri dari polimer dalam larutan, atau dalam bentuk cair ; penurunan independen dari larutan polimer dilakukan pada akhir tabung kapiler melalui penggunaan pompa jarum suntik (digunakan untuk mempertahankan tekanan kembali konstan).

Elektroda, terhubung ke suplai tenaga tegangan tinggi, yang melekat pada ujung jarum suntik dan tegangan yang dipakai. Muatan listrik berkembang di permukaan cairan bebas dan berinteraksi dengan medan listrik eksternal yang mengakibatkan emisi jet cairan yang menipis karena mempercepat area bawah. Permukaan tetesan butir mendistorsi untuk membentuk tonjolan berbentuk kerucut dan pancaran langsung dikeluarkan dari permukaan tetesan sebagai konsekuensi

dari gaya listrik; tonjolan berbentuk kerucut ini sering disebut kerucut Taylor. Lebih jauh area bawah, pancaran mengalami ketidakstabilan mendera yang mengarah ke pelekukan dan peregangan pancaran, loop meningkatkan ukuran yang diamati sebagai ketidakstabilan yang berkembang.

Berikut parameter dan variabel proses mempengaruhi proses elektrospinning: (i) berat molekul, distribusi berat molekul dan arsitektur (bercabang, linier, dll) dari polimer, dan sifat larutan polimer (viskositas, konduktivitas, dielektrik konstan, dan tegangan permukaan, perubahan yang dilakukan oleh pancaran pemintal) dan (ii) potensial listrik, laju aliran, konsentrasi, jarak antara jarak kapiler dan kolektor.

Penelitian ini telah membuka rincian dari aparatus untuk mencapai tujuan penelitian aparatus elektrospinning yang telah dirancang dan dibangun. Aparatus terdiri dari perangkat utama; suplai tenaga, penyemprot dan perangkat pengumpul

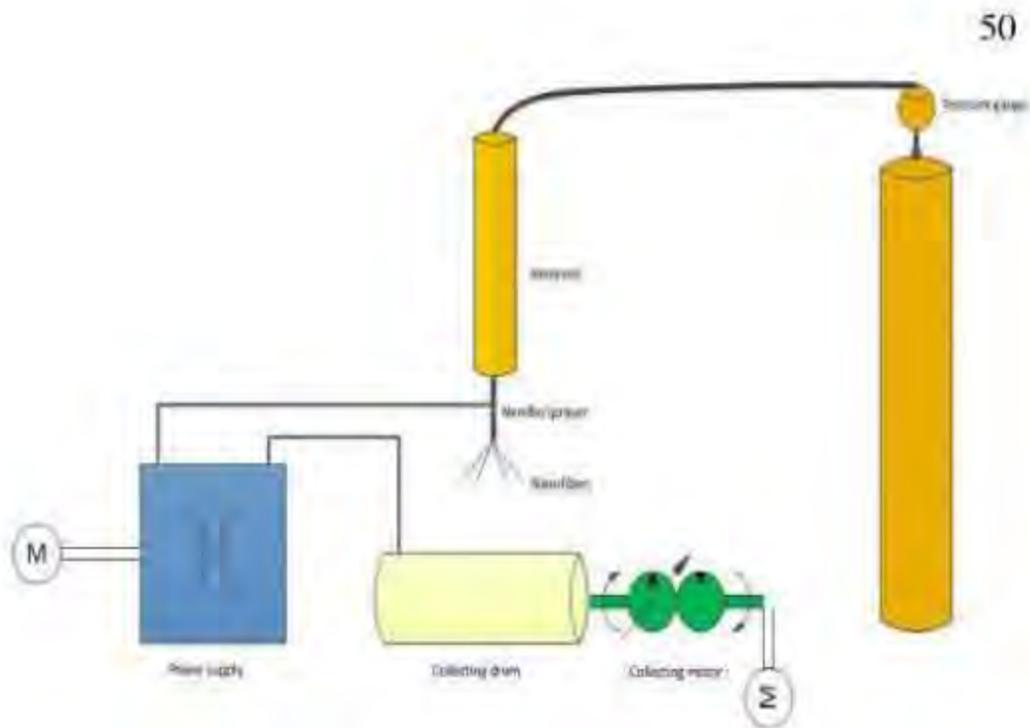


Figure 2.2: Aparatus Elektrospinning

2.1.1 Suplai Tenaga

Sebuah tegangan DC tinggi diaplikasikan pada jarum dengan bantuan tegangan yang tinggi yang diatur suplai tenaga DC (Gamma High Voltage Research, Ormond Beach, FL, USA) (Lampiran B2).

2.1.2 Penyemprot

Penyemprot yang disiapkan memiliki alat spinneret kaca dengan jarum 0,3 mm pada diameter dalam. Larutan polimer diisi hampir setengah dari spinneret kaca, sehingga bagaimanapun kental larutannya adalah yang dapat melewati alat pemintal karena berat/tekanan sendiri. Larutan polimer diberi medan positif dengan bantuan suplai tenaga tegangan tinggi. Kawat terminal (elektroda logam) dari suplai tenaga tegangan tinggi dilakukan pada spinneret kaca dengan bantuan penahan karet. Kaca spinneret dilakukan pada ketinggian dari tanah dengan bantuan garolite yang tegak dan pada sudut miring ke tanah sehingga memudahkan penyemprotan serat pada permukaan drum pengumpul yang ditutupi oleh aluminium foil, seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.2 dan B3 Lampiran..

2.1.3 Perangkat Pengumpul

sistem pengumpulan serat nano, seperti yang ditunjukkan pada Figure 2.3 dan Lampiran B4, termasuk drum silinder dengan drive eksternal. kolektor adalah drum silinder (diamtere 8" dan panjang 14"), terbuat dari pipa polivinil klorida (PVC). drum dipegang oleh poros pusat dan bingkai kayu tetap. Putaran drum untuk pengumpulan

serat sebelumnya telah dilaporkan. pipa PVC dan bingkai kayu yang digunakan selama pembangunan peralatan berfungsi untuk menjaga sistem bebas dari logam. Bingkai kayu dibangun sedemikian rupa dan diberi slot didalam frame. Ini memfasilitasi pergerakan drum baik ke atas atau ke bawah. Hal ini dilakukan agar posisi vertikal silinder dapat disesuaikan untuk mengubah jarak dari spinneret sesuai kebutuhan. drum terpasang dengan piringan logam (kuningan), pembungkusnya sehingga siap untuk disambungkan ke listrik (ini telah dijelaskan dalam paragraf berikutnya dengan bantuan angka yang sesuai). Sambungan listrik digunakan sebagai terminal negatif dari peralatan tegangan tinggi. Oleh karena itu drum silinder berfungsi sebagai terminal negatif dan dengan demikian membantu dalam pengumpulan serat tersebut.

Satu sisi pipa (sisi kanan pada Figure 1.4) ditutupi dengan plat kuningan di keseluruhan lingkaranya. Sebuah batang logam ditempatkan pada alur di drum seluruh panjang yang tetap di salah satu ujung dengan plat kuningan dan ujung lainnya yang bebas. Batang logam membawa medan listrik yang diberikan oleh plat kuningan. Aluminium foil yang menyinggung di atas drum, meliputi batang logam. Hal ini dilakukan untuk mempertahankan medan listrik yang sama diatas seluruh permukaan drum.

muatan negatif sistem berasal dari listrik tegangan tinggi yang di pasok ke plat kuningan dengan bantuan kawat sambungan dan pembungkus, yang melekat pada plat kuningan.

2.2 Formulasi dan Bahan Membran

2.2.1 Membran Polimer

Kombinasi bahan polimer dengan partikel perak (Ag) dalam fabrikasi membran telah mencapai banyak perhatian baru-baru ini karena beredar optik, konduktivitas yang tinggi dan sifat antibakteri dari perak (Zudrow *et al.*, 2009). Kombinasi polimer dan partikel perak (Ag) dapat meningkatkan properti antibakteri karena perlindungan yang ditawarkan oleh polimer penerima. Aktivitas antibakteri yang tinggi dengan pembebanan yang sangat rendah dan peningkatan distribusi partikel perak dalam matriks polimer adalah sifat penting yang perlu diperhitungkan selama fabrikasi komposit ini. Namun, stabilitas jangka panjang dan efisiensi operasi dari komposit ini memerlukan permukaan yang benar-benar diisi dengan perak (Ag) selama periode waktu operasional yang lama. Oleh karena itu, sejumlah penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan distribusi partikel perak

dan stabilitasnya. Selulosa asetat (CA), kitosan, polyethylsulfone (PES) dan polisulfon (PSf) adalah bahan polimer yang paling populer dipelajari (Zudrow *et al.*, 2009; Yu *et al.*, 2003) Namun, CA, kitosan dan PES menunjukkan kelemahan seperti kelarutan yang kurang dalam pelarut organik umum dan relatif mahal; Oleh karena itu, PAN telah muncul menjadi bahan yang lebih menjanjikan karena merupakan bahan polimer penanganan mudah, larut dalam pelarut organik dan tahan terhadap serangan kimia (Wang *et al.*, 2008).

2.2.2 Pelarut

N,N-dimethylformamide (DMF, >99%) disuplai oleh MERCK dan digunakan sebagai pelarut tanpa pemurnian lebih lanjut. Ini adalah pelarut yang kuat untuk polimer PAN, karena memiliki sifat yang diinginkan seperti volatilitas yang rendah, tidak mudah terbakar, dan toksisitas relatif rendah

2.3 Persiapan serat membran

2.3.1 Persiapan Pencampuran Polimer

Figure 2.3 menggambarkan skema apparatus untuk persiapan pencampuran. jumlah yang diinginkan dari polimer PAN yang berbentuk pelet dikeringkan dalam oven vakum pada 60 °C selama semalam untuk menghilangkan uap air. Bobot pelarut, polimer dan aditif dalam persen berat diukur dengan menggunakan skala elektronik digital. Pelarut awalnya dimasukkan ke dalam botol diikuti dengan penambahan zat aditif dan penambahan secara bertahap polimer untuk mencegah aglomerasi. Dengan mengendalikan kecepatan pengaduk pada 500 rpm dan suhu larutan pada 50-60 °C campuran menjadi homogen setelah 24 jam. Larutan homogen didinginkan dan dituangkan ke dalam botol penyimpanan yang bersih. Kemudian ditempatkan dalam bak air ultrasonik untuk menghilangkan gelembung-gelembung dan siap untuk digunakan pada elektrospinning

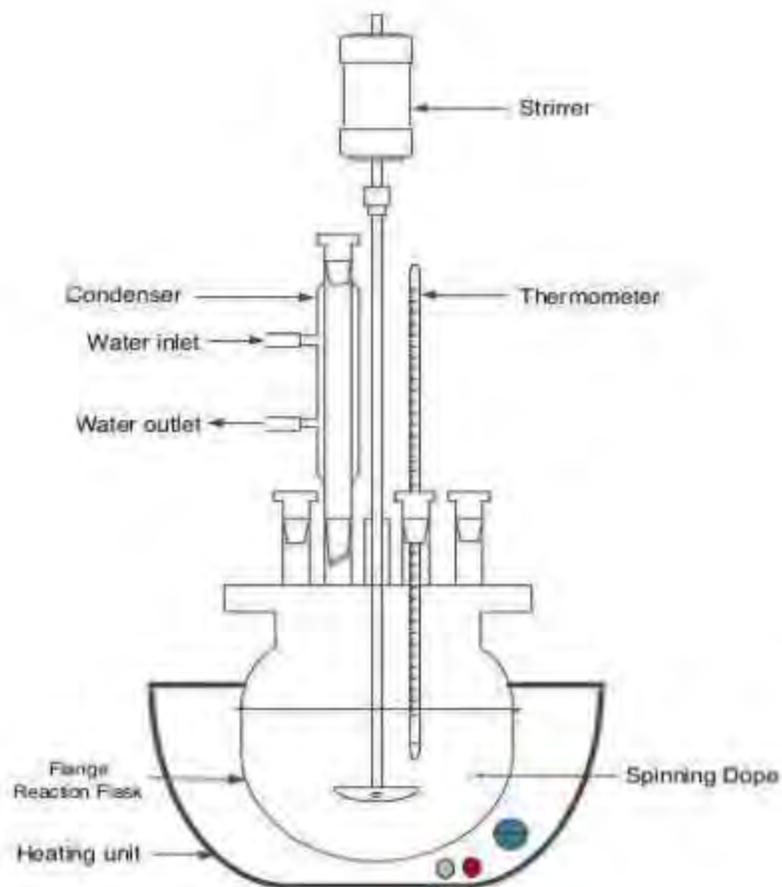


Figure 3.3: Skema dari Peralatan Pencampuran

2.4 Optimasi kondisi proses pada pemintalan

Membran serat nano menggunakan

3 *Response Surface Methodology (RSM)*

RSM berasal dari teknik secara matematika dan statistik. Hal ini dapat digunakan untuk mempelajari pengaruh beberapa faktor di tingkat yang berbeda dan pengaruh mereka pada satu sama lain. RSM memiliki 4

langkah utama, yaitu desain eksperimen, penyesuaian model, validasi model dan kondisi optimasi. desain eksperimental seperti Composite Central Desain (CCD) yang berguna untuk RSM. Tidak memerlukan jumlah yang berlebihan menjalankan eksperimen. Berdasarkan CCD dari RSM dengan total 18 percobaan, tiga faktor terdiri dari jarak, konsentrasi polimer, dan tegangan yang digunakan dalam penelitian ini. Desain didasarkan pada dua tingkat rancangan faktorial yang lengkap, yang ditambah dengan pusat dan titik utamanya.

Penyesuaian model untuk persamaan hingga order keempat polinomial dilakukan untuk menentukan penyesuaian yang pas. Model yang dipasang pada variabel dengan regresi berganda. Rentang minimum dan maksimum variabel yang diselidiki dan rencana eksperimental penuh sehubungan dengan nilai-nilai mereka digambarkan dalam bentuk yang sebenarnya dan juga kode. Nilai yang sebenarnya dan prediksi dari empat variabel independen bersama-sama dengan model juga yang telah diselidiki pada penelitian ini.

Prinsip RSM digambarkan oleh Khuri dan Cornell (1996). Hal ini sangat penting untuk memilih model yang sesuai untuk menggambarkan bentuk permukaan yang baik. Untuk mengidentifikasi model yang tepat yang

cocok dengan data, dapat dimulai dengan bentuk model yang paling sederhana seperti polinomial pertama dan derajat kedua Scheffe. Setelah menguji model ini untuk pemenuhan penyesuaian, ditambahkan simpleks massa dan model quartik khusus dengan menambahkan persamaan yang sesuai. Dalam penelitian ini, model kuadrat ($N = 2$) digunakan untuk memprediksi titik optimal (Montgomery *et al.*, 1992).

$$\hat{y} = y - \varepsilon$$

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (2.1)$$

dimana y adalah nilai hasil penelitian, \hat{y} adalah nilai estimasi ketahanan alat, $x_0 = 1$ (variabel tiruan), x_i, x_j adalah variabel independen kode, ε adalah kesalahan penelitian $\beta_0, \beta_i, \beta_{ii}$ adalah parameter model yang akan diestimasi dengan menggunakan data eksperimen. Validitas model yang dipilih digunakan untuk mengoptimalkan parameter proses harus diuji menggunakan ANVA/ANOVA.

Secara umum, tujuan utama dari RSM/MRP adalah untuk mengoptimalkan respon (y) berdasarkan faktor-faktor yang diselidiki (Soo *et al.*, 2006). Perangkat lunak untuk ahli desain digunakan untuk mengembangkan rencana eksperimental dan mengoptimalkan persamaan

regresi. Signifikansi statistik dari persamaan model keempat ditentukan dengan melakukan uji statistik Fisher untuk analisis varians atau *Analysis Of Varians* (ANVA/ANOVA) Secara khusus model yang baik harus signifikan berdasarkan F-nilai dan P-nilai yang bertentangan dengan Kurangnya penyesuaian (tidak signifikan). Selain itu proporsi varians dipamerkan oleh koefisien beberapa determinasi R^2 harus lebih dekat dengan 1 karena hal ini akan menunjukkan korelasi yang lebih baik antara eksperimen dan nilai prediksi (Joglekar and May, 1984).

2.5 Karakteristik Membran

Serangkaian analisis dilakukan dengan menggunakan metode dan peralatan yang ditentukan untuk menguji sifat struktural dan fisik membran seperti, sudut kontak, ukuran pori, porositas, kekuatan tarik dan modulus Young untuk memilih membran terbaik (Figure 2.4). perembesan air bersih dan konsentrasi pakan dimonitor selama penyaringan. parameter kinerja ini *E. coli*, kebutuhan Oksigen kimiawi atau *chemical oxygen demand* (KOK/COD), total padatan tersuspensi atau *total suspended solids* (TSS), penghilangan ammonia nitrogen.



Figure 2.4: Characterization of membran performances

2.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Serat retak diposisikan pada penahan aluminium khusus dan ditempatkan dalam wadah silika gel semalam untuk memastikan penghilangan menyeluruh dari uap air pori-pori membran. Serat yang kemudian platinum dilapisi menggunakan lapisan ion yang memercik (Divisi Biorad Polaron) dioperasikan di bawah vakum sebelum pemeriksaan morfologi pada SEM. Ini menghasilkan foto-foto di jarak kerja analitis dari 10 nm.

2.7 *Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR)*

FTIR adalah alat yang sangat berguna dan dapat digunakan dalam berbagai macam aplikasi untuk identifikasi dan klasifikasi bahan sebagian besar jenis material akan menunjukkan penyerapan bervariasi dan aktif dalam berbagai panjang gelombang yang digunakan dalam instrumen. FTIR Nicolet Magna-IR560 digunakan untuk merekam perubahan gugus fungsi dan unsur-unsur dalam serat. Omnic Software yang digunakan untuk mengontrol akuisisi spektral dan memproses data yang diperoleh. Serat berongga dikeringkan pada 60 °C selama 24 jam sebelum dianalisis. Lima tempat dari permukaan membran dipindai pada tingkat 16 scan per detik untuk menyelidiki kelompok fungsional yang dibentuk untuk sampel yang berbeda dari membran

2.8 Stabilitas Mekanik

Stabilitas mekanik membran nanofiber diuji seperti kekuatan tarik dan modulus Young. Kekuatan tarik membran serat nano diuji menggunakan instrumen tester tarik (LRX2 SKN Llyod) (Lampiran C5). Mesin uji tarik ini memberikan grafik standar tegangan dibandingkan regangan. Standar ASTM (ASTM-3379-75) digunakan sebagai acuan untuk persiapan spesimen (Rahman *et al.*,

2007; Chawla, 1998). Pengujian dilakukan pada kecepatan utama pada 20 mm min⁻¹ sampai putus dan diukur panjang dari filamennya pada 25 mm (Oh *et al.*, 2009). Setidaknya lima pengukuran dilakukan untuk setiap sampel membran dan nilai rata-rata dilaporkan sebagai hasil.

2.9 Analisis Ukuran Pori

Porositas membran, ε , didefinisikan sebagai volume pori-pori dibagi dengan total volume membran berpori. Porositas membran dihitung menggunakan persamaan berikut,

$$\varepsilon = \frac{\frac{(w_1 - w_2)}{\rho_w}}{\frac{(w_1 - w_2)}{\rho_w} + \frac{w_2}{\rho_p}} \times 100$$

Dimana ε adalah porositas membran (%), w_1 adalah berat membran basah (g), w_2 adalah berat membran kering, ρ_p massa jenis polimer (g/cm³) dan ρ_w adalah massa jenis dari air (g/cm³).

Elektrospun membran serat nano direndam dalam isopropanol selama 3 hari dan air distilasi selama 3 hari.

37
Membran basah dikeringkan dalam oven vakum selama 12 jam pada suhu 40 °C dan berbobot.

5
Radius rata-rata pori, r_m , ditentukan dengan metode kecepatan filtrasi, dimana fluks air murni dari membran basah diukur dengan tekanan yang diterapkan (0,1 MPa) untuk jangka waktu terbatas (20 jam). Ini merupakan ukuran pori rata-rata sepanjang ketebalan membran (ℓ). Sesuai dengan persamaan Guerout-Elford-Ferry, r_m dapat dihitung dengan (Yu *et al.*, 2003).

$$r_m = \sqrt{\frac{(2.9 - 1.75\varepsilon) \times 8\eta\ell Q}{\varepsilon \times A \times \Delta P}}$$

5
Dimana η viskositas air (8.9×10^{-4} Pa s), ℓ adalah ketebalan membran (m), ΔP adalah tekanan operasi (0.1MPa), ε adalah porositas membran (%), Q adalah volume dari penyerapan air per satuan waktu ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$), A adalah efektivitas area membran (m^2)

2.10 Pengukuran Kontak Sudut

Hidrosifilitas membran serat nano diselidiki dengan mengukur sudut kontak atau *contact angle* (CA). pengukuran statis CA dengan metode penurunan sessile dilakukan dengan menggunakan goniometer CA, IMC-159D disuplai oleh Imoto Machinery Co Ltd, seperti yang ditunjukkan pada Lampiran C2. Sampel yang telah disiapkan dipotong menjadi beberapa potongan-potongan dengan $1 \times 2 \text{ cm}^2$ pada posisi acak. Mereka ditempatkan di atas tempat dan tetap dengan sebuah pita. Kemudian, sebuah jarum diisi dengan air penyulingan dipasang agar dapat tegak secara vertikal. Jarum diatur 18 mm di atas permukaan membran. Lima μL air disuntikkan ke permukaan membran, dan segera posisi alas yang bergerak disesuaikan sehingga tetesan air disesuaikan dengan skala ketika diproyeksikan di layar. Gambar jelas kemungkinan ditangkap dan CA diukur dalam waktu 10 s. Setiap pengukuran membran diulang pada tiga tempat yang berbeda dalam rangka untuk meminimalkan kesalahan eksperimental dan rata-rata dilaporkan dengan nilai standar deviasi.

