

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode secara eksperimental dan dibagi menjadi beberapa tahapan yaitu: persiapan, studi literatur yang lebih menitik beratkan pada penelitian-penelitian yang berhubungan dengan sifat superhidrofobik daun Talas, Lotus dan bahan-bahan lain yang memiliki sifat hidrofobik. Kemudian eksperimen ini dimulai dengan persiapan bahan-bahan seperti: daun Talas (*Colocasia leaf*), partikel mikro/nano Alumina (Al_2O_3) dan Magnesium (Mg).

Persiapan alat uji seperti Mikroskop USB beserta *software measurement*, perakitan alat detektor hidrogen MQ-8 beserta data logger dan *software hercules*. Persiapan lapisan sintesis hidrofobik dengan menggunakan bahan mikro/nano (Alumina dan Magnesium). Pengujian yang dilakukan adalah: Uji Gas kromatografi, Uji SEM-EDX, Uji *Mapping* (persebaran unsur-unsur), Uji kekasaran permukaan, pengukuran sudut kontak droplet ketika kontak dengan daun Talas dan pengamatan gelembung gas terjebak menggunakan mikroskop digital.

4.2 Alat dan bahan penelitian

4.2.1 Alat penelitian yang digunakan adalah:

- 1) Seperangkat Alat SEM-EDX
- 2) Gas Kromatografi
- 3) Seperangkat Detektor hidrogen
- 4) Mikroskop digital
- 5) Neraca dalam skala mg

4.2.2 Bahan-bahan penelitian yang digunakan:

- 1) Daun Talas segar: sebagai media pengamatan dan pengujian sifat superhidrofobik.
- 2) Partikel mikro dan nano (Al_2O_3 dan Mg): digunakan sebagai bahan sintesis untuk menyelidiki sifat superhidrofobik daun Talas: Partikel mikro/nano Magnesium untuk memberikan efek gelembung Hidrogen dan Alumina-hidrofobik efek udara terjebak sesuai dengan fenomena daun Talas.

- 3) Aquades: sebagai bahan pembuatan droplet.
- 4) Pita dengan perekatnya.
- 5) Tabung kalibrasi dengan perlengkapannya antara lain: Alat suntik, silicon nipple, tabung gas Hidrogen murni.
- 6) Vacuum tube steril tempat menyimpan sampel gas untuk uji GC-MS.

4.3 Prosedur Penelitian

4.3.1 Rangkaian detektor Hidrogen dan bagian-bagiannya

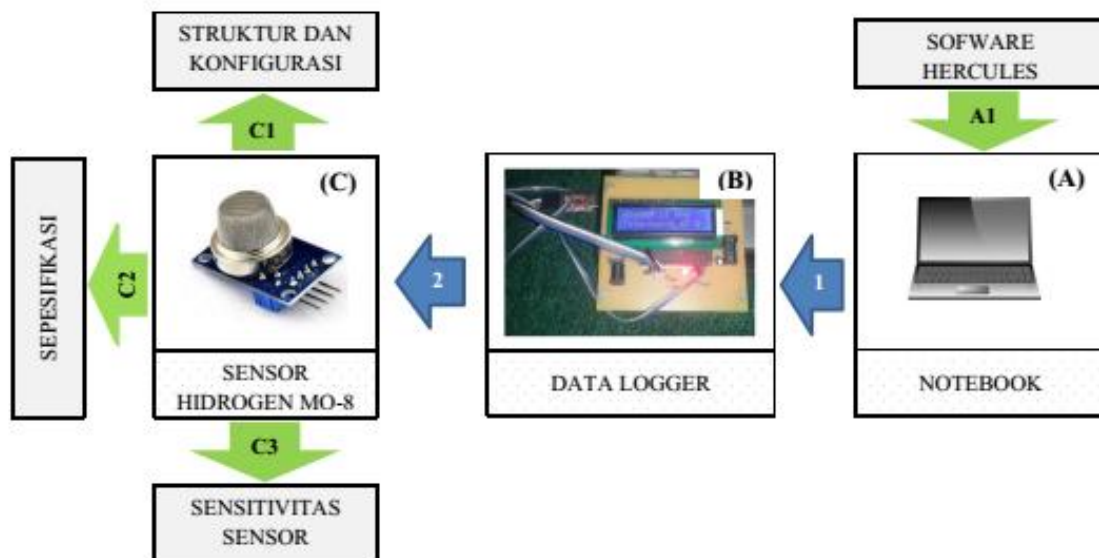
Rangkaian detektor hidrogen ini dimulai dari notebook gambar (4.1A) yang dilengkapi software Hercules dihubungkan dengan Data Logger gambar (4.1B) sebagai pengkonversi data yang diperoleh dari hasil deteksi Hidrogen oleh MQ-8 gambar (4.1C). Adapun penjelasan secara lebih rinci dari bagian-bagian detektor hidrogen adalah sebagai berikut:

a. Notebook dan software hercules

Untuk menampilkan data hasil pembacaan detektor hidrogen digunakan Notebook yang dilengkapi software Hercules seperti ditunjukkan pada gambar 4.1(A dan A₁). Aplikasi Hercules ini mampu menampilkan hasil data konsentrasi Hidrogen dalam satuan part per milion (PPM). Jeda data yang muncul dalam durasi setiap detik sekali, sehingga dalam waktu 1 menit akan diperoleh sebanyak 60 data. Dalam setiap periode pengambilan data detektor melakukan pembacaan sekitar 500-1000 data.