2.11 Pengukuran Kebutuhan Oksigen Kimiawi atau *Chemical Oxygen Demand (KOK/COD)*

Konsentrasi COD diukur dengan menggunakan spektrometer (DR5000, HACH, lihat lampiran C4 atau pada peralatan) sesuai dengan standar prosedur (Method 8000, HR TNT822, 20-1500 mg/L COD). Efisiensi penghilangan COD dihitung dengan persamaan 3.4:

$$COD\ removal\ (\%) = \frac{COD_0 - COD}{COD_0}$$

dimana COD_0 dan COD adalah konsentrasi awal dari pakan limbah dan konsentrasi penyerapan yang diproduksi

2.12 ²³ Total Padatan Tersuspensi atau *Total Suspended Solids (TPT/TSS)*

Konsentrasi TSS diukur menggunakan spektrometer (DR 5000, HACH) sesuai standar prosedur (Method 8006, Photometric method, 5-750 mg/L TSS). Efisiensi penghilangan TSS dihitung dengan persamaan,

$$TSS\ removal\ (\%) = \frac{TSS_0 - TSS}{TSS_0}$$

Dimana TSS_0 dan TSS adalah pakan dan penyerap TSS.

2.13 Pengukuran Amonia Nitrogen (NH₃-N)

Untuk lebih menilai konsentrasi NH₃-N, diukur dengan menggunakan spektrometer (DR 5000, HACH) sesuai dengan standar prosedur (Method HR TNT 10031, Salicylate method, HR 0.4-50.0 mg/L NH₃-N). Efisiensi Penghilangan NH₃-N dihitung dengan persamaan,

$$NH_3 - N \text{ removal (\%)} = \frac{NH_3 N_0 - NH_3 N}{NH_3 N_0}$$

dimana NH_3-N_0 dan NH_3-N adalah pakan dan penyerap NH_3-N .

2.14 Pengujian Performa

2.14.1 Penyerapan Air Bersih atau Clean water Permeation (PAB/CWP)

Permeabilitas membran ditentukan dari pengukuran fluks distilasi air menggunakan sel aliran melintas pada rentang tekanan dari 1 sampai 6 bar pada suhu ambien (27 °C) (Ismail *et al.*, 2007). CWP untuk serat nano PAN dihitung dengan persamaan :

$$CWP_{(LMH)} = \frac{\text{volume of the permeate, } Q(L)}{\text{Membrane surface area, } A(m^2) \times \text{time, } \Delta t(hr)} \quad \dots(3.7)$$

Untuk setiap jenis membran serat nano dan setiap tekanan yang diterapkan, tiga CWP rata-rata dihitung. Untuk setiap tekanan, waktu yang dibutuhkan untuk sistem peresapan untuk mencapai keadaan stabil tercatat. Figure 3.5 mengilustrasikan diagram skematik sistem yang digunakan untuk uji CWP. Gambar sistem khusus ini tersedia dalam Lampiran D.

2.14.2 Uji Antibakterial

Semua barang yang dari kaca telah dipanaskan pada suhu 121 °C selama 15 minutes sebelumnya pengujian. Dalam rangka untuk mempersiapkan agar/jel nutrien (NA) campuran untuk tes mikrobiologi, 23,0 gram NA dilarutkan dalam 1,0 L air distilasi dan dipanaskan pada 121 °C selama 15 menit. Setelah pendinginan sampai 50 °C, campuran diaduk untuk mencampur agar dan nutriennya, NA kemudian dituangkan untuk pengosongan, pembersihan dan steriliasi piring (sekitar 25-35 ml per piring). Skema persiapan NA tersedia di Lampiran E. Properti awal antibakteri membran yang dihasilkan diselidiki dengan metode difusi agar/jel (Ma *et al.*, 2008). Serangkaian cawan petri disiapkan dengan agar/jel yang telah diinokulasi dengan *S.aureus* dan *E.coli*. Membran berbentuk cakram melingkar yang diletakkan di *S.aureus* dan *E.coli* dibiakan dan diinkubasi pada 37 °C selama 24

jam. Adanya beberapa zona bersih yang terbentuk di sekitar cakram film menunjukkan membran meperagakan sifat antibakterinya. Pembiakan tanpa membran telah digunakan sebagai kontrolnya.

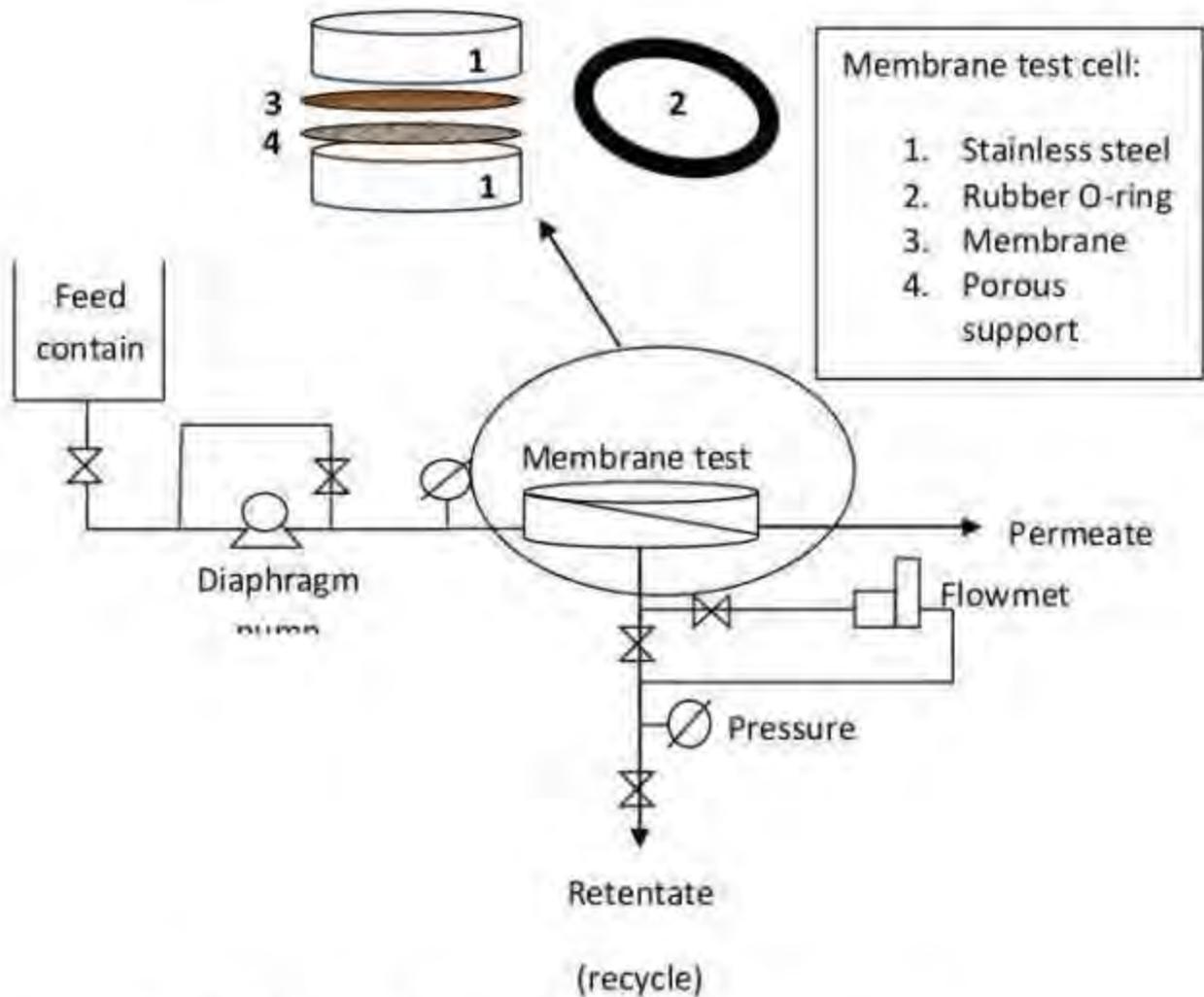


Figure 2.5: Skema diagram untuk pengujian sistem aliran penyerapan

2.14.3 Penyaringan dan sampel Lingkungan

Sampel lingkungan dikumpulkan dari Pond di UTM, Rumah Sakit Sultanah Aminah, Johor dan sungai Melana di Johor. Sampel yang diambil dimasukkan dalam botol plastik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.6 dan disimpan dalam suhu rendah untuk pengawetan bakteri. Filtrasi dilakukan pada suhu kamar menggunakan persiapan seperti yang ditunjukkan pada Figure 3.7.

Perlu dicatat bahwa limbah lingkungan tidak hanya mengandung E.coli tetapi juga berbagai jenis bakteri. Namun, pembahasan hanya akan dilakukan atas dasar kinerja membran untuk menolak bakteri tanpa mengklasifikasikan jenis atau sifat bakteri tersebut.



Figure 2.6: Sampel limbah lingkungan disimpan dalam suhu rendah sebelum dianalisis

larutan encer *E.coli* disaring ke PAN steril dan membran PAN-AgNO₃ menggunakan sel filtrasi vakum, seperti yang ditunjukkan pada Figure 3.7 dan Lampiran F (Zodrow *et al.*, 2009). Sebelum penyaringan, semua gelas kaca dan membran dipanaskan 121 °C selama 15 menit. membran diuji kemudian ditempatkan pada piringan Luria-Bertani (LB) (dengan sisi atas menyentuh permukaan) dan diinkubasi pada 37 °C selama semalam.

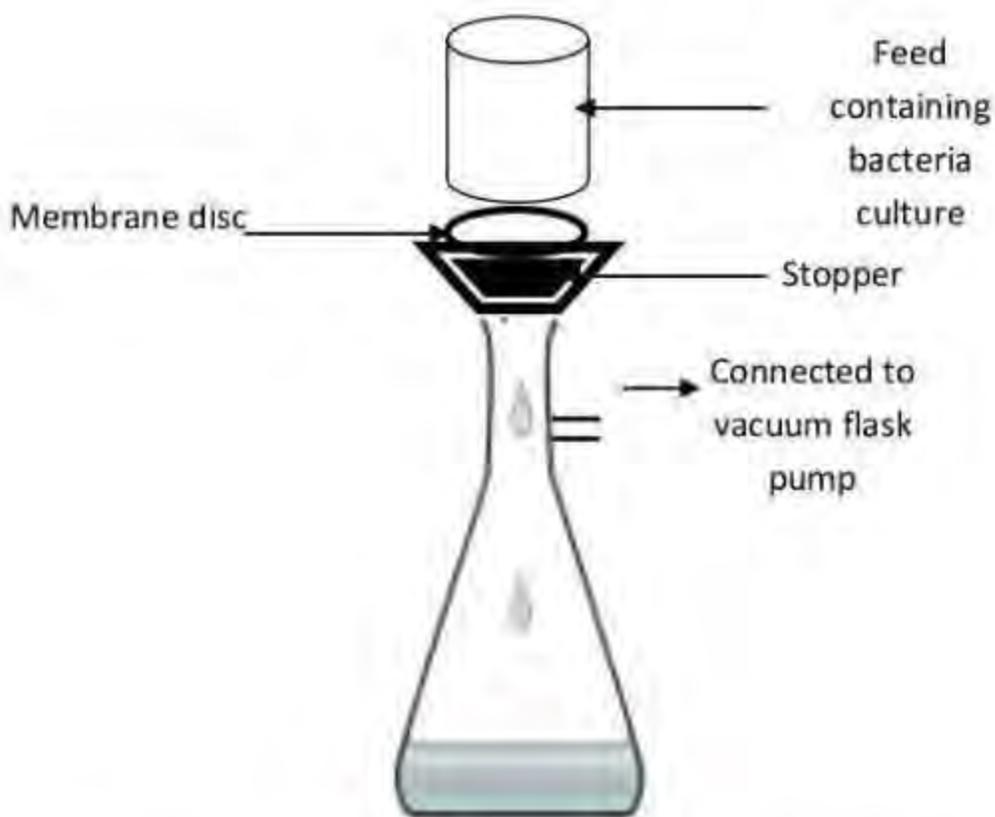


Figure 2.7: Persiapan Penelitian yang digunakan dalam tes antibakterial – penyaringan *E.coli*.

CHAPTER 3

RANGKUMAN PROSES ELEKTROSPINNING DAN BEBERAPA HASIL PENELITIAN KOMPOSIT SERAT PAN-SILIKA

3.1 Latar Belakang

Tidak seperti proses pemintalan serat konvensional, yang mampu memproduksi serat dengan diameter dibawah ukuran mikro, pemintalan elektrostatis atau elektrospinning, mampu memproduksi serat dengan kisaran ukuran diameter nano atau “serat nano”. Dalam elektrospinning, gaya elektrostatis yang digunakan sebagai tambahan untuk gaya mekanik untuk mendorong proses pembentukan serat. Hasil serat berupa substansi ilmiah dan kepentingan yang bersifat komersial. Sebagaimana proses yang telah dilewati untuk menunjukkan perbedaan morfologi dan sifat dari serat konvensional (Fitzer and Manocha, 2007; Sian and Fennessey, 2006). Normalnya, serat-serat karbon PAN yang telah disiapkan dengan teknik konvensional (pemintalan kering-basah) dan ukuran pemintalan

pencampuran dari 15–20 wt.% PAN larutan kopolimer menggunakan pelarut yang cocok seperti N,N Dimethylformamide. Didalam pemintalan celah udara, pemintal diposisikan beberapa milimeter diatas bak koagulasi dan pancaran/filamen yang telah terksrusi secara vertikal ke bak. Metode pemintalan celah udara memperbolehkan pemintal pencampuran dan bak koagulasi diatur dengan temperatur yang berbeda dan menghindari tegangan tinggi yang disebabkan oleh pemintal pencampur yang koagulasi pada permukaan pancaran/filamen. Oleh karena itu, kekosongan/kelemahan dengan ukuran sekitar puluhan nanometer umumnya telah diobservasi dalam serat terdahulu dan menghasilkan serat-serat karbon. Eksistensi dari kecacatan ini telah menjadi alasan serius mengapa kekuatan mekanik dari produksi serat karbon sekarang hanya mencapai persentase kecil dari prediksi nilai secara teoritis. Sebagai tambahan, besarnya diameter serat terdahulu telah juga menjadi tanggung jawab untuk formasi struktur partikel lapisan inti struktur selama proses stabilisasi dan karbonisasi (Jie and Pei, 2009).

Elektrospinning dengan polyacrylonitrile mampu memproduksi serat-serat dalam ukuran kisaran diameter nanometer atau "serat nano". Polyacrylonitrile

memperkenankan laju pirolisis yang sangat cepat tanpa banyak hambatan pada struktur dasarnya, hasil dari serat nano berupa kepentingan substansi ilmiah yang memiliki fleksibilitas besar, massa basis yang rendah, efektivitas biaya dan kepentingan komersil, sebagaimana bentuk dan sifatnya yang berbeda dari serat konvensional lainnya (Renuga *et al.*, 2006; Yordem *et al.*, 2008).

Nano material telah menjadi prioritas peneliti pada bioteknologi; pertahanan dan industri semikonduktor secara partikular, ketertarikan aplikasi yang potensial dari nano teknologi, khususnya, pada jumlah substansi penelitian pada serat ukuran nano yang telah menjadi hubungan kebutuhan dari luasnya aplikasi perspektif seperti rekayasa jaringan (Bhattarai *et al.*, 2004; Jun *et al.*, 2009), membran (Anantha *et al.*, 2008), nanoresonator (Gruzintsev *et al.*, 2004), biomedical (Seema *et al.*, 2008) dan lapisan tipis hidropobik (Bin *et al.*, 2008).

Dan lagi, sifat mekanik yang dapat ditingkatkan dengan elektrospinning. Elektrospinning dapat terhubung dengan sumber listrik yang tinggi, laju aliran yang rendah dan konsentrasi pencampuran yang tinggi (Saufi and Ismail, 2004). Secara mekanikal menggunakan serat PAN dapat diproduksi melalui elektrospinning, lebih cepat dari serat konvensional lainnya dan oleh karenanya, biaya yang lebih

rendah, menjadi keluaran yang tinggi, yang berarti produksi sub mikro serat-serat karbon (Jie and Pei, 2009).

Dalam bab ini, berkonsentrasi pada pemahaman saat proses elektrospinning dan parameter-parameter yang mempengaruhi sifat dari serat nano yang dihasilkan dari proses tersebut. Juga menangani masalah struktur serat nano dan karakteristik serta mendiskusikan model yang diusulkan untuk memproses ketidakstabilan. Karena meningkatnya minat pada pemrosesan serat nano dengan bentuk besar yang spesifik dan topologi permukaan.

3.2 Tujuan Elektrospinning

Larutan PAN dengan konsentrasi yang berbeda (15-25 wt.%) yang elektrospunnya pada tegangan yang berbeda (10-15 kV), jarak kapiler layar (12-27 cm) dan laju alir (3-7 ml/h) (Layde, 1972; Deitzel *et al*, 2002). Sampel elektrospinning dikumpulkan pada stainless steel yang terhubung (20x20) dan kemudian dilapisi oleh 5 nm pada lapisannya. FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscopy) dilakukan pada sampel ini. Figure 3.1 menunjukkan efek kapiler jarak layar atau *capillary screen distance* (C-SD) di 15 wt.% Yang elektrospunnya di 10 kV dan 3 ml/h.

Perbedaan butiran seperti struktur dapat dilihat dalam mikrofotografi FESEM. ini juga dapat dilihat bahwa dengan meningkatnya kapiler jarak layar (C-SD), diameter serat rata-ratanya menurun (Shu *et al.*, 2009). Hal ini berlaku untuk pemintalan serat pada konsentrasi yang berbeda, potensial listrik dan laju alirnya. Figure 3.2 menunjukkan gambar FESEM serat nano yang elektrospun dari 20-wt % larutan polimer pada 10 kV dan 3 ml/h.

Membandingkan Figure 3.1 dan 3.2, dapat disimpulkan bahwa butiran seperti strukturnya dominan pada konsentrasi yang lebih rendah. Dengan meningkatnya konsentrasi larutan polimer (menjaga parameter lain konstan) diameter rata-rata serat meningkat (Layde, 1972; Deitzel *et al.*, 2002; Shu *et al.*, 2009; Kyunghwan *et al.*, 2009). Sekali lagi, dengan meningkatnya kapiler jarak (C-SD) diameter serat rata-rata menurun. Tren serupa diamati pada konsentrasi yang lebih tinggi. Pada jarak layar kapiler yang lebih rendah (pada 12 cm, 20 wt.% Pada Figure 3.2) gumpalan yang diamati tapi serat tersebut juga tidak salah bila dikatakan sebagai butiran. Figure 3.3 menunjukkan mikrofotografi FESEM dari serat nano yang elektrospinning di 10 kV & 3 ml/jam (Wilkes, 2009). Meningkatkan potensial listrik (menjaga parameter lain konstan) membuat diameter serat menurun, seperti yang ditunjukkan pada Figure 3.4 (Layde, 1972; Deitzel *et al.*, 2002; Glbowlin, 2009).

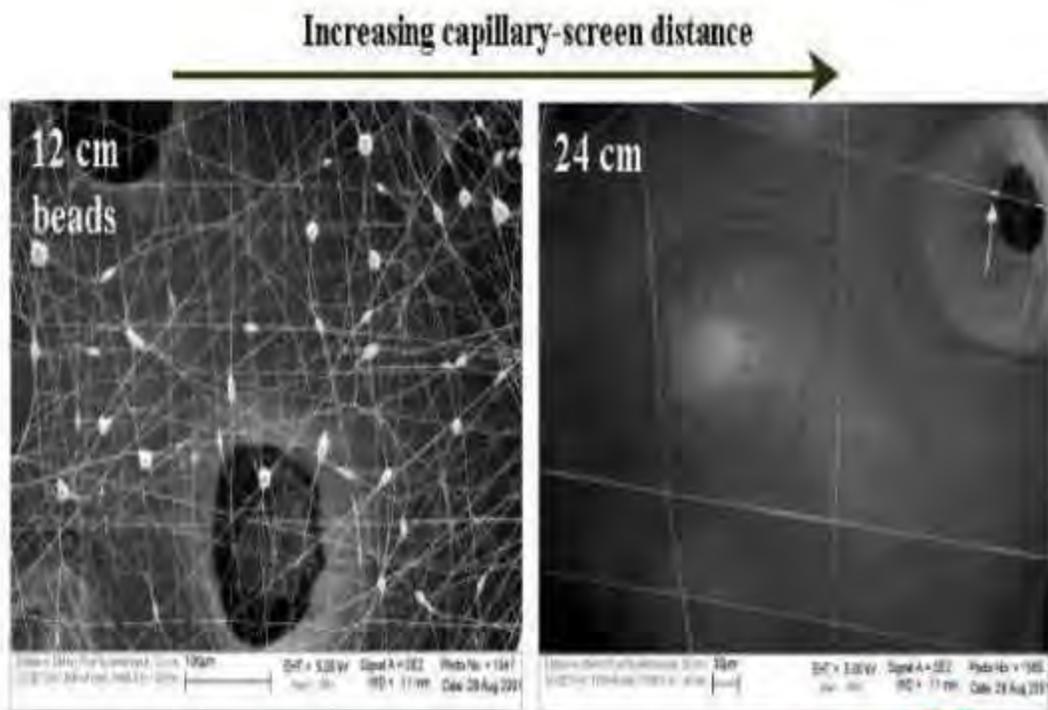


Figure 3.1: Efek dari meningkatnya jarak layar kapiler pada 15 wt.% Estane elektrospinning pada 10 kV and 3 ml/h. diameter rata-rata berkisar $1 \mu\text{m} - 148 \text{ nm}$ dan ukuran butiran $10 \mu\text{m} - 2,5 \mu\text{m}$. rata-rata diameter dari serat dan ukuran butir menurun dengan peningkatan jarak layar kapiler (Wilkes, 2009).

Increasing capillary-screen distance

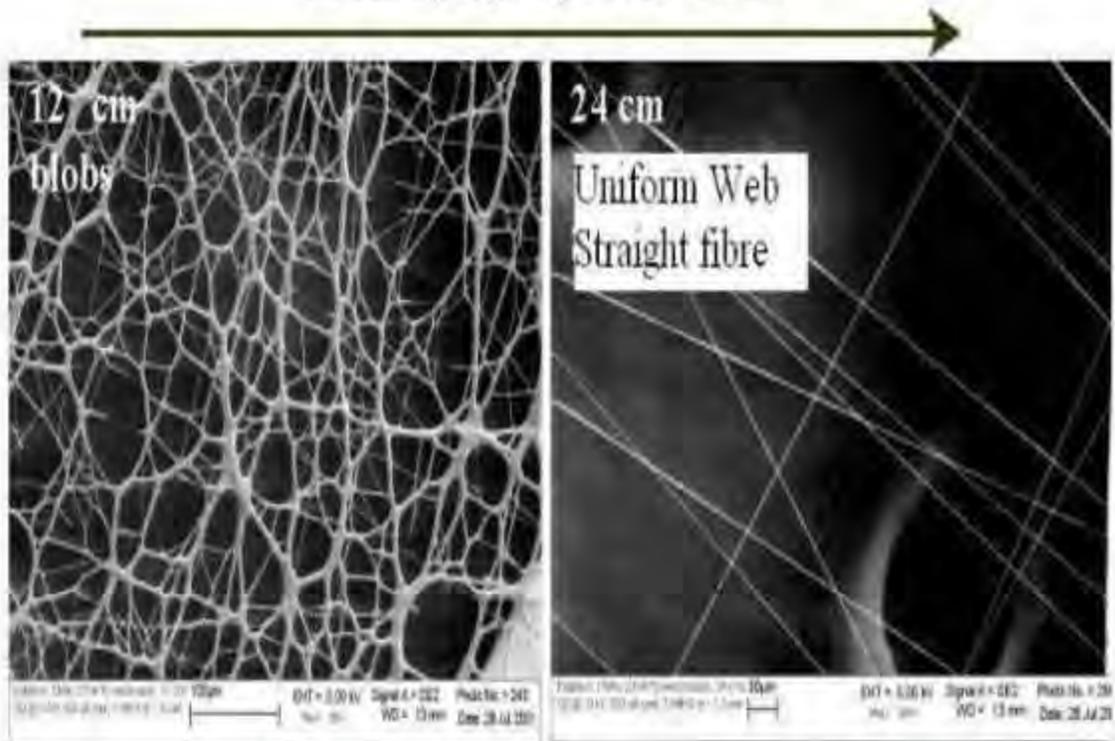


Figure 3.2: Efek dari meningkatnya jarak layar kapiler pada 20-wt.% Estane elektrosinning at 10 kV and 3 ml/h, diameter rata-rata berkisar $5 \mu\text{m}$ – $333 \mu\text{m}$. rata-rata diameter dari serat dan ukuran butir menurun dengan peningkatan jarak layar kapiler (Wilkes, 2009).

Dengan meningkatkan potensial listrik, pancaran polimer dibuang dengan tolakan elektrostatis yang lebih besar yang menyebabkan penurunan tingkat yang lebih tinggi dari penggambaran tegangan. Hal ini menyebabkan penurunan diameter serat. Namun, pada potensial listrik yang lebih tinggi (sekitar 15 kV) distribusi diameter serat menjadi semakin luas.

Oleh karena itu pengendalian pada potensial listrik yang tinggi, laju alir dan konsentrasi menjadi semakin sulit. Figure 3.5 meringkas efek dari parameter proses yang berbeda. Dengan meningkatnya konsentrasi larutan polimer dan laju alir (menjaga parameter lain konstan) rata-rata diameter serat meningkat. Sekali lagi, dengan meningkatnya jarak layar dan potensial listrik diameter serat rata-rata menurun.

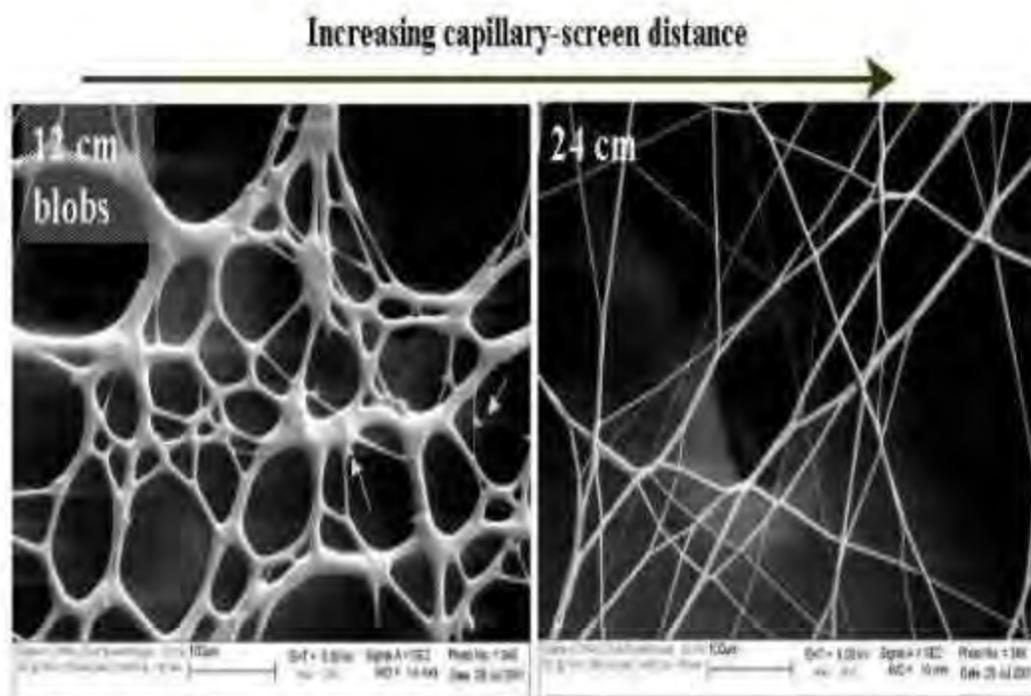


Figure 3.3: Efek dari meningkatnya jarak layar kapiler pada 25-wt.% Estane elektrospinning pada 10 kV and 3 ml/h. diameter rata-rata berkisar 5 μm – 905 nm. Distribusi tersebar dari diameter serat-serat telah bertarak

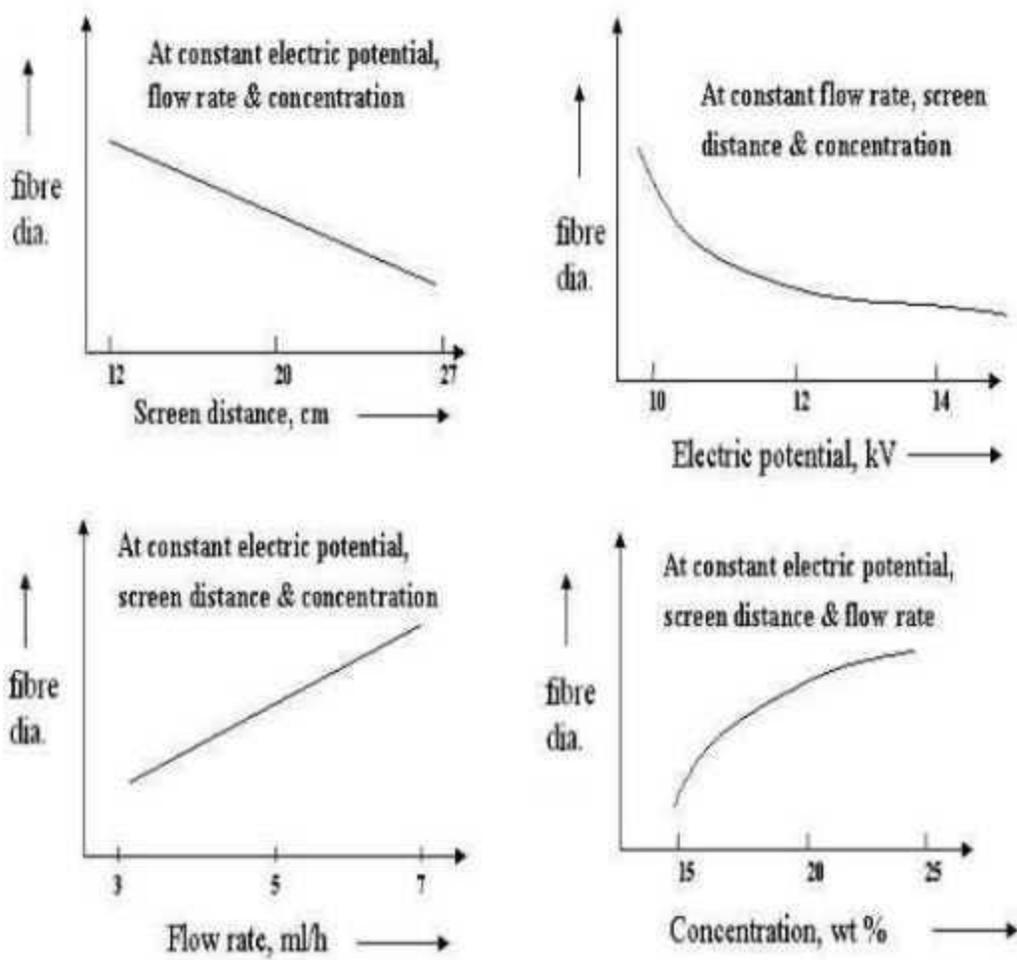


Figure 3.5: Pengaruh parameter proses pada diameter serat, yang diproduksi oleh elektrospinning (Shu *et al*, 2009).

3.3 Sifat mekanik dari serat komposit PAN/Silika yang disiapkan via proses *dry-wet spinning*

kekuatan yang tinggi dan modulus dari serat karbon serat berguna bagi penguatan polimer, logam,

karbon, dan keramik, meskipun terdapat sifat rapuh. Di pasaran, serat karbon didominasi oleh serat yang terbuat dari poliakrilonitril (PAN) karena kombinasi sifat mekanik yang baik (kekuatan tinggi, bahan komposit bermassa jenis rendah dan kekuatan rusak tinggi) khususnya kekuatan tarik, dan biaya yang sesuai (Bahl *et al.*, 1981). Ditambah lagi, Banyak penelitian telah menunjukkan bahwa serat PAN memiliki karakteristik sebagai berikut; diameter kecil, kristalinitas yang maksimal, kandungan komonomer rendah dan modulus yang tinggi untuk persiapan kualitas dari serat karbon yang baik (Chari *et al.*, 1981; Chen and Harrison, 2002; Donnet and Bansal, 1990). modulus Young dari serat awal PAN tampaknya menjadi parameter terbaik untuk mewakili kinerja dari serat karbon karena ada korelasi langsung antara modulus Young dari prekursor/serat awal utama dan serat karbon yang dihasilkan (Gurunathan *et al.*, 2003) Oleh karena itu, kondisi proses fabrikasi serat-serat PAN memainkan peran penting dalam produksi serat karbon performa tinggi selama tergantung sifat dari PAN perintis atau awal tersebut (Han *et al.*, 2005).

Banyak kelompok penelitian telah bekerja pada fabrikasi komposit serat nano berdasarkan PAN, seperti PAN/TiO₂ (Ismail *et al.*, 2008), PAN/nano tabung karbon

(Ji and Zhang, 2008) dan PAN/Fe₃O₄ (Mittal *et al.*, 1997). bagaimanapun, masih ada beberapa laporan tentang persiapan dan karakterisasi komposit serat nano PAN/silika, yang memungkinkan untuk menggabungkan kedua keuntungan dari PAN seperti ringan, fleksibilitas, dan pencetakan yang baik, dan nano partikel silika seperti kekuatan tinggi, stabilitas panas yang sempurna, dan ketahanan kimia yang baik (Chari *et al.*, 1981). Pada penelitian ini, serat PAN disusun oleh metode dry-wet jet spinning dengan larutan PAN didalam N,N-dimetilformamida (DMF) dan akrilamida (AM) yang mengandung nanopartikel silika. Struktur serat yang diuji karakteristiknya dengan FTIR dan SEM, sedangkan uji tarik dari serat PAN dilakukan untuk mengevaluasi potensi mereka untuk digunakan sebagai prekursor/serat awal untuk serat karbon.

3.3.1 Penelitian

PAN, DMF, AM dan uap nanopartikel silika diperoleh dari Aldrich Chemical dan digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut. Uap nanopartikel silika memiliki ukuran partikel primer rata-rata 14 nm. Larutan pencampuran disiapkan dengan mendispersikan jumlah yang telah ditetapkan pada nanopartikel silika (0, 0.5, 1

dan 2 wt.% ke PAN) menjadi wt.% larutan PAN didalam DMF. pencampuran telah diaduk secara mekanik selama setidaknya 24 jam pada suhu 60 °C untuk mendapatkan larutan PAN yang silikanya tersebar homogen (Naito *et al.*, 2008). metode dry-jet wet spinning digunakan untuk fabrikasi serat PAN. Suhu koagulasi pada bak diatur pada 17 °C. serat-serat dikumpulkan ke drum akhir yang diameternya 17 cm. Selanjutnya, serat-serat yang membentang dan diikat ke jaring logam serta serat mengalami proses pengeringan pada suhu kamar selama 24 jam.

3.3.2 Metode Karakterisasi

45 Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi struktur penampang serat PAN. The FTIR Nicolet Magna-IR560, sejenis kalium bromida (KBr), digunakan untuk mengidentifikasi dan mengklasifikasikan kelompok fungsional serat/silika PAN dengan berbagai kandungan silika. uji tarik dari serat-serat PAN dilakukan dengan menggunakan mesin uji tarik 8 (LRx2.5 KN Llyod Instrumen dengan load cell dari 1 N, sesuai dengan ASTM D 3379 (25 mm panjang ukuran yang digunakan untuk setiap serat PAN) (Rahman *et al.*, 2001). Spesimen tarik disiapkan dengan memperbaiki

filamen pada pemegang kertas dengan perekat cyanoacrylate instan (Sung *et al.*, 2002), pada saat pengukuran panjang serat, panjangnya adalah 25 mm and kecepatan penarik 5 mm/min (Zhang *et al.*, 2009). Uji tarik, σ , diberi beban, P merupakan fungsi dari ekstensi, d_f adalah fungsi dari diameter serat. Tegangan tarik dihitung sebagai berikut : $\sigma = P/(\pi d_f^2/4)$.

3.3.3 Hasil dan Diskusi

Mikrografik SEM dari permukaan serat PAN/silika dengan berbagai kandungan silika ditunjukkan pada Figure 3.6 Seperti dapat dilihat, ketika kandungan silika pada 0,5 dan 1 wt.%, Dispersi nanopartikel silika relatif homogen dalam matriks PAN. Dengan meningkatnya kandungan silika, serat menunjukkan agregasi yang lebih besar atau aglomerasi nanopartikel silika. Pada kandungan silika yang tinggi (2 wt.%), Dispersi silika serat PAN tampaknya sangat sulit, yang dapat berkontribusi untuk morfologi permukaan serat yang tidak teratur

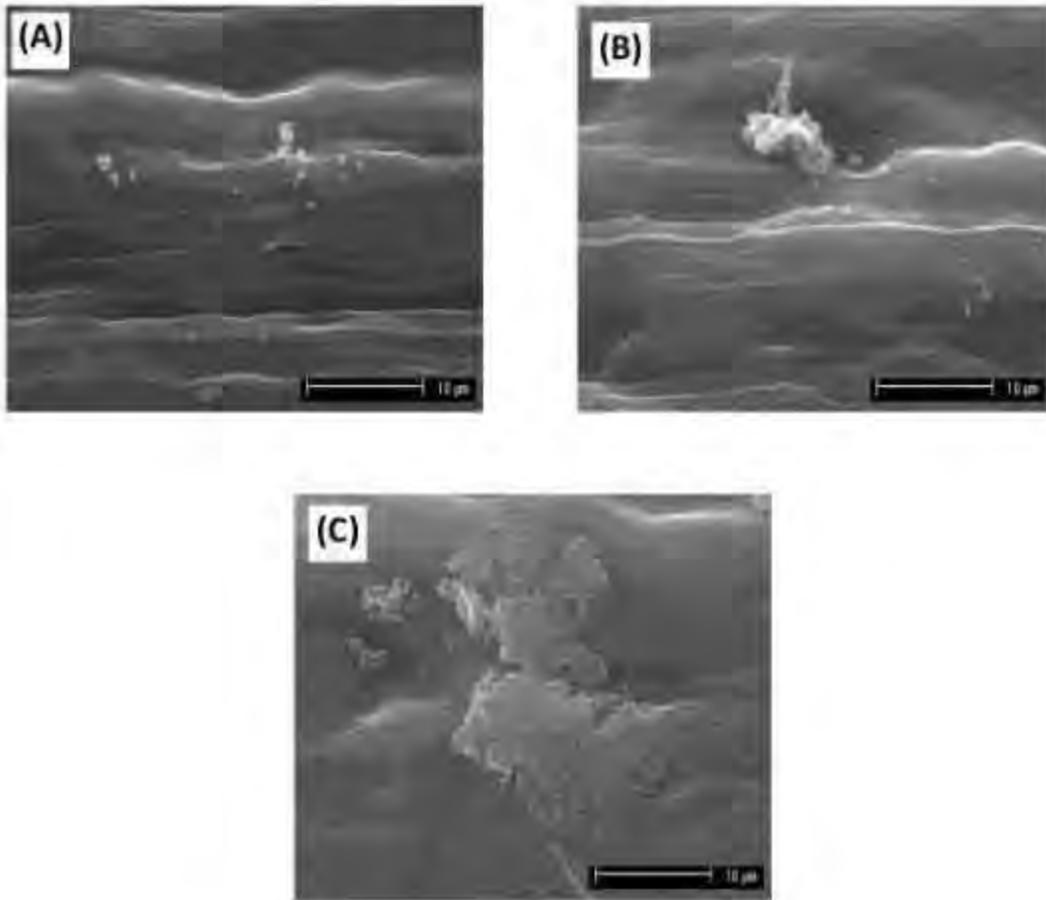


Figure 3.6: Perbandingan SEM dry-wet spinning serat komposit PAN/silika dengan perbedaan kandungan silika (A) 0.5 wt.%, (B) 1 wt.%, (C) 2 wt.%.

Struktur melintang dari PAN murni dan serat PAN/silika dengan berbagai kandungan silika ditunjukkan pada Figure 3.7. Ketika serat tanpa silika (Figure 4.7 (A)) pori-pori seperti jari yang diamati, membentang dari lingkaran ke pusat serat. pori-pori seperti jari ini dibentuk

pada pelarut atau adanya pertukaran pelarut yang terjadi di bak koagulasi. Ketika serat mengandung partikel silika (Figure 3.7 (B) dan (C)), beberapa partikel berbentuk bola yang diamati. Namun, dilihat dari ukuran nanopartikel silika (14 nm) ini adalah kumpulan dari partikel nano individu. Ketika kandungan silika meningkat menjadi 2 wt.% (Figure 3.7 (D)), hasil kumpulan partikel berlanjut, sehingga ukuran pengumpulan yang lebih besar sebagai akibat dari tarikan kerusakan (Zhang *et al.*, 2009).

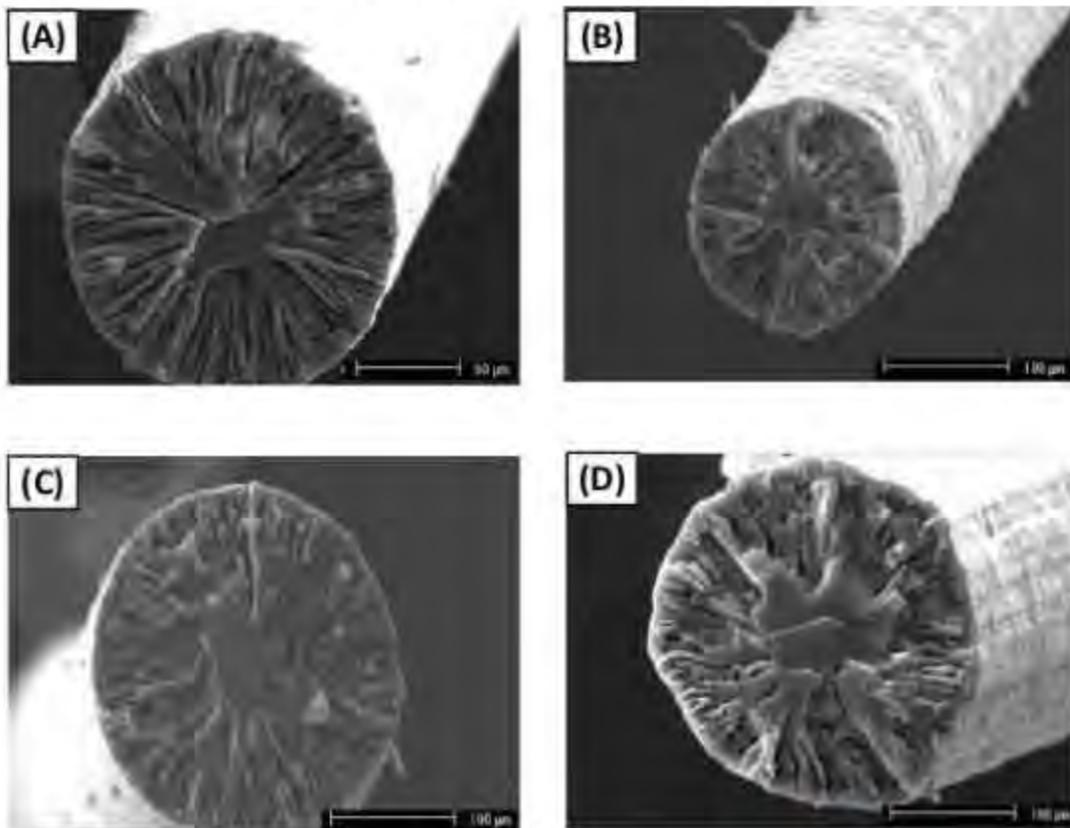


Figure 3.7: Struktur melintang serat komposit PAN/silika dengan perbedaan kandungan silika. (A) 0 wt.% (pure PAN), (B) 0.5 wt.%, (C) 1 wt.%, (D) 2 wt.%.