b. Data logger

Data logger seperti ditunjukkan gambar 4.1B digunakan untuk membantu pembacaan kandungan Hidrogen dalam (ppm) yang diterima dari sensor Hidrogen MQ-8 selama proses penelitian berjalan. Kemudian menampilkan hasil pengukuran sehingga dapat diamati kenaikan nilai yang terjadi, hasil yang dibaca yaitu konsentrasi gas H₂ dan tegangan. Prinsip kerja data logger, pembacaannya dilakukan berdasarkan nilai pada register program counter (tempat penyimpanan variabel) dan pengambilan data dilakukan melalui internal ROM (memori penyimpanan data atau program) ROM ini berguna untuk mengkonversi nilai yang dihasilkan oleh sensor gas maupun sensor suhu yang selanjutnya diolah melalui ROM, sehingga nilai dapat dimunculkan pada layar Notebook dengan angka digital.



Gambar 4.1 rangkaian detektor Hidrogen lengkap

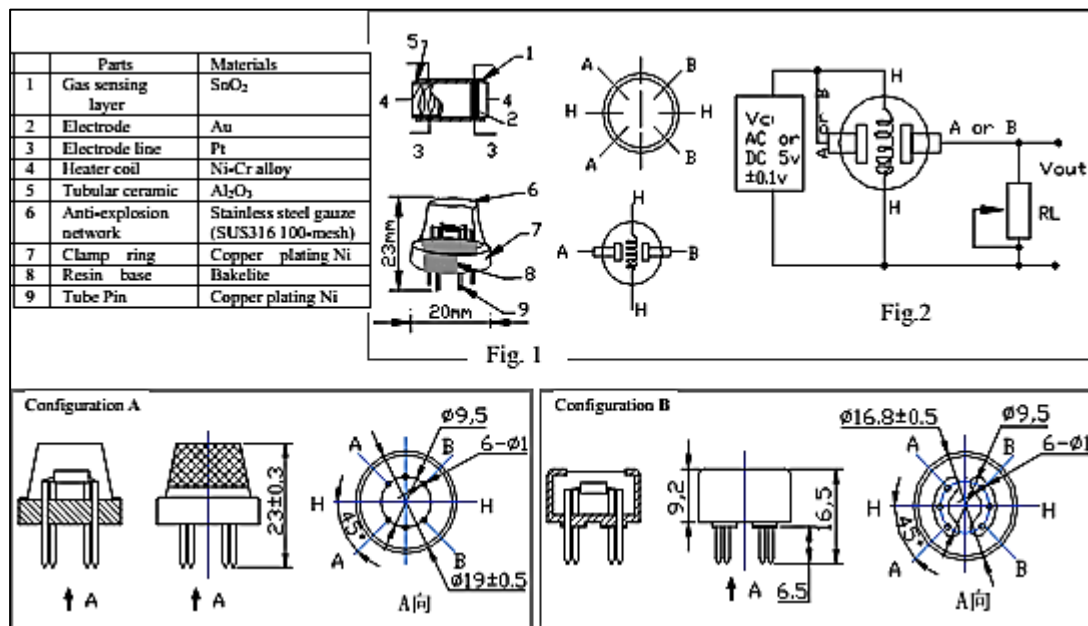
c. Detektor gas Hidrogen MQ-8

Sensor gas yang dipakai adalah MQ-8 seperti ditunjukkan pada gambar 4.1C. Sensor ini memiliki data spesifikasi ditunjukkan pada (tabel 4.1), struktur konfigurasi (gambar 4.2) dan sensitivitas sensor (gambar 4.3) yang cukup memadai sehingga mampu untuk mendeteksi gas Hidrogen dengan baik. Hasil data spesifikasi detektor Hidrogen MQ-8 menunjukkan kemampuannya untuk mendeksi gas Hidrogen pada range 100-1000 ppm, temperatur $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ dengan tingkat kelembaban $65\% \pm 5\%$. Struktur dan konfigurasi sensor gas MQ-8 disusun oleh tabung keramik mikro (Al_2O_3), lapisan sensitif Tin-Dioxide (SnO_2) sehingga tahan terhadap panas dan korosi yang disebabkan oleh gas ataupun uap air. Satuan konsentrasi yang dibaca oleh sensor MQ-8 dalam bentuk parts per milion (ppm)/ bagian per-sejuta dimana 1 ppm adalah $1/10000\%$ atau = $0,0001\%$.