Figure 3.8 menunjukkan spektrum FTIR dari serat komposit PAN/silika dengan kandungan silika yang berbeda. Biasanya, spektrum PAN menunjukkan berkas di wilayah 2913, 2245, 1457 dan 1372 cm^{-1} yang menunjukkan karakteristik peregangan getaran dari alkana, peregangan getaran kelompok nitril ($\text{C}\equiv\text{N}$) dan lengkungan getaran kelompok (CH_3) dan ($-\text{CH}_2$) secara masing-masing. Puncak pada berkas dari 2342 dan 1632 cm^{-1} menunjukkan karakteristik dari CO_2 oleh karena kondisi yang instrumental dari kelompok $\text{C}=\text{O}$ yang mengindikasikan adanya akrilamida (AM). Bandingkan dengan PAN murni dan PAN/silika dengan berbagai kandungan silika, puncak dari Si-O-Si peregangan getaran dapat jelas dilihat di daerah 1167, 1114 dan 1066 cm^{-1} dalam sampel D karena kenaikan kandungan silika naik 2 wt.%. Oleh karena itu, spektrum FTIR menegaskan kehadiran kelompok Si-O-Si pada Figure 2 (Contoh B, C dan D) dengan peningkatan kandungan silika 0,5-2 wt.%.

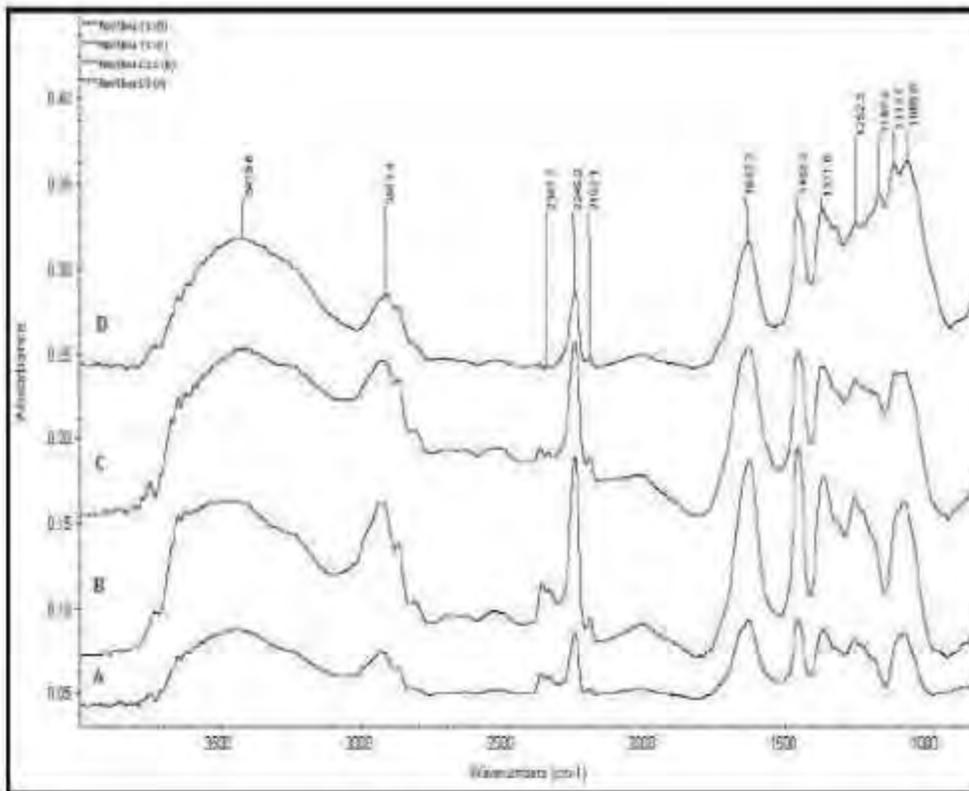


Figure 3.8: Spektrum FTIR dari serat PAN/Silika dengan perbedaan kandungan silika (A) 0 wt.% (PAN murni), (B) 0.5 wt.%, (C) 1 wt.% dan (D) 2 wt.%.

Figure 3.9 menunjukkan bahwa dengan peningkatan komposisi silika, modulus Young dari serat komposit/silika PAN juga telah meningkat. Hasil ini sesuai dengan pekerjaan yang dilaporkan oleh Ji dan Zhang dan Naito *et al.*, (Ji and Zhang, 2008; Naito *et al.*, 2008). modulus Young meningkat dari 2,82 GPa ke 5.94 GPa ketika komposisi silika meningkat dari 0 wt.% ke 1

wt.%. Kekuatan tarik dari serat/silika komposit PAN juga menunjukkan kenaikan dari 286 kPa menjadi 1,07 MPa seperti yang diamati pada Figure 3.9 (B). Nilai-nilai modulus dan kekuatan tarik turun menjadi 3,14 GPa dan 299 kPa masing-masing ketika komposisi silika ditambahkan hingga 2 wt.%. Oleh karena itu, nilai-nilai modulus dan kekuatan tarik ini telah secara dramatis habis ketika kandungan silika lebih dari 1 wt.%. Hasil ini setidaknya konsisten dengan hipotesis bahwa beberapa sifat mekanik dari serat komposit PAN/silika akan dibatasi oleh komposisi silika pada serat (Naito *et al.*, 2008). Oleh karena itu, ketika partikel silika tersebut meningkat menjadi 2 wt.%, Serat akan lebih rapuh dan pecah. Hal ini disebabkan oleh silika yang berkumpul (Zhang *et al.*, 2009).

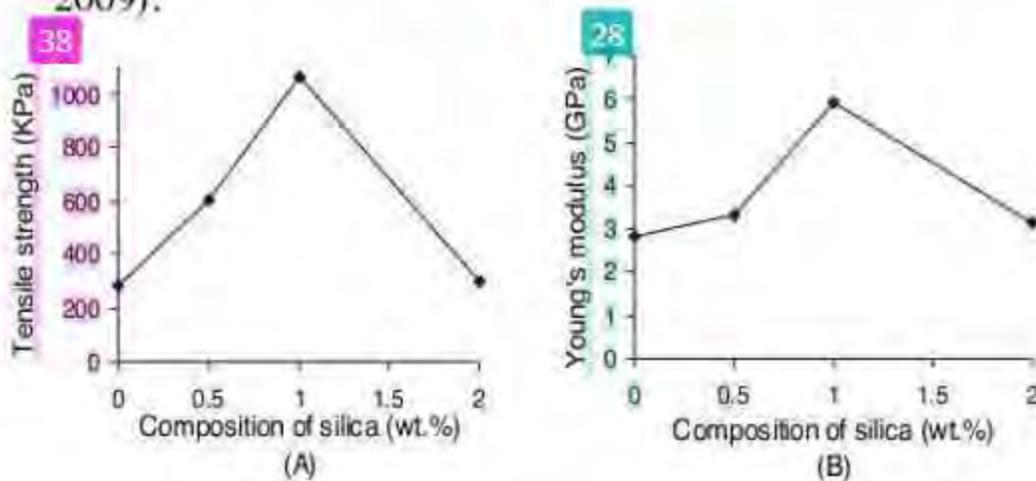


Figure 3.9: Kekuatan tarik (A) modulus Young (B) dari serat/silika komposit PAN dengan perubahan komposisi silika (wt.%) secara masing-masing.

3.3.4 Kesimpulan

Parameter proses elektrospinning mempengaruhi hasil dari serat nano. Untuk mendapatkan jaringan diameter serat yang seragam, dapat disarankan bahwa elektrospinning harus dilakukan pada potensial listrik lebih rendah (sekitar 10kV), laju aliran rendah (sekitar 3ml / h) dan konsentrasi polimer sekitar 20% berat.

mikrografik SEM menunjukkan bahwa butiran-butiran dibentuk dan digabungkan ketika kandungan silika lebih tinggi dari 1 wt.%. Kehadiran silika ditegaskan oleh FTIR. Penelitian ini menjelaskan bahwa modulus Young dan kekuatan tarik meningkat dengan peningkatan kandungan silika hingga 1 wt.% namun menurun bila kandungan silika naik lebih jauh hingga 2 wt.%. Penambahan partikel silika dari 1 wt.% memproduksi serat komposit/silika PAN lebih rapuh dan pecah

CHAPTER 4

EFEK DARI PARAMETER ELEKTROSPINNING: OPTIMALISASI PROSES DENGAN PENERAPAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY*

4.1 Pendahuluan

Tidak seperti teknik putaran serat konvensional, yang mampu memproduksi serat dengan diameter ke berbagai ukuran mikro, putaran elektrostatis, atau elektrospinning mampu menghasilkan serat dengan diameter dalam kisaran ukuran nanometer, atau "nanofiber". Dalam elektrospinning, gaya elektrostatis digunakan selain untuk kekuatan mekanik untuk mendorong proses pembentukan serat. nanofiber yang dihasilkan juga berupa substansi ilmiah dan dapat digunakan untuk kepentingan komersial, karena nanofiber menunjukkan morfologi dan sifat yang berbeda dari serat konvensional (Schwartz, 1999; Kardos, 1991; Liwen dan Xiangwu, 2008). Biasanya, serat karbon dibuat dari PAN dengan teknik konvensional (putaran kering-basah) dengan jumlah 15-20 wt.% larutan kopolimer PAN

menggunakan pelarut yang sesuai seperti N,N-dimetilformamida. Elektrospinning dengan polyacrylonitrile mampu menghasilkan serat dalam berbagai ukuran diameter nanometer, atau "nanofiber". Polyacrylonitrile memungkinkan tingkat percepatan pirolisis tanpa banyak gangguan pada struktur dasar. Substansi ilmiah nanofiber yang dihasilkan berupa fleksibilitas ekstrim, basis massa rendah, ekonomis dan kepentingan komersial, seperti morfologi dan sifat yang berbeda dari serat konvensional (Renuga et al., 2006; Yordem et al., 2008)

Nanomaterials telah menjadi prioritas penelitian sebagai industri bioteknologi, pertahanan dan khususnya pada semikonduktor, telah tertarik pada potensi aplikasi nanoteknologi. Sejumlah besar penelitian tentang serat fiber ukuran nano telah dilakukan untuk memenuhi tuntutan area aplikasi seperti teknik jaringan (Bhattarai et al., 2004; Jun. Et al., 2009.), Membran (Anantha et al., 2008.), Nanoresonators (Gruzintsev et al., 2004), biomedis (Seema et al., 2008) dan film tipis hidrofobik (Bin et al., 2008).

Diameter serat yang dihasilkan menentukan sifat dari serat tikar elektrospun seperti sifat mekanik, listrik, dan optik. Hal ini sebelumnya menunjukkan bahwa kedua

kekuatan dan konduktivitas film / tikar dari serat yang diproduksi oleh elektrospinning sensitif terhadap diameter serat (Daels et al., 2011). Selain itu, ukuran serat bersama dengan morfologi mempengaruhi perilaku hidrofobik polimer. Deitzel et al., (2001) ilustrasi efek morfologi (PAN) serat pada perilaku hidrofobik yang dihasilkan. Mereka mengamati tiga morfologi yang berbeda: butiran saja, butiran- serat dan serat saja. Berdasarkan fungsinya, Donlan (2002) menyimpulkan bahwa sudut kontak air (permukaan hidrofobik) dipengaruhi oleh ukuran serat. aplikasi penyaringan juga dipengaruhi oleh ukuran serat (Reneker et al., 2006). Oleh karena itu, penting untuk memiliki kontrol atas diameter serat yang merupakan fungsi dari material dan proses parameter. Meskipun pengenalan relatif lebih awal dari proses elektrospinning, efek dari proses dan materi parameter pada pembentukan serat masih dalam penyelidikan teoritis dan eksperimen. Royalet *al.*, Ekspresi untuk pancaran diameter, yang dihasilkan sebagai fungsi dari sifat material seperti konduktivitas, permitivitas dielektrik, viskositas dinamis, tegangan permukaan, dan kepadatan, serta karakteristik proses, seperti laju aliran, yang diterapkan pada medan listrik dan arus listrik (Royal *et al.*, 2003). prediksi mereka berkorelasi sangat baik dengan hasil

eksperimen untuk polyethyleneoxide (PEO) dan sudah cukup dengan hasil untuk PAN. Hasan et al., (2007) telah melaporkan sebuah karya eksperimental melalui metodologi respon permukaan (MRP), dan menunjukkan bahwa efek dari membuat medan listrik memungkinkan kejutan kecil atau diharapkan signifikan tergantung pada konsentrasi larutan di elektrospinning dari kain Sutera Bombyx Mori. Pekerjaan mereka menetapkan contoh yang baik dari interaksi yang mungkin antara parameter proses yang mungkin juga diharapkan untuk polimer lain (Hasan et al., 2007). Gu et al., (2008), yang juga bekerja pada MRP, dilaporkan bahwa tegangan listrik tidak berpengaruh signifikan pada pengolahan PAN secara komersial untuk nanofiber. Pada eksperimen mereka, bagaimanapun, pada jarak kolektor konstanta yang kemungkinan interaksi dengan parameter lain mungkin tidak muncul dalam hasil yang telah mereka identifikasi.

Dalam pekerjaan percobaan berorientasi ini, PAN larutan polimer adalah elektrospun untuk menghasilkan serat ukuran nano, dan penekanan diberikan kepada pengaruh konsentrasi larutan polimer, tegangan, dan jarak kolektor. efek mereka diselidiki dalam konteks *Response Surface Methodology* atau metodologi respon permukaan (RMP/MRP) yang menggabungkan desain eksperimen

(DE) dan regresi linear (Vera-Agullo et al., 2007). Pendekatan ini memungkinkan penyelidikan eksperimental faktor individu dan interaksi faktor (variabel atau parameter) secara bersamaan (Gu et al., 2008) sebagai lawan satu faktor Pendekatan pada –a-waktu (Deitzel et al., 2001). Sebuah model pengganti yang juga merupakan pendekatan respon permukaan telah dibangun. Seperti model empiris yang memungkinkan evaluasi parameter yang signifikan berdasarkan hasil eksperimen dan memberikan kemampuan prediksi untuk domain proses yang telah ditargetkan dalam respon telah diuji.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menyelidiki parameter proses elektrospinning (jarak layar, konsentrasi polimer dan tegangan) dan efek interaktif pada ukuran pori PAN membran nano fiber, sudut kontak, modulus Young dan permeabilitas air bersih. Tujuan lain adalah untuk memprediksi optimalisasi dari parameter elektrospinning yang mana ditargetkan dapat dicapai oleh PAN serat nano

4.2 Response Surface Methodology Atau Metode Respon Permukaan

Response Surface Methodology (RPM/MRP) berasal dari teknik matematika dan statistik. Hal ini dapat digunakan untuk mempelajari pengaruh beberapa faktor pada tingkat yang berbeda dan pengaruh mereka pada satu sama lain. MRP memiliki empat langkah utama, yaitu desain eksperimen, penyesuaian model, validasi model dan kondisi optimasi.

1. Identifikasi variabel $\xi_1, \xi_2, \xi_3, \dots$ untuk respon η .
2. Hitunglah korespondensi kode variabel (x_1, x_2, x_3, \dots) dengan menggunakan persamaan berikut.

$$x_i = \frac{\xi_i - [\xi_{Ai} + \xi_{Bi}]/2}{[\xi_{Ai} - \xi_{Bi}]/2} \quad (4.1)$$

dimana ξ_{Ai} dan ξ_{Bi} merujuk pada variabel level rendah ξ_i masing-masing.

3. Penentuan model empiris dengan analisis regresi berganda (\hat{y}). Model Orde Kedua secara garis besar digunakan pada MRP. Persamaan umum untuk respon η pada model orde kedua menggunakan persamaan :

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (4.2)$$

dimana k adalah faktor bilangan, x_i adalah variabel kode untuk respon dan β merupakan koefisien

4. Perhitungan untuk koefisien β yang mungkin mendekati data eksperimen yang sesuai.

Parameter antara respon dan variabel di perlihatkan dengan permukaan respon atau Plot Kontur untuk melihat pengaruh relative dari parameter, untuk mencari kombinasi parameter optimal dan untuk memprediksi hasil eskperimen untuk kombinasi parameter lainnya

Validasi dari model terpilih yang digunakan untuk mengoptimasi parameter proses telah diuji menggunakan ANOVA. Keseluruhan koefisien variabel telah dianalisis dan plot kontur respon telah dihasilkan menggunakan perangkat lunak (*software*) Design Profesional. Secara umum, objek pertama MRP adalah untuk optimasi respon (y) berdasarkan faktor yang telah diinvestigasi (Soo *et al.*, 2004). Perangkat Lunak Design Profesional sudah digunakan untuk mengembangkan rencana eksperimen dan mengoptimasi regresi (Equation 4.2). Statistik yang signifikan pada persamaan model orde kedua telah dinyatakan dengan melakukan uji statistik Fisher untuk analisis varians (ANVA/ANOVA). Secara khusus model

yang baik harus signifikan berdasarkan F-nilai dan P-nilai yang bertentangan dengan kurangnya penyesuaian (tidak signifikan) dan model signifikansi regresi telah ditolak. Selain itu proporsi variasi ditunjukkan oleh koefisien ganda untuk determinasi R^2 seharusnya mendekati nilai 1 yang akan didemonstrasikan dengan korelasi yang baik antara eksprimen dan nilai yang diprediksikan (Wang and Lu, 2005).

4.3 Experimental

4.3.1 Material Dan Persiapan Pencampuran

Bubuk Polyacrylonitrile (PAN), N, N-dimethylformamide (DMF) dan acrylamide (AM) yang didapatkan dari Aldrich Chemical dan digunakan tanpa adanya pemurnian lebih lanjut (1 wt.% to PAN) dan nano partikel perak (1 wt.% untuk larutan) menjadi 15, 16, 17.5 and 19 wt.% PAN larutan dalam DMF. Campuran telah diaduk secara mekanikal selama 24 jam pada suhu 60 °C untuk mendapatkan silika yang homogen dan perak yang terlarut pada larutan PAN (Mataram *et al.*, 2010).

4.3.2 Elektrospinning

Penyesuaian eksperimen digunakan digunakan untuk penyusunan serat nano tika terdiri dari beberapa peralatan seperti power supply, drum untuk pengumpulan dan reservoir. Sebuah 100 mL waduk digunakan untuk menahan larutan elektrospinning. larutan PAN disiapkan dalam bagian 4.3.1 dipompa dengan laju konstan 2 mL / jam dengan bantuan pompa metering melalui jarum stainless steel diameter dalam 0,8 mm. Sebuah drum berdiameter 15 cm terhubung ke kecepatan motor variabel, digunakan untuk mengumpulkan serat nano. Sebuah tegangan DC tinggi diaplikasikan untuk jarum dengan bantuan tegangan tinggi yang diatur power supply DC (Model ES 30P-5W, Penelitian Gamma Tegangan Tinggi, Ormond Beach, FL, USA). Drum Pengumpul berada pada tanah sehingga menghasilkan kekuatan medan listrik diinginkan antara ujung pemintal dan permukaan kolektor. Serat nano tika harus dipindahkan secara hati-hati dari kolektor, dan pelarut sisa terkait dengan serat nano tika telah dipindahkan dengan menjaga serat tika dalam oven setidaknya selama 2 hari pada suhu 40 ° C. Serat nano tika elektrospun yang telah kering disimpan dalam desikator.

4.4 Karakteristik Membran Serat Nano

4.4.1 Ukuran pori

Ukuran pori membran PAN nanofiber ditentukan dengan menggunakan metode titik gelembung. Hal ini didasarkan pada pengukuran tekanan yang diperlukan untuk meniup udara melalui membran yang berisi cairan. Skema dari peralatan yang digunakan ditunjukkan pada Figure 4.1. Membran ditempatkan di sel pendukung 5 cm³ dan terhubung ke meteran gelembung-aliran. Tekanan diaplikasikan pada dasar membran. Tekanan di mana aliran udara mulai terjadi disebut titik gelembung dan hubungan antara ukuran pori, R, dan titik gelembung diberikan oleh persamaan Young-Laplace:

$$R = \frac{2\gamma}{\Delta P} \cos \theta \quad (4.3)$$

dimana ΔP adalah titik potong perbedaan tekanan pada titik gelembung, γ tegangan permukaan air yang mengering θ the sudut pengeringan. sistemnya ditunjukkan pada figure 4.1 and appendix C1.

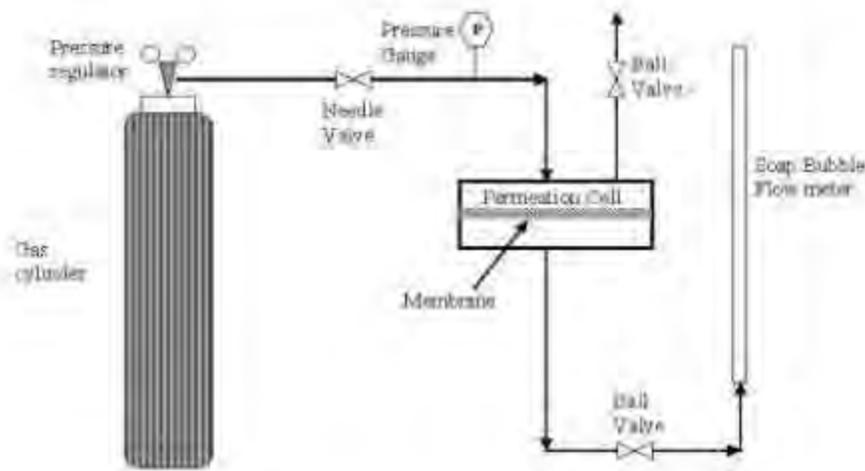


Figure 4.1: Equipment for bubble point measurement

Sudut kontak statis membran telah diukur menggunakan sistem analisis kontak sudut (VCA Optima, AST Products Inc, USA). Pengukuran dilakukan dengan menjatuhkan 5 μl air pada membran dengan dimensi $2 \times 2 \text{ cm}^2$ dan diobservasi selama 10 detik. Untuk memperkecil kesalahan eksperimen, pengukuran diulangi sepuluh kali untuk mendapatkan rata-rata dan deviasi standar

Rata-rata Radius Pori, r_m , (μm) diatas lainnya telah disebutkan menggunakan metode kelajuan filtrasi, sesuai dengan persamaan Guerout-Elford-Ferry r_m dapat disebutkan secara eksperimen dengan :

$$r_m = \sqrt{\frac{(2.9 - 1.75\varepsilon) \times 8\eta l Q}{\varepsilon A \Delta P}} \quad (4.5)$$

dimana η adalah viskositas air ($8.9 \times 10^{-4} \text{ Pa s}$), l adalah ketebalan membran (m), Q adalah volume penyerapan air

per satuan waktu ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$), A adalah area efektif membran (m^2) and ΔP adalah tekanan operasional (0.1 MPa).

4.4.2 Permeabilitas Air Bersih

Permeabilitas Air Bersih (PAB) adalah sistem penyerapan yang menggunakan fluks maksimal yang didapat tergantung pada kondisi membran. Itu dapat dijelaskan dengan mengukur perbedaan fluks Tekanan Trans Membran (TTM). Kemiringan dari hasil kurva dianggap sebagai PAB. Tes PAB telah dilakukan pada suhu 25°C .

Tabel 4.1: Prosedur MRP untuk optimasi parameter proses untuk proses elektrospinning

4 Std	Run	Block	Factor 1 Distance (cm)	Factor 2 Pol. Conct (wt.%)	Factor 3 Voltage (Volt)	Response 1 Pore size (micron)	Response 2 Contact angle (degree)	4 Response 3 Young modulus (Pascal)	Response 4 CWP ($\text{L}/\text{m}^2\text{hr.bar}$)
1	14	Block 1	6.00	16.00	15.00	0.3	37	789	1878
2	18	Block 1	15.00	16.00	15.00	0.24	43	800	1900
3	7	Block 1	6.00	19.00	15.00	0.2	38	870	1989
4	4	Block 1	15.00	19.00	15.00	0.23	51	896	1993
5	2	Block 1	6.00	16.00	25.00	0.16	48	1036	2036
6	6	Block 1	15.00	16.00	25.00	0.12	47	977	2003
7	13	Block 1	6.00	19.00	25.00	0.3	39	1020	2010
8	9	Block 1	15.00	19.00	25.00	0.12	54	1076	2001
9	8	Block 1	2.93	17.50	20.00	0.3	42	977	2010
10	11	Block 1	18.07	17.50	20.00	0.15	49	937	2011
11	15	Block 1	10.50	14.98	20.00	0.26	38	973	1958
12	1	Block 1	10.50	14.98	20.00	0.3	51	986	1988
13	10	Block 1	10.50	17.50	11.59	0.16	49	776	1988
14	3	Block 1	10.50	17.50	28.41	0.17	55	1005	2009
15	12	Block 1	10.50	17.50	20.00	0.16	47	935	2012
16	5	Block 1	10.50	17.50	20.00	0.16	46	978	1997
17	17	Block 1	10.50	17.50	20.00	0.23	43	950	1998
18	16	Block 1	10.50	17.50	20.00	0.24	42	958	1956

4.5 Hasil

4.5.1 Penyesuaian Model and Analisis Statik

orde kedua model regresi polinomial yang terdiri dari 4 langkah mundur dan 4 kuadrat dipergunakan menggunakan MRP. Semua model ditemukan menjadi signifikan dengan R^2 lebih tinggi dari 0.80. Joglekar and May (1987) juga disarankan untuk penyesuaian yang baik pada model, R^2 seharusnya lebih kecil 0.80. R^2 untuk variabel respon yang lebih tinggi dari 0,80, menunjukkan bahwa regresi model telah dijelaskan dengan reaksi yang baik. Kurangnya penyesuaian yang tidak signifikan, itu berarti bahwa akurasi model ini memperlihatkan data di wilayah eksperimental.

Prosedur eliminasi langkah mundur telah digunakan untuk menghapus hubungan tidak signifikan dan hasil ANVA/ANOVA untuk model pengurangan kuadrat. ANVA/ANOVA adalah teknik statistik yang membagi variasi total dalam satu set data menjadi bagian-bagian yang terkait dengan sumber variasi tertentu untuk tujuan pengujian hipotesis pada parameter model (Rana et al., 2005). ANVA/ANOVA model ini telah menunjukkan bahwa model secara signifikan yang tinggi dibuktikan dari Tabel 4.1 yang mana efek tabulasi dan interaksi jarak layar, konsentrasi polimer dan tegangan pada ukuran pori,

sudut kontak, modulus young dan permeabilitas air bersih untuk mendapatkan proses optimal dalam elektrospinning. Sebuah pengujian statistik menggunakan uji statistik Fisher untuk ANVA/ANOVA digunakan untuk penentuan variabel yang signifikan di mana tingkat signifikansi peringkat berdasarkan nilai F-ratio. Sebagai contoh yang sesuai fakta bahwa besarnya jarak nilai F dan korespondensi lebih kecil kecil nilai 'Prob>F, the yang lebih signifikan adalah model korespondensi dan koefisien tunggal (Chen *et al.*,2010; Khouni *et al.*, 2010). Itu telah diboserasi dari analisis ANVA/ANOVA (Tabel 4.2; 4.3; 4.4; 4.5) bahwa level kepastian lebih besar dari 80% ($P < 0.05$). Hal ini menunjukkan bahwa model estimasi cocok dengan data eksperimen memadai. Kurangnya penyesuaian tidak harus signifikan (model signifikansi regresi ditolak). Dalam hal ini, ideal atau hubungan model signifikan. Nilai P lebih besar dari 0,1000 menunjukkan istilah model yang tidak signifikan dan model harus ditingkatkan. Jarak layar, konsentrasi polimer dan tegangan adalah tiga variabel (faktor) yang diidentifikasi dalam penelitian kami. Ketika $k = 3$, model empiris menjadi:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \epsilon \quad (4.6)$$

dimana y adalah respon (y_1 is ukuran pori; y_2 is kontak sudut; y_3 adalah moduls young; y_4 adalah permablitas air bersih; β adalah variabel lain; x_1 adalah variabel jarak layar; x_2 variabel konsentrasi polymer; x_3 isadalah tegangan dan ϵ adalah hubungan kesalahan acak

4.5.2 Pendekatan *Response Surface Methodology* terhadap faktor-faktor optimasi

Berdasarkan pendekatan MRP, akan berjalan jika terhubung di CCD desain model percobaan untuk memvisualisasikan efek dari faktor independen pada respon dan hasil bersama dengan kondisi eksperimental. Menurut model sekuensial jumlah kuadrat, model dipilih berdasarkan orde polinomial tertinggi yang mana diterapkan persyaratan tambahan yang signifikan. Hubungan empiris antara respon dan variabel ditunjukkan dengan mengikuti penyesuaian persamaan derajat kedua. Hasil eksperimen dievaluasi dan fungsi aproksimasi dari ukuran pori (y_1), sudut kontak (y_2), modulus young (y_3) dan CWP (y_4) yang diperoleh dalam persamaan akhir dalam hal faktor fungsi dan aktual adalah:

$$\begin{aligned}
 y_{1\text{fungsi}} &= 0.21 - 0.037x_1 \\
 y_{2\text{fungsi}} &= 43.84 + 3.28x_1 + 2.11x_2 + 2.13x_3 + \\
 &\quad 2.18x_3^2 + 2.88x_1x_2 \\
 y_{3\text{fungsi}} &= 960.5 + 20.64x_2 + 83.41x_3 - 25.69x_3^2 \\
 y_{4\text{fungsi}} &= 1985.39 + 16.58x_2 + 23.82x_3 - 29.99x_2x_3 \\
 &\quad \dots(4.7)
 \end{aligned}$$

dan

$$\begin{aligned}
 y_{1\text{actual}} &= 0.29693 - 0.000817284 \text{ distance} \\
 y_{2\text{actual}} &= 116.20511 - 6.72517 \text{ distance} - 3.06324 \\
 &\quad \text{polymer concentration} - 3.06643 \text{ voltage} \\
 &\quad + 0.087311 (\text{voltage})^2 + \\
 &\quad 0.42593 \text{ distance. polymer concentration} \\
 y_{3\text{actual}} &= -24.99231 + 13.75931 \text{ polymer} \\
 &\quad \text{concentration} + 57.79329 \text{ voltage} - \\
 &\quad 1.02778 (\text{voltage})^2 \\
 y_{4\text{actual}} &= 343.31912 + 88.38780 \text{ polymer} \\
 &\quad \text{concentration} + 72.43083 \text{ voltage} - \\
 &\quad 3.86667 \text{ polymer concentration. voltage} \\
 &\quad \dots(4.8)
 \end{aligned}$$

dimana y_1 adalah ukuran pori, y_2 is kontak sudut, y_3 adalah modulus young dan y_4 adalah permeabilitas air bersih.

Model empiris persamaan di atas adalah model hubungan matematis yang dapat digunakan untuk memprediksi dan mengoptimalkan ukuran pori, sudut kontak, modulus young dan CWP dalam berbagai faktor variabel penelitian ini. Analisis plot probabilitas normal dari residual digambarkan hampir mendekati garis lurus sisa distribusi, yang menunjukkan kesalahan terdistribusi merata dan menunjang kecukupan penyesuaian kuadrat terkecil. Hasil diilustrasikan pada Figures 5.2 to 5.5 berdasarkan model tersebut yang diusulkan yang khusus memadai dan cukup bebas dari gangguan terhadap kebebasan atau asumsi varians konstan, sebagai residu yang telah dipelajari yang secara sama tertabulasi dengan garis malar pada sumbu x

Tabel 4.2: ANVA/ANOVA untuk model permukaan respon kuadrat untuk

ukuran pori respon

8 Source	Sum of square	Degree of freedom	Mean square	F-value	Prob>F
Model	26 0.018	1	0.018	5.85	0.0278 ^a
A	0.018	1	0.018	5.85	0.0278
Residual	0.051	16	0.00315		0.3421 ^b
Lack of fit	0.045	13	0.003448	1.82	
Pure error	0.0005675	3	0.0001892		
Cor total	0.069	17			
Std. Dev.	0.056		R ²		0.8678
Mean	0.21		Adjusted R ²		0.8220

7 Value of 'Prob>F' less than 0,0500 indicate model terms are ideal or significant.

^a Significant

^b Not Significant

Tabel 4.3: ANVA/ANOVA untuk model permukaan respon kuadaratik untuk respon kontak sudut

Source	Sum of square	Degree of freedom	Mean square	F-value	Prob>F
Model	400.86	5	80.17	7.91	0.0017 ^a
A	146.78	1	146.78	14.48	0.0025
B	61.00	1	61.00	6.02	0.0304
C	61.97	1	61.97	6.11	0.0294
C ²	64.98	1	64.98	6.41	0.0263
AB	66.13	1	66.13	6.52	0.0253
Residual	121.64	12	0.01014		
Lack of fit	104.64	9	11.63	2.05	0.3005 ^b
Pure error	17.00	3	5.67		
Cor total	522.50	17			
Std. Dev.	3.18		R ²		0.8672
Mean	45.50		Adjusted R ²		0.8702

Value of 'Prob>F' less than 0.0500 indicate model terms are ideal or significant.

^a Significant

^b Not Significant

Tabel 4.4: ANVA/ANOVA untuk model permukaan response kuadratik untuk respon modulus young

Source	Sum of square	Degree of freedom	Mean square	F-value	Prob>F
Model	109800	3	36612.46	41.15	<0.0001 ^a
B	5817.37	1	5817.37	6.54	0.0228
C	95015.91	1	95015.91	106.78	<0.0001
C ²	9004.10	1	9004.10	10.12	0.0067
Residual	12457.57	14	0.088983		
Lack of fit	11494.82	11	1044.98	3.26	0.1802 ^b
Pure error	962.75	3	320.92		
Cor total	122300	17			
Std. Dev.	29.83		R ²		0.8981
Mean	941.06		Adjusted R ²		0.8763

Value of 'Prob>F' less than 0.0500 indicate model terms are ideal or significant.

^a Significant

^b Not Significant

Tabel 4.5: ANVA/ANOVA untuk model permukaan respon kuadratik untuk respon permeabilitas air bersih (PAB)

Source	Sum of square	Degree of freedom	Mean square	F-value	Prob>F
Model	18232.32	3	6077.44	9.63	0.0010 ^a
B	3754.99	1	3754.99	5.95	0.0286
C	7749.34	1	7749.34	12.28	0.0035
BC	6728.00	1	6728.00	10.66	0.0056
Residual	8831.95	14	0.063085		
Lack of fit	7081.20	11	643.75	1.10	0.5309 ^b
Pure error	1750.75	3	583.58		
Cor total	27064.28	17			
Std. Dev.	25.12		R ²		0.8737
Mean	1985.39		Adjusted R ²		0.8037

Value of 'Prob>F' less than 0.0500 indicate model terms are ideal or significant.

^a Significant

^b Not Significant

4.5.3 Efek Faktor Interaktif

Model desain eksperimental digunakan untuk mengevaluasi efek dan interaksi antara tiga variabel proses pada elektrospinning parameter proses. Pengaruh variabel faktor (jarak layar, konsentrasi polimer, dan tegangan) pada ukuran pori, sudut kontak, modulus Young dan CWP dianalisis menggunakan simulasi grafik analisis interaksi dan plot kontur sesuai dengan model kuadrat mundur. Setiap plot merupakan efek dari tiga faktor batasan yang dipelajari dengan faktor-faktor lain dijaga pada tingkatan nol atau zero.

Signifikansi interaksi antara faktor-faktor dari ukuran pori dapat lebih baik diperhitungkan menggunakan 3D-kontur plot grafik pada Figure 4.2. Sementara efek interaksi antara konsentrasi polimer dan jarak layar menunjukkan penurunan yang luar biasa terhadap ukuran pori ketika jarak layar meningkat. Menggunakan peningkatan jarak layar mulai dari 6 sampai 15 cm, ukuran pori membran menurun secara signifikan; Sementara itu sebuah trendwas serupa diamati dengan meningkatkan konsentrasi polimer. Peningkatan yang dibawa oleh penurunan ukuran pori tampaknya sedikit lebih besar pada jarak layar yang lebih tinggi dari 15 cm tersebut pada eksperimen yang dilakukan

Selain itu, perubahan ukuran pori juga dianalisis sebagai fungsi dari semua parameter proses penelitian. Perlu dicatat bahwa ukuran pori dipengaruhi kenaikan paling besar oleh jarak layar, sehingga menghasilkan morfologi membran terbaik

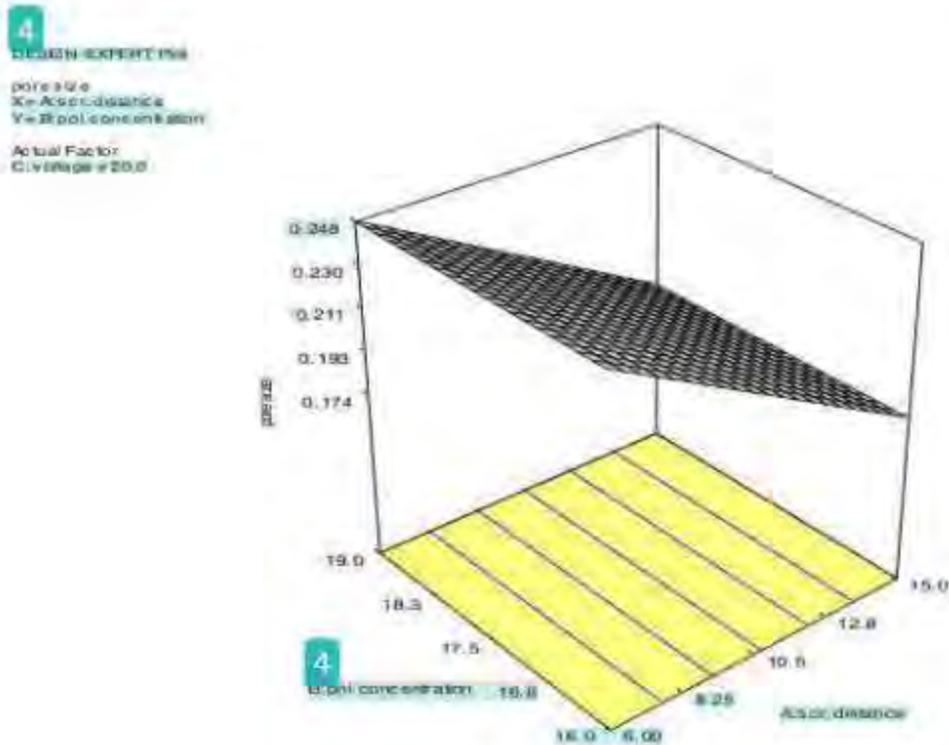


Figure 4.2 : 3D-Plot Kontur Ukuran pori sebagai fungsi dari konsentrasi polimer dan jarak layar

Figure 4.3 menunjukkan peningkatan luar biasa didalam kontak sudut sebagai peningkatan konsentrasi polimer 16 wt.% to 19 wt.% dan jarak layar meningkat dari 8.00 cm to 15 cm. nilai kontak sudut yang drastic didapat menggunakan nilai tertinggi dari kedua faktor 19 wt.% dan 15 cm, masing-masing. Kontak sudut paling tinggi yaitu 52.1° , yang mengindikasikan hidrofilitas membran serat nano elektrospun. Perlu dicatat bahwa hidrofilitas itu respon penting untuk penerapan dalam pengolahan air

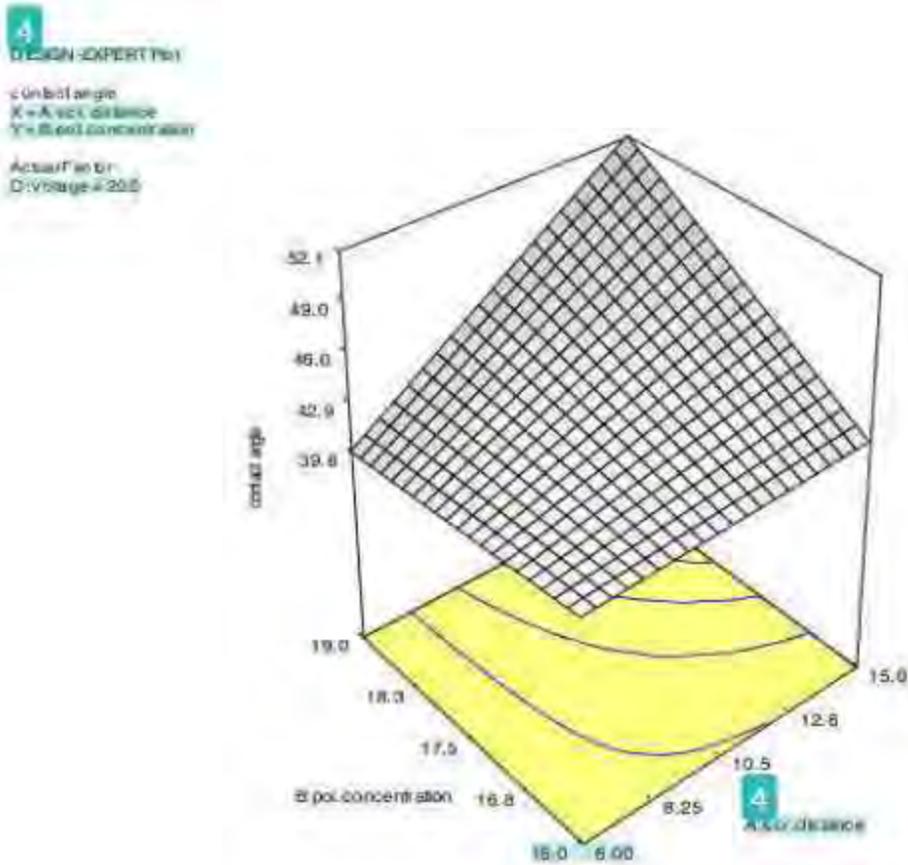


Figure 4.3: 3D-plot kontur dari kontak sudut sebagai fungsi dari konsentrasi polimer dan jarak layar

Interaksi antara faktor pada moduls young dapat lebih baik diimplementasikan menggunakan 3D-plot kontur grafik pada Figure 4.4. Nilai modulus Young ditemukan maksimum disekitar kurang lebih di level faktor maksimum (1). Perlu dicatat bahwa perubahan konsentrasi polimer tidak mempengaruhi secara signifikan

terhadap nilai modulus young. Di sisi lain, peningkatan jarak layar meningkatkan modulus Young, terutama pada konsentrasi polimer yang lebih tinggi (17.5 wt.% to 19 wt.%). Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi polimer yang lebih besar menyebabkan modulus young yang lebih tinggi. Sementara itu, pada konsentrasi polimer yang lebih rendah, nilai modulus Young sedikit meningkat.