Tabel 4.1
Spesifikasi sensor gas Hidrogen

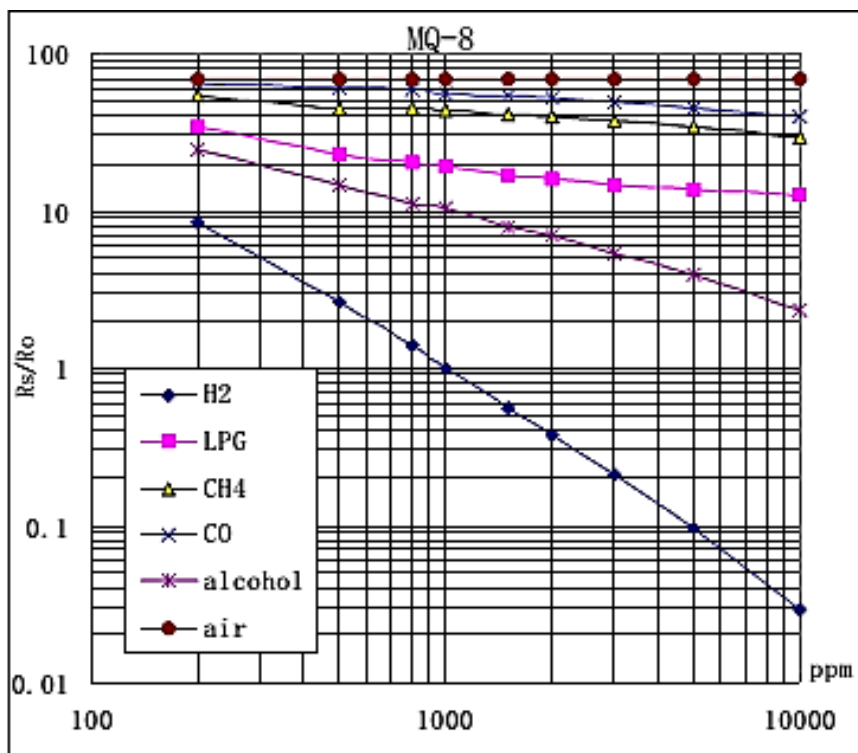
A. Standard work condition			
Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
V _c	Circuit voltage	5V±0.1	AC OR DC
V _H	Heating voltage	5V±0.1	ACOR DC
P _L	Load resistance	10K Ω	
R _H	Heater resistance	31 ± 5%	Room Tem
P _H	Heating consumption	less than 800mW	
B. Environment condition			
Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
T _{ao}	Using Tem	-10℃-50℃	
T _{as}	Storage Tem	-20℃-70℃	
R _H	Related humidity	less than 95%Rh	
O ₂	Oxygen concentration	21%(standard condition)Oxygen concentration can affect sensitivity	minimum value is over 2%
C. Sensitivity characteristic			
Symbol	Parameter name	Technical parameter	Remark 2
R _s	Sensing Resistance	10K Ω - 60K Ω (1000ppm H ₂)	Detecting concentration scope: 100-10000ppm Hydrogen (H ₂)
α (1000ppm/ 500ppmH ₂)	Concentration slope rate	≤0.6	
Standard detecting condition	Temp: 20℃ ± 2℃ Humidity: 65%±5%	V _c : 5V±0.1 V _H : 5V±0.1	
Preheat time	Over 24 hour		

Sumber: hanweii electronics, 2015.



Gambar 4.2 Struktur dan konfigurasi sensor gas Hidrogen

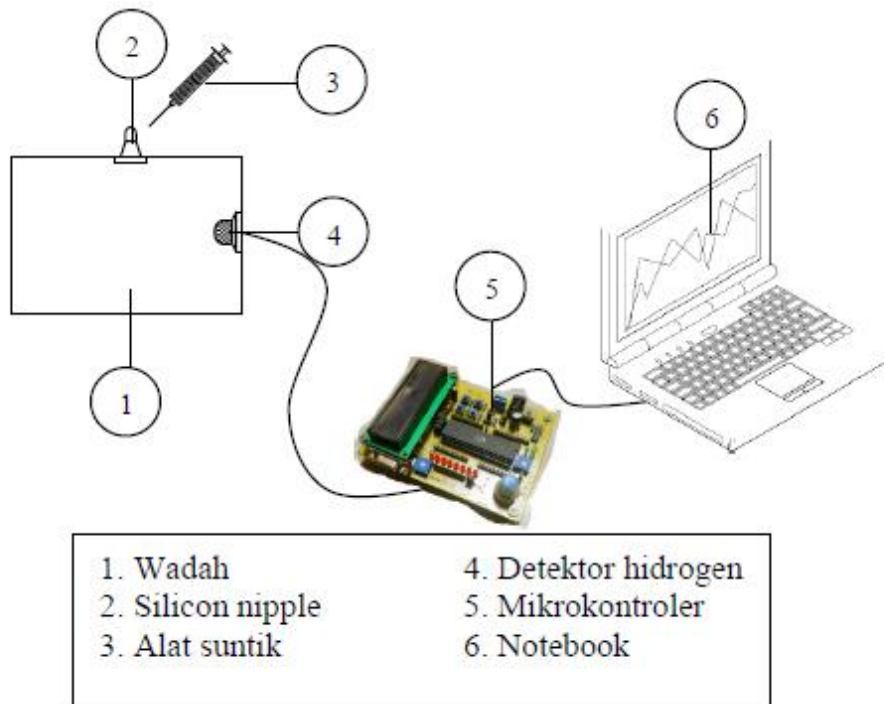
Sumber: hanweii electronics, 2015.