4
DESIGN-EXPERIMENT
young modulus
X=Asci, distance
Y=Polimer konsentrasi
Actual Factor
Curvature=200

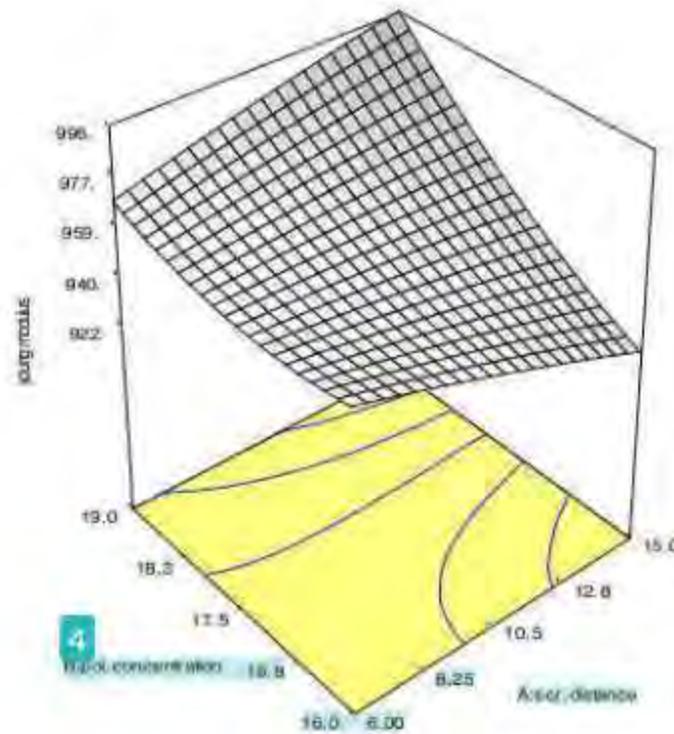


Figure 4.4: 3D-plot kontur dari modulus young sebagai fungsi dari konsentrasi polimer dan jarak layar

Figure 4.5 menunjukkan plot kontur dalam kasus respon dari permeabilitas air bersih (PAB) .Pada tegangan yang lebih tinggi dari 25 kV, penurunan konsentrasi polimer menghasilkan nilai sekitar maksimum PAB. Di sisi lain, tegangan rendah membawa peningkatan drastis dari PAB dengan konsentrasi polimer . pada konsentrasi polimer yang lebih tinggi dari 19 wt.%, Nilai PAB mengakibatkan berada pada batasan nilai 1.995,22-2.021,63 ($L/m^2 h bar$) sebagai perubahan tegangan dari 15 kV ke 25 kV. keadaan ini menunjukkan bahwa perubahan dalam PAB lebih responsif terhadap tegangan pada konsentrasi polimer yang rendah. Keadaan ini juga menunjukkan bahwa nanofiber dapat diproduksi dalam berbagai kondisi proses. Gambar 5.6 juga menunjukkan bahwa nanofiber dari PAB tinggi dapat secara teoritis dihasilkan pada konsentrasi tinggi mulai dari 18,25 wt.% Ke 19 wt.% Dan pada berbagai tegangan di mulai dari 15 kV ke 25 kV. Sementara itu, nilai terbaik dari PAB ($20.121,63 L/m^2 h bar$) dicapai oleh tegangan tertinggi dan konsentrasi polimer terendah 25 kV dan 16 wt.%, Masing-masing. Namun, hasil ini mengikuti arah diperoleh dari plot kontur yang menunjukkan bahwa konsentrasi yang lebih rendah memberikan diameter serat lebih rendah juga.

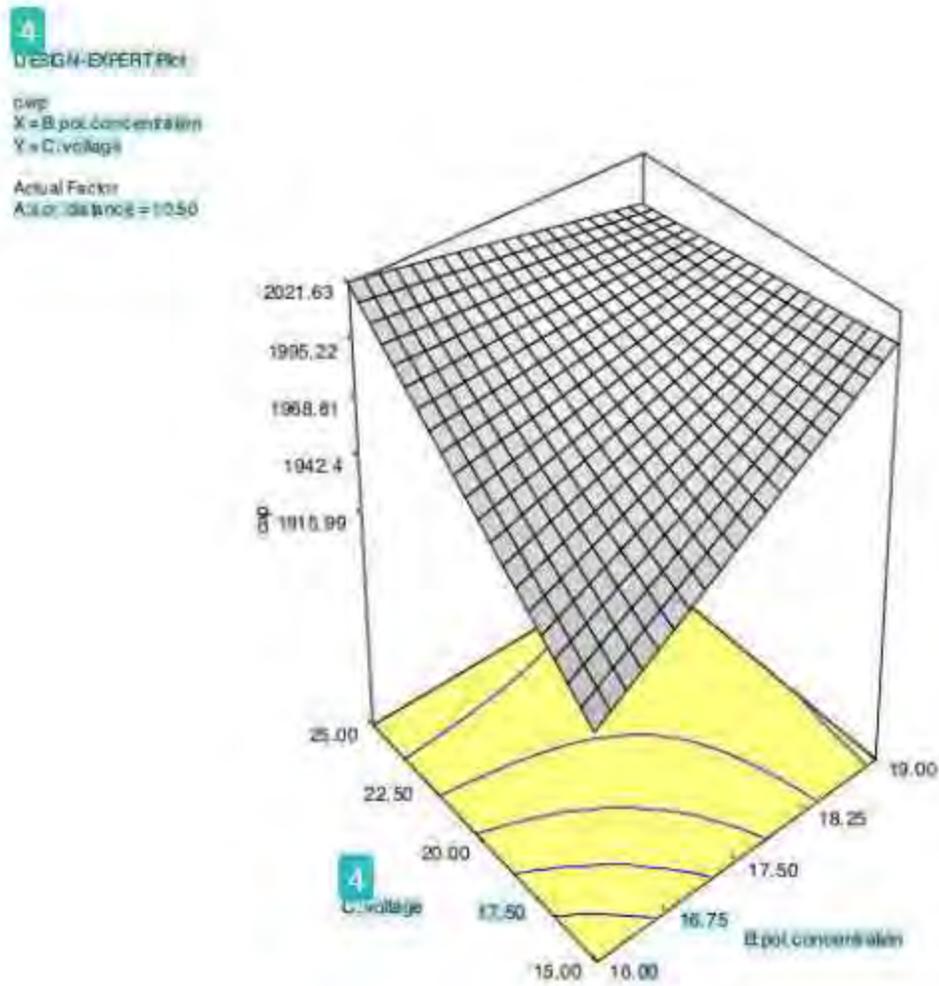


Figure 4.5: 3D-plot kontur dari Permeabilitas Air Bersih (PAB) sebagai fungsi dari konsentrasi polimer dan voltase

4.5.4 Optimasi dari Proses Parameter

Tujuan utama dari optimasi adalah untuk menentukan nilai optimum dari faktor ukuran pori, sudut kontak, modulus Young dan PAB dari model yang diperoleh dari percobaan. Dalam tulisan ini, kondisi optimum sering dihitung dan dihadapkan beberapa kendala dalam rangka untuk memastikan mereka untuk menjadi lebih realistis. Selain itu, model yang digunakan dalam studi optimasi adalah dasar empiris, tinggi dan rendah tingkatan dari parameter proses dalam desain eksperimental yang dipertimbangkan, mau tidak mau, sebagai kendala eksplisit, untuk menghindari ekstrapolasi. Dengan demikian, masalah optimasi didefinisikan sebagai:

$$y \text{ is optimum} \quad (4.9)$$

dan kendala pada parameter x_i

$$-1 < x_i < +1, \quad i = 1, 2, 3 \quad (4.10)$$

Masalah optimasi yang diberikan dalam Persamaan 5.9 diselesaikan menggunakan kendala program optimisasi yang disediakan di MRP optimasi toolbox. Kondisi reaksi dioptimalkan diurutkan menurut urutan keinginan secara

menurun. Keinginan(desirability) adalah fungsi tujuan yang mencerminkan rentang diinginkan untuk masing-masing faktor dan didefinisikan sebagai sarana geometris dari semua faktor yang telah berubah. Hasil respon dengan standar deviasi tercantum dalam Tabel 4. 6.

Tabel 4.6: Nilai optimum dari faktor-faktor (parameter proses) untuk hasil respons maksimum

Factor	Optimum value	S. D
y ₁ (pore size, micron)	0.214862	0.056
y ₂ (contact angle, degree)	42.9529	3.18
y ₃ (young modulus, pascal)	950.267	29.83
y ₄ (CWP, L/m ² hr. bar)	1979.52	25.12
x ₁ (distance, cm)	10.04	-
x ₂ (pol. concentration, wt.%)	17.15	-
x ₃ (voltage, volt)	19.68	-

4.5.5 Hasil Verifikasi

Untuk mengkonfirmasi kecukupan model untuk memprediksi hasil respon maksimum, empat faktor percobaan menggunakan kondisi operasi optimum ini yang telah dilakukan pada Tabel 4.6. nilai yang sebenarnya yang diperoleh dan nilai-nilai yang terkait diprediksi dari percobaan dibandingkan untuk analisis residu dan persentase kesalahan lebih lanjut. Persentase kesalahan antara nilai aktual dan prediksi keadaan dihitung oleh :

$$\% \text{ Error} = \frac{\text{Residual}}{\text{Actual value}} \times 100\% \quad (4.11)$$

Yang mana sisa dapat ditentukan dari selisih antara nilai aktual dan nilai prediksi; nilai aktual adalah sebuah nilai eksperimental penelitian yang telah dilakukan selama ini.

Hasil pada Tabel 4.7 menunjukkan bahwa persentase kesalahan tersirat oleh model empiris yang dikembangkan jauh akurat untuk seluruh keadaan. Persentase kesalahan antara nilai aktual dan prediksi baik dalam nilai 5%, menunjukkan bahwa kecukupan model yang wajar dalam 95% dari prediksi interval. kecocokan yang baik antara hasil prediksi dan eksperimental diverifikasi validitas

model dan tercermin keberadaannya pada titik optimal. Dengan ini berarti analisis lebih lanjut berkaitan dengan proses operasional ideal untuk kinerja membran optimal akan didasarkan pada pengembangan model ini. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini menunjukkan juga bahwa MRP adalah alat yang ampuh untuk mengoptimalkan faktor individu atau tunggal

Tabel 4.7: Prediksi dan Nilai Eksperimental untuk respon pada kondisi optimal

	Response			
	Pore size	Contact angle	Young modulus	CWP
Predicted	0.211	43.844	960.55	1985.39
Experimental	0.208	43.834	960.46	1985.33
Residual	0.003	0.0101	0.0889	0.0631
% error	0.32	1.01	0.0090	0.003

4.6 Kesimpulan

Sebuah rancangan faktorial lengkap dan desain komposit pusat metodologi respon permukaan dapat digunakan untuk menentukan variabel yang signifikan dan kondisi optimum untuk fabrikasi serat nano PAN untuk pengolahan air limbah sehubungan dengan ukuran pori, sudut kontak, modulus Young dan PAB. persamaan kuadrat dikembangkan di penelitian ini untuk menunjukkan adanya korelasi yang tinggi antara nilai-nilai yang diamati dan nilai-nilai yang berpredikat.

CHAPTER 5

EFEK DARI KONSENTRASI PENCAMPURAN PADA STRUKTUR DAN UKURAN PORI DARI MEMBRAN SERAT NANO

5.1 Pendahuluan

Mikrofiltrasi adalah operasi penting untuk proses biofarmasi, air limbah pra-pengobatan, air dan pemurnian udara, dan aplikasi makanan dan minuman. Sebagian media microfiltering komersial inheren homogen (massa dan ketebalan tidak seragam) di semua lokasi. Hal ini mempengaruhi kinerja operasional media penyaringan. Seringkali tujuan perkembangan selama fabrikasi membran mikrofiltrasi efisien adalah permeabilitas, kinerja filtrasi dan mencapai keseragaman dalam struktur (Ma and Ramakrishna, 2008; Sang *et al.*, 2008; Bjorge *et al.*, 2009). Baru-baru ini, telah ada beberapa upaya untuk mempersiapkan mikrofilter dari serat nano (Bazargan *et al.*, 2011; Gopal *et al.*, 2006; Homaeigohar *et al.*, 2010). Serat nano tika menawarkan sifat-sifat yang unik seperti area permukaan spesifik yang tinggi (batasan dari 1–35

m^2/g bergantung pada diameter dari serat-serat), interkonektivitas yang baik dari pori-pori dan potensial terhadap penggabungan kimia aktif dari fungsinitas dari ukuran nano (Ramakrishna *et al.*, 2005; Reneker and Fong, 2006). Tidak seperti teknik konvensional serat pemintalan (putaran basah, putaran kering, putaran meleleh, putaran gel), yang mampu menghasilkan serat polimer dengan diameter turun ke kisaran mikro meter, putaran elektrostatis atau 'elektrospinning' adalah proses yang mampu menghasilkan serat polimer di rentang diameter nanometer (Chronakis 2005; Theron *et al.*, 2004; Pant *et al.*, 2010; Homayoni *et al.*, 2009).

Elektrospinning adalah proses fabrikasi yang efisien yang dapat dimanfaatkan untuk merakit polimer tika berserat yang terdiri dari diameter serat mulai dari beberapa mikron ke serat dengan diameter yang lebih rendah dari 100 nm. metode pengolahan elektrostatis ini menggunakan medan listrik tegangan tinggi untuk membentuk serat padat dari aliran fluida polimer (larutan atau lelehan) diteruskan melalui nozzle ukuran milimeter. Serat nano adalah serat padat ultrafine terkenal karena diameter yang sangat kecil (lebih rendah dari 100 nm), area permukaan besar per satuan massa dan ukuran pori kecil. Karena sifat yang melekat pada proses

elektrospinning, yang dapat mengontrol deposisi serat polimer ke sebuah substrat sasaran, nanofiber dengan kompleks, dan halus yang terdiri dari bentuk tiga dimensi yang dapat dibentuk. Pembangunan serat komposit nano oleh elektrospinning dari campuran polimer batang kaku dan polimer fleksibel juga bisa dilakukan. Serat nano elektrospun bahkan dapat disejajarkan untuk membangun struktur nano fungsional unik seperti nanotube dan kawat nano. Selanjutnya, tergantung pada polimer khusus yang digunakan, berbagai macam sifat kain seperti kekuatan, berat badan dan porositas, fungsi permukaan dll dapat dicapai. Tantangan dihadapi selama fabrikasi dari serat nano tika ini oleh elektrospinning untuk mencapai:

- (1) homogenitas ukuran (ukuran) distribusi dari serat dalam gelaran
- (2) keseragaman dalam posisi dan orientasi dari serat dalam gelaran (ketebalan dan indeks struktural) dan
- (3) daya tahan lapisan serat dalam gelaran nanofibrous.

Pemahaman tentang distribusi, deposisi dan orientasi nanofiber akan sangat berguna untuk persiapan microfilters nanofibrous seragam. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi pencampuran di tika nanofiber elektrospun

dan menghubungkan diameter nanofiber dengan ukuran porinya.

5.2. Material dan Persiapan Pencampuran

Polyacrylonitrile (PAN) bubuk 150 000 berat molekul, N, N-dimetilformamida (DMF) dan akrilamida (AM) diperoleh dari Aldrich Chemical dan digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut. larutan pencampuran disiapkan dengan mendispersikan jumlah yang telah ditetapkan nanopartikel silika (1 wt.% ke PAN) menjadi 14, 16 dan 18 wt.% larutan PAN di DMF. Campuran mekanis diaduk selama setidaknya 24 jam pada 60 ° C untuk mendapatkan silika homogen tersebar di larutan PAN (Mataram *et al.*, 2010).

5.3 Elektrospinning

Penyesuaian eksperimen digunakan digunakan untuk penyusunan serat nano tikar terdiri dari beberapa peralatan seperti power supply, drum untuk pengumpulan dan reservoir. Sebuah 100 mL reservoir digunakan untuk menahan larutan elektrospinning. larutan PAN disiapkan dalam bagian 5.3.1 dipompa dengan laju konstan 2 mL / jam dengan bantuan pompa metering melalui jarum stainless steel diameter dalam 0,8 mm. Sebuah drum

berdiameter 15 cm terhubung ke kecepatan motor variabel, digunakan untuk mengumpulkan serat nano. Sebuah tegangan DC tinggi diaplikasikan untuk jarum dengan bantuan tegangan tinggi yang diatur power supply DC (Model ES 30P-5W, Penelitian Gamma Tegangan Tinggi, Ormond Beach, FL, USA). Drum Pengumpul berada pada tanah sehingga menghasilkan kekuatan medan listrik diinginkan antara ujung pemintal dan permukaan kolektor. Serat nano tikar dharus dipindahkan secara hati-hati dari kolektor, dan pelarut sisa terkait dengan serat nano tikar telah dipindahkan dengan menjaga serat tikar dalam oven setidaknya selama 2 hari pada suhu 40 ° C. Serat nano tikar elektrospun yang telah kering disimpan dalam desikator.

5.4 Karakteristik Serat

Pemindaian mikroskop elektron (PME/SEM) digunakan untuk menyelidiki struktur serat nano PAN. Ukuran pori membran PAN serat nano ditentukan dengan menggunakan metode titik gelembung. Hal ini didasarkan pada pengukuran tekanan yang diperlukan untuk meniup udara melalui membran yang berisi cairan. membran ditempatkan di sel mendukung 5 cm³ dan terhubung ke meteran aliran gelembung. Tekanan diaplikasikan pada

dasar membran. Tekanan di mana aliran udara mulai terjadi disebut titik gelembung dan hubungan antara ukuran pori, R , dan titik gelembung diberikan oleh persamaan Young-Laplace (Mulder, 2003):

$$R = \frac{2\gamma}{\Delta P} \cos\theta \quad (5.1)$$

dimana ΔP adalah titik potong perbedaan tekanan pada titik gelembung, γ tegangan permukaan air yang mengering θ the sudut pengeringan.

Sudut kontak statis membran telah diukur menggunakan sistem analisis kontak sudut (VCA Optima, AST Products Inc, USA). Pengukuran dilakukan dengan menjatuhkan 5 μ l air pada membran dengan dimensi 2x2 cm^2 dan diobservasi selama 10 detik. Untuk memperkecil kesalahan eksperimen, pengukuran diulangi sepuluh kali untuk mendapatkan rata-rata dan deviasi standar

Dalam urutan untuk menentukan membran permukaan porositas, membran direndam dalam air suling selama 4 jam pada 25 ° C. Membran dalam keadaan basah ditimbang dalam timbangan elektronik setelah hati-hati menyeka permukaan dengan tisu bersih. membran basah ini dikeringkan dalam oven pada 50-60 ° C selama 24 jam. Kemudian, membran ditimbang lagi dalam keadaan

kering. Porositas permukaan membran., dihitung dengan menggunakan persamaan berikut

$$\varepsilon = \frac{w_w - w_d}{\rho_w V} \quad (5.2)$$

dimana w_w adalah berat membran basah (g), w_d adalah berat membran kering (g), ρ_w adalah massa jenis dari temperature ruangan air murni (g/cm^3) dan V adalah volume dari membran pada kondisi basah (cm^3).

Rata-rata Radius Pori, r_m (μm) diatas lainnya telah disebutkan menggunakan metode kelajuan filtrasi, sesuai dengan persamaan Guerout-Elford-Ferry r_m dapat disebutkan secara eksperimen dengan : (Basri *et al.*, 2011; Li *et al.*, 2008):

$$r_m = \sqrt{\frac{(2.9 - 1.75\varepsilon) \times 8\eta l Q}{\varepsilon A \Delta P}} \quad (5.3)$$

dimana η viskositas air (8.9×10^{-4} Pa s), l ketebalan membran (m), Q adalah volume permeabilitas air per satuan waktu ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$), A is area efektif membran (m^2) and ΔP adalah tekanan operasional (0.1 MPa).

5.5 Hasil dan Diskusi

Dalam elektrospinning, konsentrasi PAN meningkat dari 14 menjadi 18 wt.% Sambil menjaga laju aliran larutan (2 mL / jam), kecepatan rotasi kolektor (1.8 m/s), layar jarak (0,1 m) dan medan listrik (21 kV) konstan. Viskositas dari 14, 16 dan 18 wt. Solusi% PAN yang masing-masing 18 000, 29 000 dan 32 000 centipoises pada suhu kamar. Sebagai konsentrasi PAN dalam larutan meningkat, viskositas juga meningkat, yang mengakibatkan peningkatan diameter serat sebagai tabulasi dalam Tabel 5.1. Pada konsentrasi polimer yang rendah 14 wt.%, Diameter serat dari 0,25 m diperoleh sedangkan konsentrasi polimer dari 16 dan 18 wt.% Mengakibatkan diameter serat dari 0,37 dan 0,52 m, masing-masing. Peralihan kenaikan diameter serat mungkin karena efek pembengkakan selama fase transformasi, yang meningkat dengan peningkatan konsentrasi polimer. Difusi luar pelarut didominasi pada konsentrasi polimer yang lebih tinggi sebagai terkena jarak layar 0,1 m dan berkontribusi diameter serat lebih besar. Sementara itu pada konsentrasi polimer yang rendah udara ke dalam difusi didominasi, yang memberikan

kontribusi untuk diameter serat lebih kecil (Barhate *et al.*, 2006).

Diameter serat rata-rata dihitung dari 3 sampai 5 pengukuran menggunakan setidaknya tiga mikroskop elektron scanning (SEM) fractographs 20000 perbesaran, seperti yang ditunjukkan pada Figure 5.1. Sebuah tren pergeseran dalam distribusi serat terhadap ukuran serat yang lebih besar dicatat dan ini juga merupakan alasan untuk sedikit peningkatan dari diameter serat sebagai PAN yang konsentrasinya meningkat. Pengaruh konsentrasi pencampuran pada diameter serat diharapkan menjadi menonjol dalam kasus solusi pakan yang sangat kental. Perubahan morfologi dalam membran karena variasi konsentrasi PAN ditunjukkan pada Figure 5.1. berkurangnya jumlah serat diamati ketika konsentrasi pencampuran adalah 14 wt.%, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 5.2. Temuan ini konsisten dengan laporan dalam literatur, yang menegaskan bahwa konsentrasi pencampuran rendah secara instan mengikat ketidakstabilan dan menekan ketidakstabilan titik potong simetrik, sehingga menekan pembentukan serat (Zuo *et al.*, 2005).