Gambar 4.3 Grafik sensitivitas sensor gas Hidrogen
Sumber: hanweii electronics, 2015.

4.3.2 Kalibrasi detektor Hidrogen

Gambar 4.4 menunjukkan teknik kalibrasi sensor Hidrogen spesifikasi: MQ-8, tipe sensor: semikonduktor, detection range: 100-1000 ppm buatan China. Kalibrasi ini menggunakan Hidrogen murni, yang disuntikkan ke dalam wadah (1) melalui *Silicon nipple* (2) menggunakan *Syringe pump* (3) setiap 0,25 ml. Kemudian hasil pembacaan detektor Hidrogen dibandingkan dengan hasil perhitungan konsentrasi Hidrogen yang disuntikkan ke dalam wadah secara aktual. Hasil pengambilan data kalibrasi ditampilkan pada tabel 4.2 dan pengolahan grafik kalibrasi pada gambar 4.5.



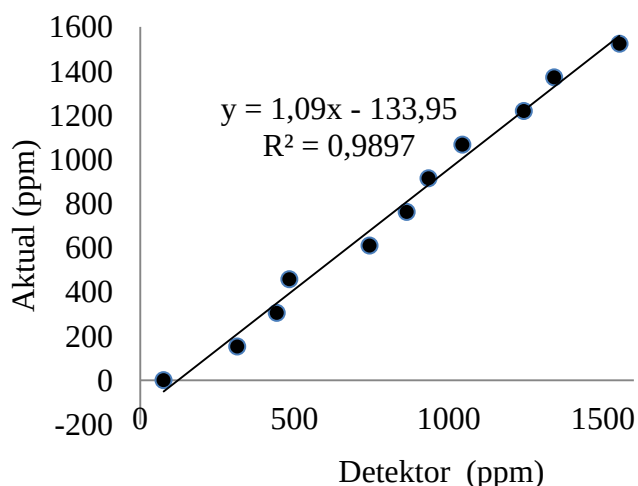
Gambar 4.4 kalibrasi detektor MQ-8 dengan Hidrogen murni

Tabel 4.2

Hasil kalibrasi detektor M-Q8 dengan Hidrogen murni

No.	Volume Hidrogen murni (ml)	Volume ruang kalibrasi (ml)	Aktual (ppm)	Detektor (ppm)
1.	0	1,641	0	75,42
2.	0,25	1,641	152,381	314,31
3.	0,5	1,641	304,762	442,47
4.	0,75	1,641	457,143	483,29
5.	1	1,641	609,524	743,29
6.	1,25	1,641	761,905	863,78
7.	1,5	1,641	914,286	934,56
8.	1,75	1,641	1066,667	1044,26
9.	2	1,641	1219,048	1243,56
10.	2,25	1,641	1371,429	1341,98
11.	2,5	1,641	1523,809	1553,95

Hasil kalibrasi detektor Hidrogen tipe MQ-8 dengan menggunakan Hidrogen murni menunjukkan hasil yang cukup baik. Dengan koefisien korelasi yang mendekati satu, menunjukkan bahwa pembacaan pada detektor MQ-8 cukup presisi.

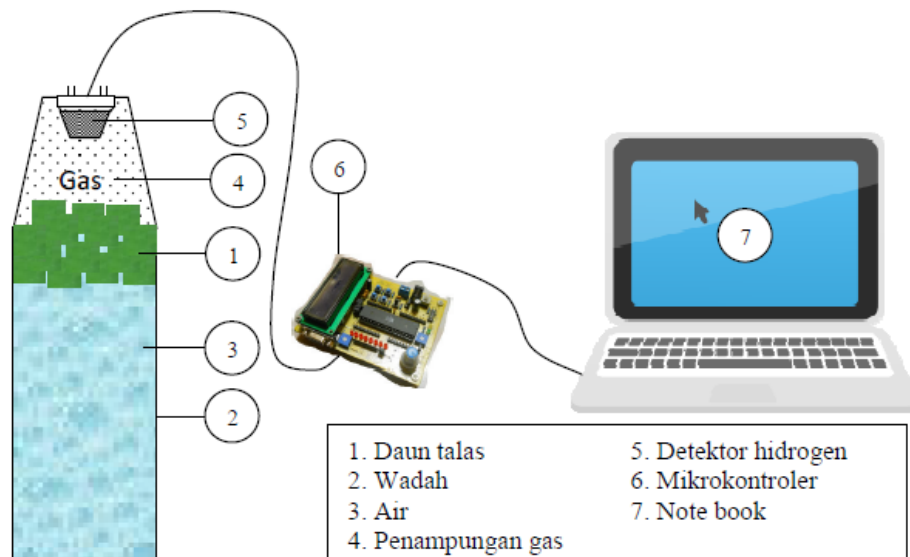


Gambar 4.5 grafik hasil kalibrasi detektor Hidrogen dengan Hidrogen murni

4.3.3 Pengambilan data dengan detektor Hidrogen dan uji gas Kromatografi

Produksi gas Hidrogen dari kontak antara air dan daun Talas dideteksi dengan sensor Hidrogen seperti ditunjukkan gambar 4.1C dengan spesifikasi gambar tabel 4.1 dengan sistem akuisisi data seperti gambar 4.6. Daun Talas (1) dengan luas divariasikan: sebesar $0,04 \text{ m}^2$, $0,08 \text{ m}^2$ dan $0,12 \text{ m}^2$ masing-masing dimasukkan ke dalam wadah tertutup (2) yang berisi air (3) di bagian bawah dan udara di penampung gas (4) di bagian atas. Sensor Hidrogen (5) dimasukkan ke tabung seperti pada gambar 4.6. Pengambilan data gas Hidrogen dilakukan dalam interval waktu 8 jam, dengan total waktu yang digunakan adalah 24 jam.

Produksi gas Hidrogen dari wadah tabung dalam gambar 4.6 juga diverifikasi dengan gas Kromatografi. Alat GC (*Gas chromatography*) yang digunakan, seperti ditunjukkan pada gambar 4.7. Data teknis dari alat ini adalah tipe: *single detector* TCD, Merk: GC-8A simadzu, buatan: Jepang. Gas sampel dari wadah (2) ditampung kedalam tabung kolektor selama 48 jam mengingat laju produksi gas yang kecil sebelum diuji di gas kromatografi.



Gambar 4.6 pengambilan data dengan detektor Hidrogen

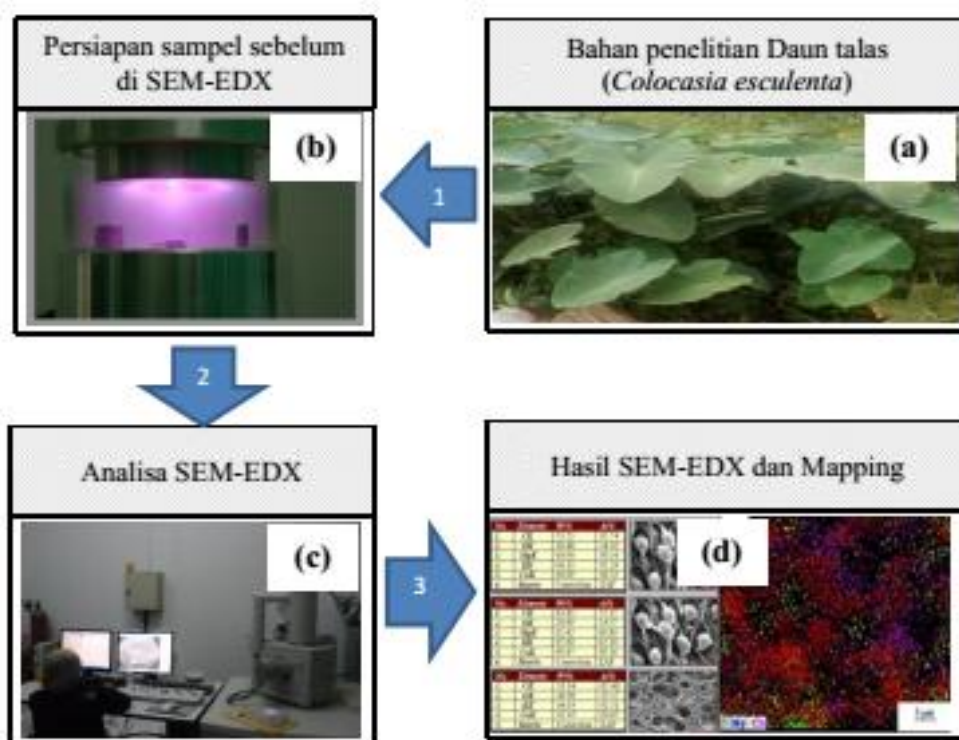


Gambar 4.7 alat uji *Gas Chromatography*
Sumber: dokumentasi pribadi.

4.3.4 Pengujian SEM-EDX daun Talas

Sebelum dilakukan uji SEM-EDX dan *Mapping* sampel daun Talas gambar (4.8a) harus dipersiapkan terlebih dahulu dengan melapisi menggunakan logam emas dengan alat Sputtering (gambar 4.8b). Setelah selesai penyiapan sampel uji maka daun Talas siap untuk dilakukan uji SEM-EDX dan *Mapping*.