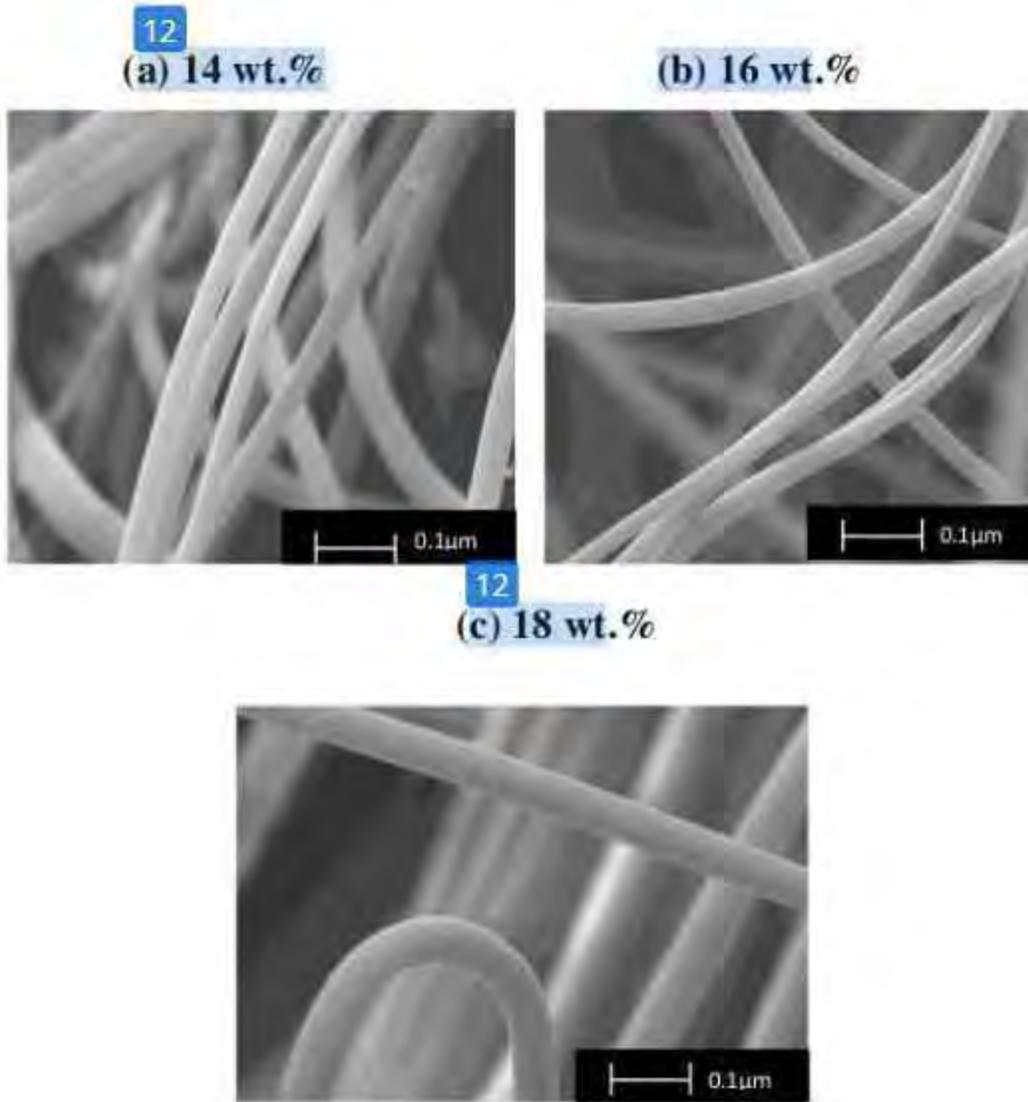


Figure 5. 1: SEM membran nanofiber (perbesaran 20000) dibuat dari pencampuran dari konsentrasi PAN yang berbeda (a) 14 wt.% (b) 16 wt.% Dan (c) 18 wt.%.

Table 5. 1: Konsentrasi pencampuran, sudut kontak pada diameter serat dan ukuran pori membran nanofiber

No	Dope concentration (wt.%)	Contact angle (°)	Fiber diameter (μm)	Pore size (nm)
1	14	58 (1.41) ^a	0.025 (0.38) ^a	0.074
2	16	52 (0.93) ^a	0.037 (0.93) ^a	0.129
3	18	47 (0.78) ^a	0.052 (0.38) ^a	0.280

^a yang berada didalam kurung merupakan standar deviasi

Tingkat gambaran dari nanofiber dapat ditingkatkan, dibawah yang diberikan diaplikasikan tegangan, dengan menurunkan konsentrasi pencampuran. Itu adalah hipotesis bahwasanya ditingkatkannya nilai gambaran akan meningkatkan jumlah penyilangan serat dan juga tingginya penyilangan serat akan mengurangi ukuran pori dan meningkatkan interkoneksi dari pori-pori. Ukuran pori diukur untuk menguji hipotesis ini dengan metode titik gelembung dan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 5.1. Ukuran pori juga diukur dengan teknik lain, penyaringan teknik kecepatan, dan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 5.2. Ukuran pori diukur dengan dua metode yang berbeda yang kebetulan sangat mirip. Hal ini tampaknya agak mengejutkan karena ukuran pori diukur dengan metode pembentukan yang sesuai dengan nilai maksimum sementara yang diukur dengan

metode yang terakhir sesuai dengan nilai rata-rata. Mungkin, hasil yang diperoleh menunjukkan perbedaan dalam pori-pori ukuran di permukaan nanofiber dan di bulk. Dari kedua metode, bagaimanapun, diamati bahwa ukuran pori meningkat karena konsentrasi pencampuran meningkat. Peningkatan konsentrasi pencampuran meningkatkan tolakan antara serat dan perubahan tren dalam pengaturan serat terbukti dari peningkatan nilai-nilai ukuran pori. Serta, peningkatan yang cukup besar dalam akumulasi biaya pada elektrospun serat nano PAN telah dicatat ketika konsentrasi pencampuran meningkat (Ignatova *et al.*, 2007; Dali *et al.*, 2010).

Table 5. 2: Teknik lain untuk memvalidasi ukuran pori

12	No	Dope concentration (wt.%)	Porosity	Pore size (μm)
1		14	0.1792	0.087
2		16	0.1811	0.133
3		18	1.001	0.298

5.6 Kesimpulan

Diameter serat, ukuran pori dan porositas meningkat dengan peningkatan konsentrasi pencampuran. Penyilangan serat dan ukuran pori dapat dioptimalkan untuk mencapai struktur yang ditingkatkan (distribusi ukuran pori, interkoneksi pori dan porositas) dari media elektrospun filtering yang telah diamati tersebut.

Berkurangnya jumlah serat diamati ketika konsentrasi pencampuran adalah 14 wt.%. Temuan ini konsisten dengan laporan dalam literatur yang menegaskan bahwa konsentrasi polimer yang rendah secara instan mengikat ketidakstabilan dan menekan ketidakstabilan axis simetrik, sehingga menekan pembentukan serat. Ukuran pori meningkat karena konsentrasi PAN meningkat. Peningkatan konsentrasi polimer meningkatkan tolakan antara serat dan perubahan tren dalam pengaturan serat terbukti dari peningkatan nilai-nilai ukuran pori. Hasil dijelaskan bahwa peningkatan konsentrasi polimer PAN telah meningkatkan diameter nanofiber dan pori diameter

CHAPTER 6

KINERJA DARI SERAT NANO ELEKTROSPUN UNTUK APLIKASI PENYARINGAN AIR

6.1 Pendahuluan

Penelitian dan pengembangan serat nano telah mendapatkan banyak minat dalam beberapa tahun terakhir karena kesadaran dari potensinya dalam aplikasi medis dan teknik. Sejumlah teknik pengolahan seperti penggambaran, sintesis pola, pemisahan fasa, self-assembly dan elektrospinning telah digunakan untuk mempersiapkan polimer serat nano dalam beberapa tahun terakhir. Di antara metode yang paling sukses untuk memproduksi serat nano adalah proses elektrospinning (Huang *et al.*, 2003). Elektrospinning adalah proses yang menghasilkan serat polimer ultrafine terus menerus melalui aksi medan listrik eksternal yang dikenakan pada larutan polimer atau lelehan. Baru-baru ini, polimer serat nano menggunakan bahan yang menarik untuk berbagai aplikasi karena area permukaan besar mereka untuk rasio

volume dan arsitektur skala nanometer yang unik yang dibangun oleh mereka, seperti yang ditunjukkan pada Figure 6.1. Salah satu aplikasi yang mungkin dari serat nano adalah penyaringan air. Untuk aplikasi ini membran serat nano lembaran datar dapat diproduksi untuk digunakan sebagai membran penyaringan air. Lebih khusus, membran dapat digunakan dalam mikrofiltrasi. Serat nano dikarenakan memiliki porositas yang lebih tinggi dan struktur pori yang saling berhubungan menawarkan permeabilitas yang lebih tinggi untuk penyaringan air atas bahan konvensional yang digunakan (Thavasi *et al.*, 2008).

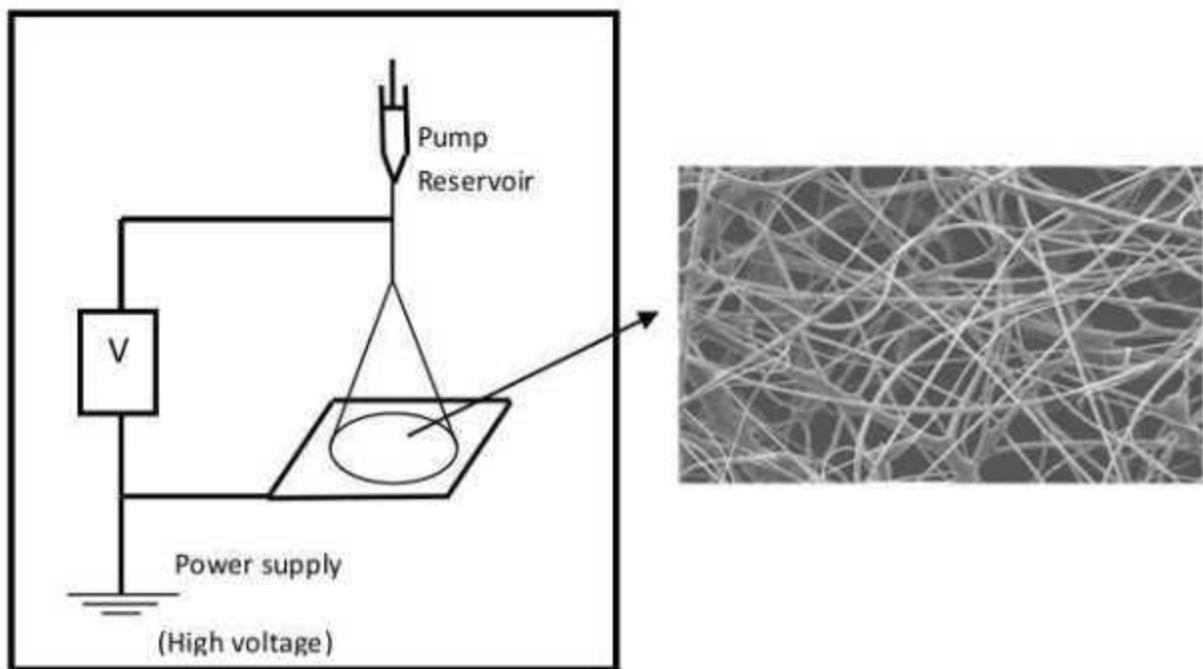


Figure 6. 1: Prinsi Elektrosinning dan penghasilan serat nano tika (gambar SEM)

Membran mikrofiltrasi memiliki ukuran pori antara 0,1 dan 10 μm dan tekanan (TMP) antara 0,01 dan 0,2 bar digunakan. Dengan membran ini menjadi mungkin untuk mempertahankan padatan tersuspensi dan tergantung pada ukuran pori-pori bahkan mikroorganisme seperti bakteri, ragi dan jamur. Penelitian sebelumnya telah menunjukkan bahwa dalam kasus 0,45 μm ukuran pori log 2–log 4 reduksi bakteri dapat dicapai (Gomez *et al.*, 2006; Sadr *et al.*, 1999). Untuk membran dengan nominal ukuran pori 0.2 to 0.4 μm , yang digunakan dalam penelitian ini, tampaknya sangat menarik untuk mengevaluasi kapasitas pemindahan bakterinya. Selanjutnya, nilai tambah dari perak difungsikan membran untuk pemindahan patogen yang dipelajari. Tes ini dilakukan di aliran melalui sistem seperti beberapa studi telah dilakukan sejauh ini untuk menguji kinerja filtrasi dan desinfeksi efisiensi perak yang diresap membran serat nano (Thavasi *et al.*, 2008).

Penelitian Bab ini bertujuan untuk menilai kemungkinan penggunaan membran nanofiber elektrospun dalam penyaringan air di dua daerah yang berbeda: pertama, membran untuk menghilangkan patogen, untuk diterapkan sebagai membran antibakteri; dan kedua, membran untuk padatan tersuspensi, kebutuhan oksigen

kimia, amonia nitrogen dan juga patogen removal, untuk diterapkan sebagai unit mikrofiltrasi berdiri sendiri.

6.2 Metode

6.2.1 Material dan Persiapan Pencampuran

Polyacrylonitrile (PAN) bubuk 150 000 berat molekul, N,N-dimetilformamida (DMF) dan akrilamida (AM) diperoleh dari Aldrich Chemical dan digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut. larutan pencampuran disiapkan dengan mendispersikan jumlah yang telah ditetapkan nanopartikel silika (1 wt.% ke PAN) menjadi 14, 16 dan 18 wt.% larutan PAN di DMF. Campuran mekanis diaduk selama setidaknya 24 jam pada 60 ° C untuk mendapatkan silika homogen tersebar di larutan PAN (Mataram *et al.*, 2010).

6.2.2 Proses Produksi Membran

Untuk persiapan dari serat nano tikar, Sebuah 100 mL reservoir digunakan untuk menahan larutan elektrospinning. larutan PAN disiapkan dalam bagian 5.3.1 dipompa dengan laju konstan 2 mL / jam dengan bantuan pompa metering melalui jarum stainless steel diameter dalam 0,8 mm. Sebuah drum berdiameter 15 cm terhubung ke kecepatan motor variabel, digunakan untuk

mengumpulkan serat nano. Sebuah tegangan DC tinggi diaplikasikan untuk jarum dengan bantuan tegangan tinggi yang diatur power supply DC (Model ES 30P-5W, Penelitian Gamma Tegangan Tinggi, Ormond Beach, FL, USA). Drum Pengumpul berada pada tanah sehingga menghasilkan kekuatan medan listrik diinginkan antara ujung pemintal dan permukaan kolektor. Serat nano tikar harus dipindahkan secara hati-hati dari kolektor, dan pelarut sisa terkait dengan serat nano tikar telah dipindahkan dengan menjaga serat tikar dalam oven setidaknya selama 2 hari pada suhu 40 ° C. Serat nano tikar elektrospun yang telah kering disimpan dalam desikator.

6.2.3 Pemindahan Patogen

6.2.3.1. Mekanisme Pembiakan untuk Tempat

Bakterial

Untuk mengevaluasi Pemindahan patogen dengan penyaringan, sampel air yang berbeda dikumpulkan dari sumber yang berbeda, yaitu, air limbah dari rumah sakit umum (Rumah Sakit Aminah Sultanah, Johor, Malaysia), air dari kolam setempat (kolam UTM) dan air dari sungai setempat (Sungai Melana, Johor, Malaysia). Komposisi air dirangkum dalam Tabel 6.1 Sebelum disaring oleh

serat nano tikar, air sampel diperiksayang berisikan dari *E. coli*. Pemiakan Mikroorganisme diidentifikasi oleh inokulasi di nutrien media kultur agar (NA). Sampel air ditambahkan dengan menukar metode dalam media nutrien agar dalam cawan petri. Setelah meninggalkan sampel selama 24 jam pada suhu kamar, tempat bakteri diidentifikasi dalam media agar nutrien semua tiga sampel air. Sampel air kemudian disaring oleh membran nanofiber melalui sistem filtrasi seperti yang diilustrasikan pada Figure 6.2

Table 6.1: Komposisi dari Limbah Air

Constituent, unit	Influent (hospital)	Influent (pond)	Influent (river)	National primary discharged standard (P.U. (A) 434, Standard B, December 10, 2009)
COD, mg/L	441	453	436	400
Suspended solid, mg/L	114	121	176	100
NH ₃ -N, mg/L	22	23	26	20
E. coli, spot/mL	3	8	6	0

6.2.3.2 Aktivitas Antibakterial

Tekniknya diadopsi dari Zodrow *et al.* (2009) dengan menggunakan sel filtrasi vakum yang ditunjukkan pada Figure 6.2 Membran yang digunakan dalam

penyaringan ditempatkan di media untuk menyelidiki penghambatan pertumbuhan bakteri pada 37°C selama 24 jam dan kemudian membran disterilisasi sebelum filtrasi, pertumbuhan *E. coli* harus berasal dari proses filtrasi.

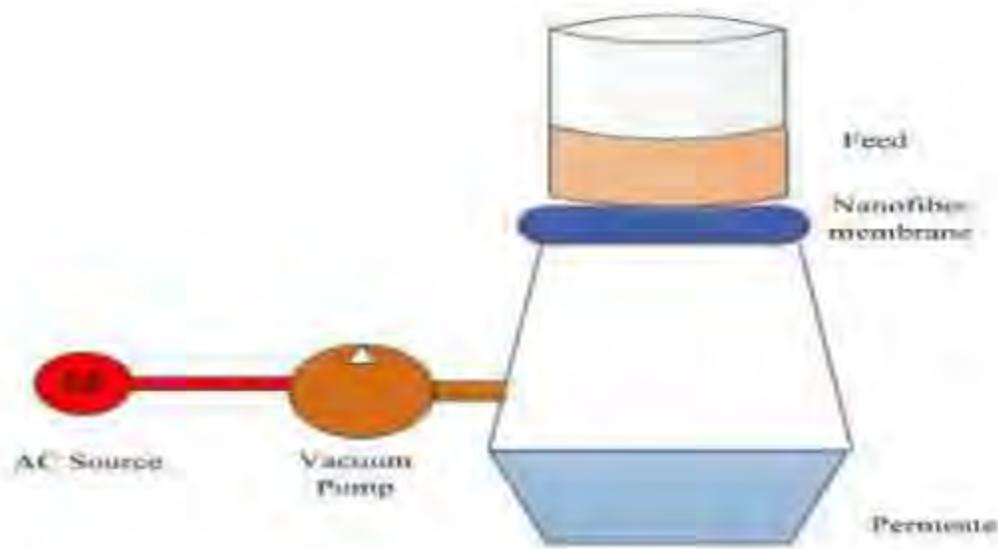


Figure 6. 2: Ilustrasi dari persiapan membran serat nano untuk aplikasi yang berdiri sendiri

6.2.4 Evaluasi dari Karakteristik Fisika

6.2.4.1 Permeabilitas Air Bersih

Permeabilitas Air Bersih (PAB) diukur dengan menggunakan sistem peresapan air yang diberikan pada Figure 3.9. Ini mewakili yang dicapai fluks maksimum tergantung pada keadaan membran. Hal ini dapat

ditentukan dengan mengukur fluks pada tekanan transmembran yang berbeda (TTM). Kemiringan kurva yang dihasilkan dianggap sebagai PAB (Mulder, 2003). Tes PAB dilakukan pada 25 ° C.

6.2.4.2 Panduan Metode Penghilangan *COD*, *TSS*, *NH₃-N*

Konsentrasi *COD*, *TSS* and *NH₃-N* yang mana diukur menggunakan spektropotometer (DR5000, HACH) disesuaikan dengan prosedur umum HR (Method 8000, TNT822, 20-1500 mg/L *COD*) yang diukur pada 620 nm untuk *COD*, Metode 8006, metode Photometric, 5-750 mg/L *TSS*, yang diukur pada 810 nm untuk *TSS* and Metode 10031, metode Salicylate, HR 0.4-50.0 mg/L *NH₃-N*, yang diukur pada 655 nm for *NH₃-N*.

Efisiensi pemindahan *COD* dihitung menggunakan :

$$COD \text{ removal } (\%) = \frac{COD_0 - COD}{COD} \times 100$$

dimana *COD₀* dan *COD* adalah pakan dan penyerap *COD*, masing-masing.

Efisiensi pemindahan *TSS* dihitung dengan menggunakan:

$$TSS \text{ removal } (\%) = \frac{TSS_0 - TSS}{TSS} \times 100$$

dimana *TSS₀* dan *TSS* adalah pakan dan penyerapan *TSS*.

Efisiensi Pemindahan $\text{NH}_3\text{-N}$ dihitung menggunakan:

$$\text{NH}_3\text{-N removal (\%)} = \frac{\text{NH}_3\text{-N}_0 - \text{NH}_3\text{-N}}{\text{NH}_3\text{-N}} \times 100$$

dimana $\text{NH}_3\text{-N}_0$ dan $\text{NH}_3\text{-N}$ adalah pakan dan penyerap $\text{NH}_3\text{-N}$.

6.3 Hasil Dan Diskusi

6.3.1 Perpindahan Dari Patogen

6.3.1.1 Mekanisme Pembiakan Untuk Tempat Bakterial

Figure 6.3 mengilustrasikan jumlah tempat bakteri dalam sampel air. Sampel air dari Kolam UTM memiliki jumlah bakteri terbesar dari beberapa bintik-bintik di antara semua sampel air. Oleh karena itu, air kolam UTM digunakan untuk pengujian ring-test

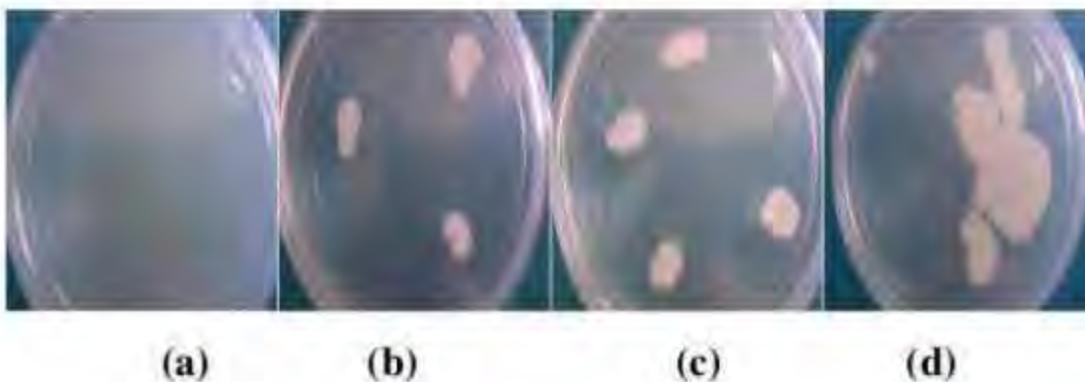


Figure 6. 3: Terdiri dari *E.coli*; (a) Kontrol *E. coli* (b) Air dari Rumah Sakit (c) Air dari sungai (d) Air dari Kolam

6.3.1.2 Aktivitas Antibakterial

Hasil dari aktivitas antibakteri ditunjukkan pada Figure 6.4. Setiap membran ditampilkan cincin penghambat besar (selisih diameter sekitar 8%). Perak diyakini bertindak sebagai agen antibakteri baik setelah kontak dengan bakteri atau sebagai ion dilepaskan pada media (Yu *et al.*, 2003). Dan untuk Ion Perak, sebagaimana yang dipelajari Kumar and Munstedt (2005), sistem pelepasan dikendalikan oleh laju difusi air dalam komposit. Adapun partikel perak, kemampuan untuk menghambat aktivitas bakteri tergantung pada ukuran partikel yang sesuai dengan permukaan ke volume rasio di mana partikel yang lebih kecil dengan luas permukaan yang lebih besar akan menyebabkan efek yang bakterisida yang lebih (Baker *et al.*, 2005).