Untuk memperbesar permukaan daun Talas dan Uji komposisi lapisan lilin maka digunakan alat SEM-EDX (gambar 4.8c). Uji SEM diambil perbesaran 1000, 5000, 10.000 dan 20.000x hal ini dimaksudkan untuk mengamati topografi permukaan daun Talas secara lebih detail. Tekstur permukaan daun talas yang berbentuk *ridge-poligonal* dan *bump* bisa diamati. Untuk uji komposisi (SEM-EDX) dilakukan pada bagian: seluruh permukaan daun Talas (lapisan lilin), uji area pada bagian papilla (*bump*) dan mesophyl. Selain mengamati topografi permukaan daun Talas juga di lakukan uji *Mapping* untuk mengetahui persebaran unsur-unsur yang ada pada permukaan daun Talas. Hasil Uji SEM-EDX dan *Mapping* ditunjukkan pada gambar 4.8d.



Gambar 4.8 proses pengujian SEM-EDX sampel daun Talas
Sumber: dokumentasi pribadi.

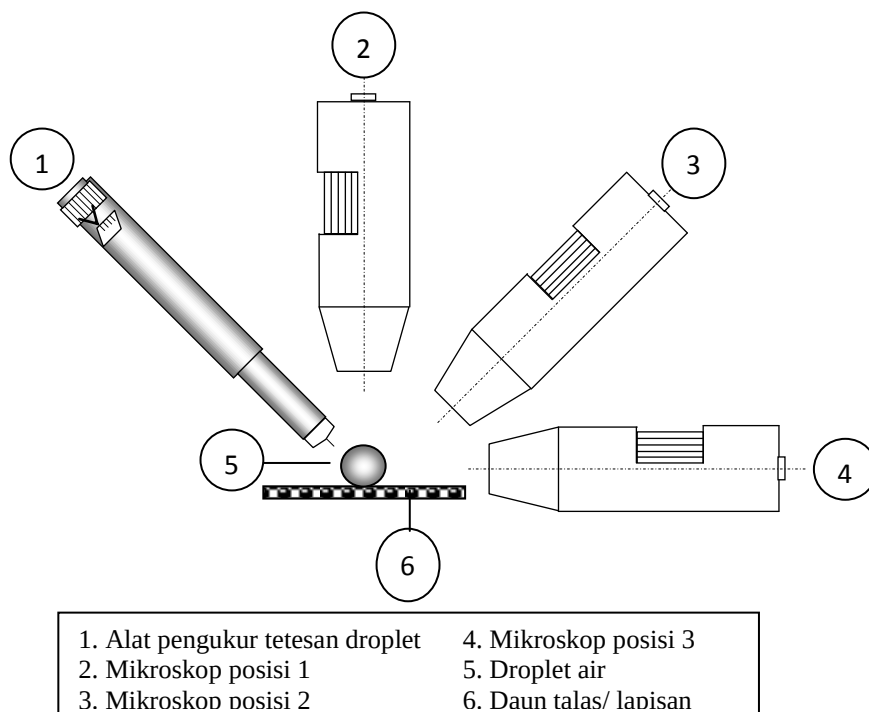
4.3.5 Pengkondisian droplet, teknik pengukuran dan pengamatan droplet

a. Pengkondisian droplet

Tetes droplet diukur menggunakan *syringe pump* gambar 4.9(1), dengan volume (1-5ml). Kondisi *steady* diperoleh pada waktu (1-2 menit), saat kondisi inilah dilakukan pengukuran sudut kontak droplet. Pengukuran dilakukan di ruang tertutup dan pada suhu dan tekanan udara normal. Pengamatan gelembung gas terjebak dilakukan bersama-sama dengan pengukuran sudut kontak droplet, hal ini dimaksudkan supaya kondisi gelembung gas sesuai dengan kondisi sudut kontak yang terbentuk. Perubahan waktu dan sudut kontak droplet sangat berpengaruh terhadap kuantitas gelembung yang terbentuk dibawah droplet.

b. Teknik pengukuran sudut kontak dan pengamatan droplet

Prosedur pembuatan droplet dan pengukuran sudut kontak ditunjukkan pada gambar 4.9. Pembuatan droplet (5) menggunakan *syringe pump* (1), dengan volume tertentu dan ditetaskan pada permukaan daun Talas/lapisan partikel mikro-nano (6). Kemudian dilakukan pengukuran sudut kontak droplet dengan mikroskop digital seperti gambar 4.10 dengan spesifikasi: *Image Sensor*: 2.0 MP, *Fokus range*: 0- 100mm, pembesaran rasio: 1000x, buatan China, dari posisi (4) dengan menggunakan *Software measurement* yang ada dalam mikroskop digital tersebut.



Gambar 4.9 teknik pengukuran sudut kontak dan pengamatan gelembung gas terjebak

Gelembung gas Hidrogen diamati menggunakan mikroskop digital dari dua posisi (2) dan (3) pada gambar 4.9. Posisi mikroskop (2), adalah posisi vertikal terhadap droplet

untuk mengamati gelembung gas yang berada didasar droplet. Dan posisi (3) digunakan untuk mengamati gelembung yang terbentuk akibat reaksi antara droplet H₂O dengan daun Talas/lapisan mikro-nano. Posisi ini digunakan karena hasil penampakan gelembung gas yang lebih jelas.

Untuk mengamati fenomena droplet H₂O ketika kontak dengan permukaan daun Talas, pengamatan dilakukan berulang-ulang untuk mendapatkan gambar yang paling jelas. Fokus pengamatan pada bagian dasar droplet air yang kontak langsung dengan permukaan daun Talas dan pengukuran sudut kontak droplet.



Gambar 4.10 *digital Microscope* perbesaran (200-1000x)
Sumber: dokumentasi pribadi.

4.3.6 Pembuatan sampel dan uji lapisan mikro-nano (Mg + Alumina)

a) Material

Material sintetik yang digunakan adalah: serbuk Magnesium (Mg) analisis, dengan ukuran serbuk (0,06-0,3mm), Serbuk Alumina oksida (Al₂O₃) analisis ukuran partikel: 0,063-0,200mm, merk: KgaA, buatan: Darmstadt (Germany). Partikel nano Magnesium ukuran: (800nm), partikel nano Alumina ukuran: (52,45nm) buatan: US Research Nanomaterials, Inc (USA) ditunjukkan gambar 4.11a.

b) Neraca (skala miligram)

Digunakan untuk mengatur presentase partikel mikro/ nano-Magnesium dalam setiap campuran lapisan mixed (Al₂O₃+Mg). Alat neraca yang digunakan ditunjukkan pada gambar 4.11b. Skala neraca yang digunakan adalah miligram dengan komposisi massa Magnesium dalam lapisan mixed adalah: (100 mg, 90mg, 80mg, 70mg, 60mg, 50mg, 40mg, 30mg, 20mg, 10mg).

c) Pembuatan sampel uji

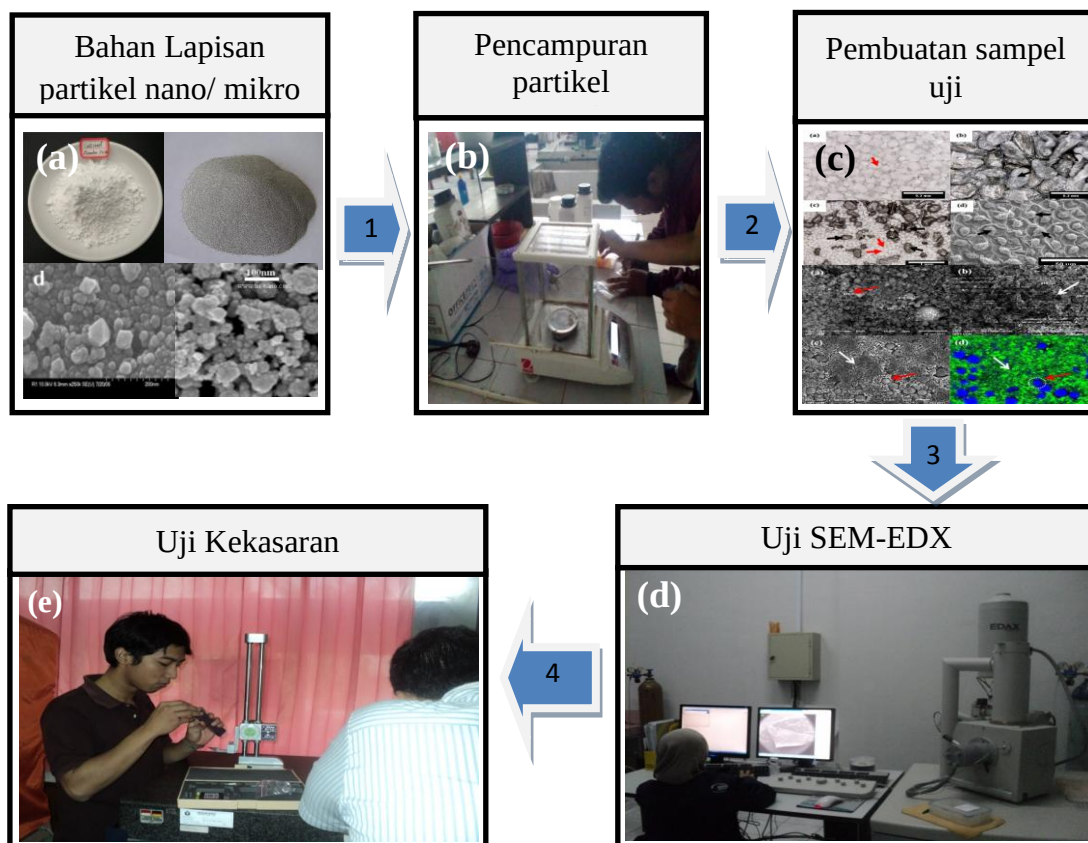
Sampel uji di buat tiga jenis yaitu: (a) lapisan mikro/ nano Alumina (Al_2O_3), (b) lapisan mikro/ nano Magnesium (Mg) dan (c) lapisan mikro/ nano *mixed* ($\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Mg}$). Proses pembuatan lapisan *mixed* mikro/ nano adalah dengan mencampur partikel Mg dengan Al_2O_3 dengan persentase Mg (0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 dan 100%), kemudian dibuat lapisan sintetik seperti gambar (4.11c).