Hasil dari aktivitas antibacterial yang ditunjukkan pada figure 6.4 adalah kesepakatan dengan hasil yang telah dilaporkan oleh Kumar and Munstedt (2005) dan Basri *et al.*, (2010), di mana kandungan polimer perak menunjukkan aktivitas antibakteri yang baik karena kandungan ion perak dilepaskan dari sistem. Jadi kita bisa menyimpulkan bahwa nano partikel perak bisa dipertahankan pada membran, yang menunjukkan

keberhasilan penerapan nano partikel perak pada membran serat nano.

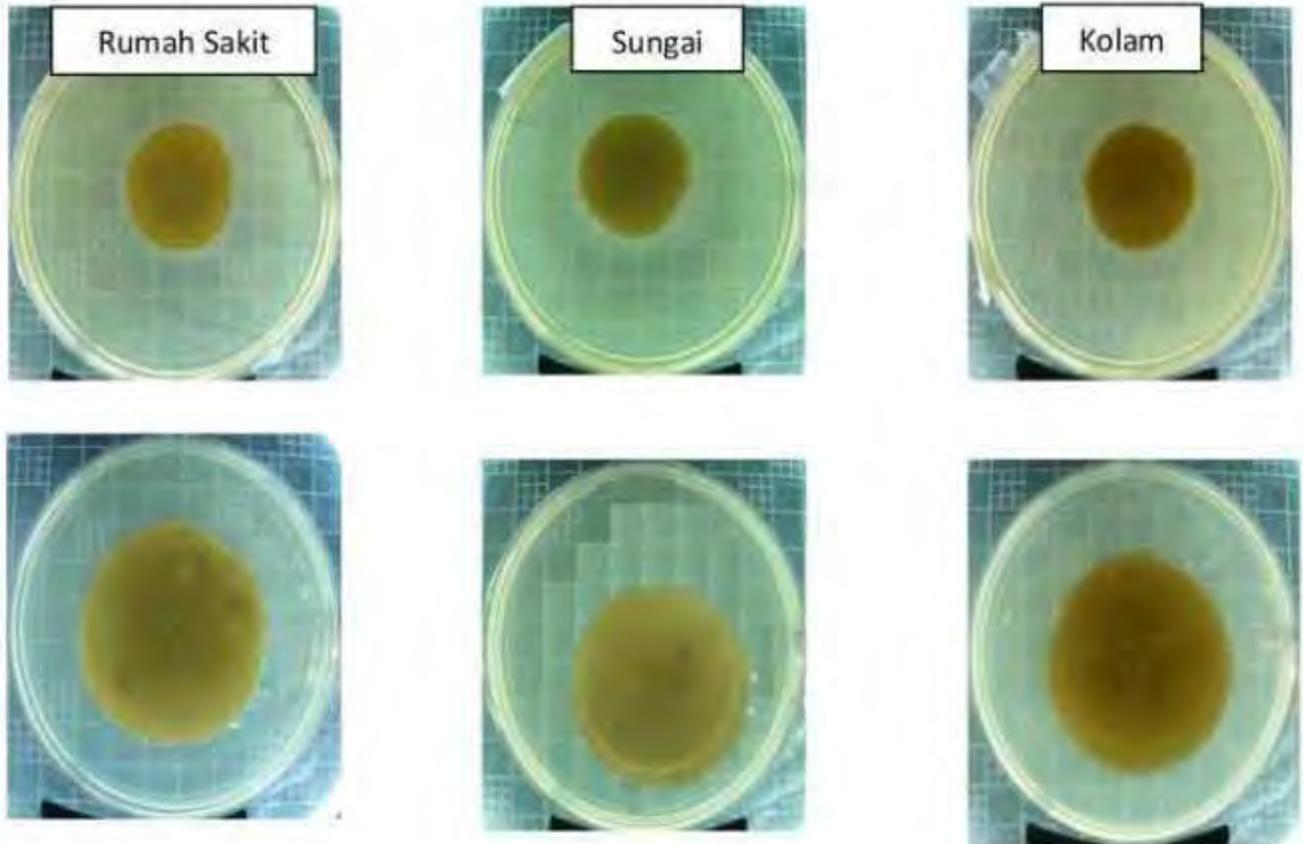


Figure 6.4: Hasil dari Tes Antibakterial

6.3.2. Karakteristik Fisik dari membran serat nano

6.3.2.1. Permeabilitas Air bersih (PAB)

Nilai untuk PAB ($2134 \text{ L/m}^2\cdot\text{h}\cdot\text{bar}$) cukup tinggi untuk menahan volume besar air yang tidak adanya partikel yang bisa menghalangi membran nanofiber. Ini telah lebih jauh menunjukkan bahwa membran nanofiber juga bisa menghemat energi (Zodrow *et al.*, 2009).

6.4 Membran Serat Nano PAN yang digunakan pada Aplikasi yang berdiri sendiri

parameter penting lainnya yang dipantau adalah pemindahan padatan total tersuspensi (PTT), kebutuhan kimiawi oksigen (COD) dan nitrogen amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$). hasilnya diilustrasikan pada Tabel 6.2. Hasilnya menunjukkan adanya pemindahan yang tinggi untuk PTT (range 94.83-97.34%), COD (89.32-95.27%), hanya pada pemindahan ammonia nitrogen ($\text{NH}_3\text{-N}$) of 64.48-72.87% tidak memuaskan. Hal ini disebabkan oleh denitrifikasi yang tidak memuaskan. Sebuah padatan tersuspensi umumnya terkait dengan kinerja membran dan efisiensi (Daels *et al.*, 2010).

Table 6.2: Pemindahan COD, PTT and NH₃-N

Parameter	Removal(%)
COD	89.32
PTT	95.23
NH ₃ -N	64.48

Membran serat nano diuji dalam aplikasi pengolahan air limbah yang berdiri sendiri. Ini berarti bahwa filtrasi membran serat nano hanya teknik teknik perawatan yang diterapkan sebelum dibuang. Tantangan dengan pengolahan air limbah adalah bahwa membran untuk padatan tersuspensi, kebutuhan oksigen kimia, amonium nitrat dan juga pemindahan patogen; untuk diterapkan sebagai satu unit mikrofiltrasi yang berdiri sendiri.

6.5 Kesimpulan

Membran serat nano diuji dalam air limbah dengan aplikasi yang berdiri sendiri. Tantangan pada pengolahan air limbah adalah untuk pemindahan zat organik yang tidak berguna dalam air. Hasil sebagai berikut diperoleh ketika permeabilitas air bersih (PAB) memberi gambaran tentang fouling pada membran. Nilai-nilai menunjukkan nilai PAB yang sangat tinggi, yang dapat berguna untuk

menjaga volume air yang besar di tidak memiliki partikel yang bisa menghalangi membran serat nano. Selanjutnya PAB tinggi ini menunjukkan bahwa membran serat nano juga dapat melakukan penghematan energi terhadap lingkungan sekitar.

Filtrasi membran serat nano ini hanya teknik penjagaan yang diterapkan sebelum dibuang. Tantangan pada pengolahan air limbah antara lain untuk membran padatan tersuspensi, kebutuhan oksigen kimia, amonia nitrogen dan juga pemindahan patogen; untuk diterapkan sebagai satu unit mikrofiltrasi yang berdiri sendiri, seperti yang ditunjukkan pada Figure 6.2 dan Lampiran F.

CHAPTER 7

KESIMPULAN UMUM DAN REKOMENDASI UNTUK PEKERJAAN KEDEPAN

7.1 Kesimpulan Umum

Pertama, mendispersikan silika nanopartikel untuk larutan pencampuran (0, 0,5, 1 dan 2 wt.% Ke PAN) pada metode putaran kering-basah dapat mengubah sifat mekanik dari serat. SEM mikrografik mengungkapkan bahwa butiran yang dibentuk dan digabungkan ketika diisi silika lebih tinggi dari 1 wt.%. munculnya silika dikonfirmasi oleh FTIR. Studi ini memaparkan bahwa modulus dan kekuatan tarik Young meningkat sesuai dengan meningkatkan bahan silika untuk 1 wt.% namun menurun bila hasil kandungan silika untuk 2 wt.%. Penambahan partikel silika lebih dari 1 wt.%, yang diproduksi oleh serat komposit PAN /silika akan lebih getas dan rapuh pada penelitian. Elektrospinning mampu menghasilkan serat dalam berbagai ukuran diameter nanometer, atau "nanofiber.

Hasilnya berupa penurunan diameter serat. Namun, pada potensial listrik yang lebih tinggi, distribusi diameter serat menjadi semakin luas. Oleh karena itu kontrol proses pada tinggi potensial listrik, tingkat lagi aliran dan konsentrasi menjadi semakin sulit. dengan meningkatnya konsentrasi larutan polimer dan laju rata-rata (menjaga parameter lain konstan) aliran diameter serat yang meningkat, dan lagi, dengan meningkatnya jarak layar dan potensial listrik, diameter serat rata-rata akan mengalami semacam penurunan atau pengecilan. Pengaruh parameter proses terhadap kinerja membran PAN dimodifikasi diselidiki berdasarkan pendekatan dari RSM/MRP (Design Expert[®] 6.0). Percobaan dirancang sesuai dengan desain komposit pusat dan model kuadratik untuk mengetahui hubungan antara faktor-faktor (variabel proses) dan respon (hasil eksperimen).

nilai tambah perak yang difungsikan membran untuk pemindahan patogen telah dipelajari. Tes ini dilakukan di aliran melalui sistem seperti beberapa studi telah dilakukan sejauh ini untuk menguji kinerja filtrasi dan desinfeksi efisiensi penyerapan perak membran serat nano tersebut pada eksperimen.

Penelitian ini bertujuan untuk menilai

kemungkinan penggunaan membran serat nano elektrospun dalam penyaringan air di dua daerah yang berbeda: pertama, membran untuk menghilangkan patogen, untuk diterapkan sebagai membran dengan kegiatan antibakteri; dan kedua, membran untuk padatan tersuspensi, kebutuhan oksigen kimia, amonia nitrogen dan juga pemindahan patogen; untuk diterapkan sebagai satu unit mikrofiltrasi yang berdiri sendiri.

7.2 Kondisi Optimal untuk memproduksi penjernihan Air Limbah

Proses optimal untuk penjernihan kondisi air limbah yang diproduksi kilang minyak telah ditunjukkan menggunakan Metode Respon Permukaan/ Response Surface Methodology

- (i) MRP/RSM dalam hal metode CCD dan model kuadrat telah berhasil digunakan dalam merancang rencana eksperimental untuk mengukur pentingnya faktor eksperimental dan untuk menggambarkan hubungan antara faktor-faktor yang kemudian memungkinkan prediksi tanggapan operasional. Dalam

hubungannya, model matematika prediksi empiris (persamaan) telah dikembangkan berdasarkan jarak layar, konsentrasi polimer dan tegangan sebagai faktor dan kualitas nanofiber, yaitu, ukuran pori, sudut kontak, modulus young dan PAB untuk mensimulasikan dan memprediksi di kondisi optimal proses untuk mencapai hasil terbaik.

- (ii) Kondisi proses optimasi telah dihitung menggunakan MRP/RSM, seperti yang telah ditunjukkan pada Tabel 7.1, yang mana ukuran pori 0.214862 micron, kontak sudut 42.9529° , modulus young 950.267 Pa, PAB 1979.52 L/m² hr. bar, pada jarak 10.04 cm, konsentrasi polimer 17.15 wt.% and voltase 19.68 volt, masing-masing.

Table 7.1: Kondisi proses optimum untuk penjernihan limbah air kilang minyak

Responses	Type of Tools	Model Equation in terms of coded factors	Optimum results
Pore size	Quadratic model	$y_1 = 0.21 - 0.037x_1$	0,214862 micron
Contact angle	Quadratic model	$y_2 = 43.84 + 3.28x_1 + 2.11x_2 + 2.13x_3 + 2.18x_3^2 + 2.88x_1x_2$	42.9529°
Young modulus	Quadratic model	$y_3 = 960.5 + 20.64x_2 + 83.41x_3 - 25.69x_3^2$	950,267 Pa
Permeabilitas Air bersih	Quatik model	$y_4 = 1985.39 + 16.58x_2 + 23.82x_3 - 29.99x_2x_3$	1979.52 L/m ² hr, bar)

parameter penting lainnya yang dipantau adalah pemindahan padatan total tersuspensi (PTT), kebutuhan kimiawi oksigen (COD) dan nitrogen amonia (NH₃-N). Hasilnya menunjukkan adanya pemindahan yang tinggi untuk PTT (range 94.83-97.34%), COD (89.32-95.27%), hanya pada pemindahan ammonia nitrogen (NH₃-N) of 64.48-72.87% tidak memuaskan. Hal ini disebabkan oleh denitrifikasi yang tidak memuaskan. Sebuah padatan tersuspensi umumnya terkait dengan kinerja membran dan efisiensi

Hasil dari aktivitas antibakteri ditunjukkan pada Figure 7.4. Setiap membran ditampilkan cincin penghambat besar (selisih diameter sekitar 8%). Perak diyakini bertindak sebagai agen antibakteri baik setelah

kontak dengan bakteri atau sebagai ion dilepaskan pada media. Dan untuk Ion Perak, sebagaimana yang dipelajari Kumar and Munstedt (2005), sistem pelepasan dikendalikan oleh laju difusi air dalam komposit. Adapun partikel perak, kemampuan untuk menghambat aktivitas bakteri tergantung pada ukuran partikel yang sesuai dengan permukaan ke volume rasio di mana partikel yang lebih kecil dengan luas permukaan yang lebih besar akan menyebabkan efek yang bakterisida yang lebih. Jadi kita bisa menyimpulkan bahwa nanopartikel perak memiliki retensi yang baik pada membran, yang menunjukkan keberhasilan penerapan nanopartikel perak pada membran nanofiber

Membran nanofiber diuji dalam aplikasi pengolahan air limbah yang berdiri sendiri. Ini berarti bahwa filtrasi membran nanofiber hanya berupa teknik perawatan yang diterapkan sebelum dibuang. Tantangan pada pengolahan air limbah adalah pembuatan membran untuk padatan tersuspensi, kebutuhan oksigen kimia, amonium nitrat dan juga pemindahan patogen; untuk diterapkan sebagai satu unit mikrofiltrasi yang berdiri sendiri.

7.3 Rekomendasi Untuk Pekerjaan Kedepan

Berdasarkan karya-karya dan temuan sebelumnya, beberapa saran yang disorot sebagai berikut::

- (i) Elektrospinning mampu menghasilkan serat dalam berbagai ukuran diameter nanometer, atau "nanofiber. Jarak layar, konsentrasi polimer dan tegangan yang sesuai dapat membuat nanofiber lebih menyesuaikan ukuran nano dan acak. Peneliti harus berhati-hati dengan tegangan yang lebih tinggi ketika mengoperasikan proses elektrospinning.
- (ii) Penelitian lebih lanjut harus dilakukan pada parameter fabrikasi optimal PAN nanofiber sehubungan dengan karakteristik membran yang optimal dan kinerja (fluks dan kemampuan rejeksi tinggi). parameter rheologi (jenis polimer, konsentrasi polimer, rasio pelarut, jenis aditif dan jenis koagulan) dan parameter operasional (tegangan, jarak layar, dan konsentrasi polimer) adalah parameter penting yang perlu dipertimbangkan dalam rangka untuk menghasilkan membran nanofiber kinerja

tinggi untuk kualitas pengolahan air yang unggul pada pengolahan air limbah.

- (iii) Optimasi kondisi proses juga dapat dilakukan dengan menggunakan alat-alat lain seperti Algoritma Genetika, Fuzzy, dan Artificial Neural Network, yang telah dioptimalkan menghasilkan presisi tinggi..

Buku Reff

ORIGINALITY REPORT

9%

SIMILARITY INDEX

PRIMARY SOURCES

1	eprints.utm.my Internet	300 words — 1%
2	eprints.uthm.edu.my Internet	207 words — 1%
3	eprints.binadarma.ac.id Internet	194 words — 1%
4	Mataram, A., Ahmad Fauzi Ismail, A.S. Mohruni, and T. Matsuura. "An Investigation Effects of Electrospinning Parameters: Process Optimization by Application of Response Surface Methodology", <i>Applied Mechanics and Materials</i> , 2014. Crossref	165 words — 1%
5	ojs.politeknikjambi.ac.id Internet	122 words — 1%
6	media.neliti.com Internet	68 words — < 1%
7	es.scribd.com Internet	67 words — < 1%
8	coek.info Internet	61 words — < 1%
9	docplayer.info Internet	60 words — < 1%
10	jurnal.um-palembang.ac.id Internet	60 words — < 1%
11	123dok.com Internet	54 words — < 1%
12	Agung Mataram, Ahmad Fauzi Ismail, Takeshi Matsuura. "Polyacrylonitrile Nanofiber	39 words — < 1%

Assembled by Electrospinning: Effect of Dope Concentrations on the Structural and Pore Characterizations", Wiley, 2012

Crossref

- | | | |
|----|---|-----------------|
| 13 | www.worldscientific.com
Internet | 35 words — < 1% |
| 14 | Alexandre Palma Boer Martins. "Caracterização do fator de transcrição ShSHN1 de cana-de-açúcar e sua relação com a biossíntese da parede celular em plantas transgênicas de arroz", Universidade de Sao Paulo, Agencia USP de Gestao da Informacao Academica (AGUIA), 2012
Crossref Posted Content | 33 words — < 1% |
| 15 | repository.ub.ac.id
Internet | 28 words — < 1% |
| 16 | core.ac.uk
Internet | 26 words — < 1% |
| 17 | jurnal.syntaxliterate.co.id
Internet | 20 words — < 1% |
| 18 | vdoc.pub
Internet | 20 words — < 1% |
| 19 | www.sid.ir
Internet | 20 words — < 1% |
| 20 | www.coursehero.com
Internet | 19 words — < 1% |
| 21 | justayudaryani.blogspot.com
Internet | 18 words — < 1% |
| 22 | ukipaulus.ac.id
Internet | 17 words — < 1% |
| 23 | ejournal-balitbang.kkp.go.id
Internet | 16 words — < 1% |
| 24 | pt.scribd.com
Internet | 16 words — < 1% |
| 25 | repo.unand.ac.id
Internet | 16 words — < 1% |

26	www.scribd.com Internet	16 words — < 1%
27	timtailieu.vn Internet	15 words — < 1%
28	pub.epsilon.slu.se Internet	14 words — < 1%
29	www.neliti.com Internet	12 words — < 1%
30	www.tandfonline.com Internet	11 words — < 1%
31	fr.scribd.com Internet	10 words — < 1%
32	id.scribd.com Internet	10 words — < 1%
33	jualipalklinikmurah.wordpress.com Internet	10 words — < 1%
34	repository.usd.ac.id Internet	10 words — < 1%
35	9lib.co Internet	9 words — < 1%
36	Microorganisms in Environmental Management, 2012. Crossref	9 words — < 1%
37	asosiasipascaptm.or.id Internet	9 words — < 1%
38	ceej.aut.ac.ir Internet	9 words — < 1%
39	docobook.com Internet	9 words — < 1%
40	link.springer.com Internet	9 words — < 1%
41	text-id.123dok.com Internet	9 words — < 1%

- 42 Triwidodo Arwiyanto, Fatma Yuniarsih, Toekidjo Martoredjo, Gembong Dalmadiyo. "SELEKSI PSEUDOMONAD FLUORESEN SECARA LANGSUNG DI LAPANGAN UNTUK PENGENDALIAN PENYAKIT LINCAT PADA TEMBAKAU", Jurnal Hama dan Penyakit Tumbuhan Tropika, 2007
Crossref 8 words — < 1%
- 43 baguswebset.wordpress.com
Internet 8 words — < 1%
- 44 ejournal2.undip.ac.id
Internet 8 words — < 1%
- 45 id.123dok.com
Internet 8 words — < 1%
- 46 maulanamyusuf-mmychemical.blogspot.com
Internet 8 words — < 1%
- 47 mdu.repo.nii.ac.jp
Internet 8 words — < 1%
- 48 studentsrepo.um.edu.my
Internet 8 words — < 1%
- 49 ulurnirvana.blogspot.com
Internet 8 words — < 1%
- 50 doku.pub
Internet 7 words — < 1%
- 51 idoc.pub
Internet 7 words — < 1%
- 52 A. MATARAM, A. F. ISMAIL, M. S. Abdullah, B. C. Ng, T. MATSUURA. "A REVIEW OF ASSEMBLED POLYACRYLONITRILE-BASED CARBON NANOFIBER PREPARED ELECTROSPINNING PROCESS", International Journal of Nanoscience, 2012
Crossref 6 words — < 1%
- 53 Pepi Helza Yanti, Yendro Gandi. "PENGARUH WAKTU KALSINASI TERHADAP SIFAT FISIKA-KIMIA HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG GELOINA COAXANS", CHEMISTRY PROGRESS, 2020
Crossref 6 words — < 1%

EXCLUDE QUOTES OFF
EXCLUDE BIBLIOGRAPHY OFF

EXCLUDE SOURCES OFF
EXCLUDE MATCHES OFF