d) Uji SEM-EDX

Uji SEM-EDX seperti gambar (4.11d) dilakukan pada seluruh sampel uji yang telah dibuat dari presentase Mg (0-100%), hal ini dimaksudkan untuk mengetahui susunan partikel dan tekstur permukaannya pada partikel mikro/ nano.

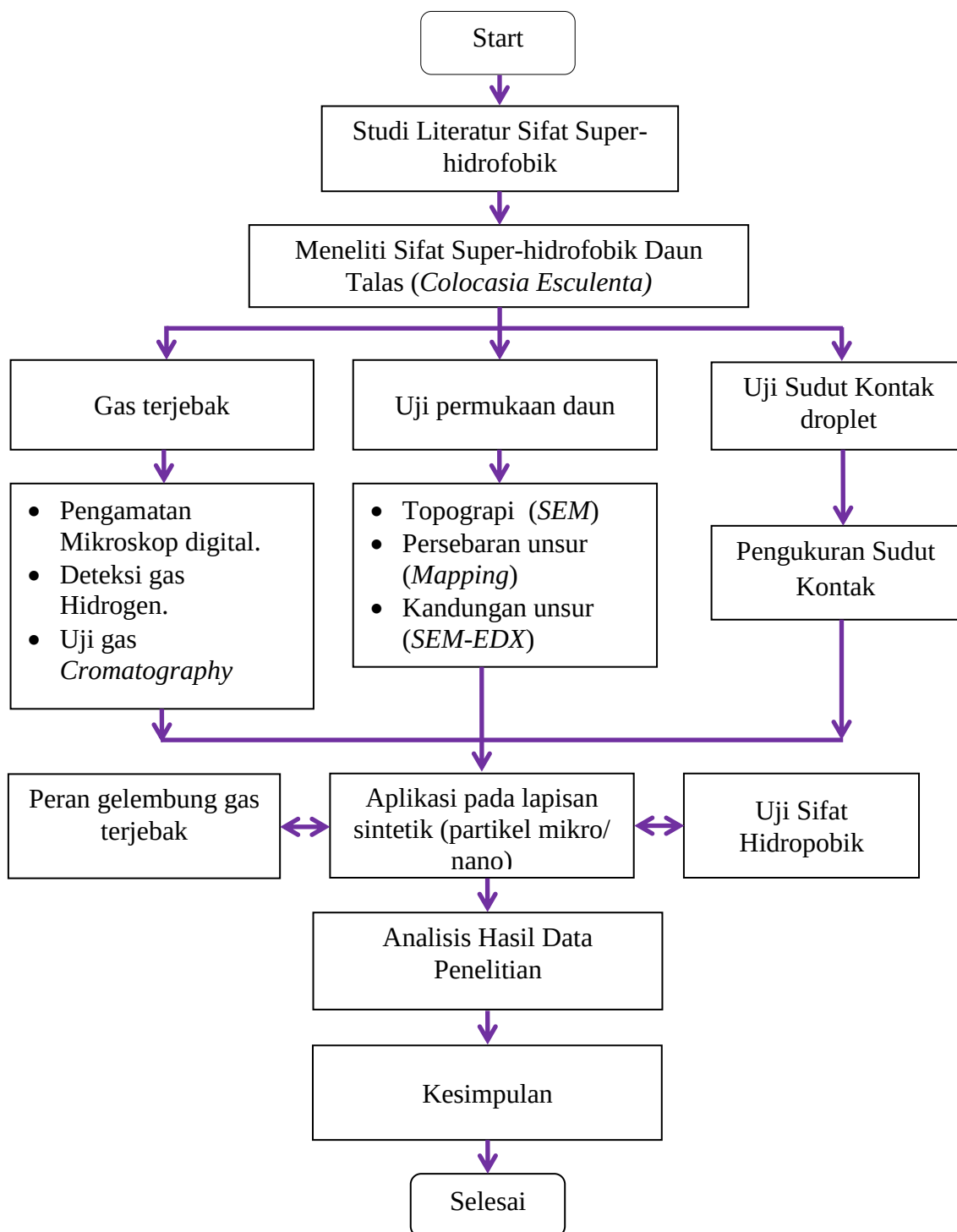
e) Alat uji kekasaran permukaan

Untuk mengetahui kekasaran permukaan pada lapisan sintetik dilakukan uji kekasaran dengan menggunakan alat uji seperti ditunjukkan pada (gambar 4.11e). Presentase Magnesium partikel-mikro yang diuji kekasarannya adalah: 0%, 50%, 70%, 80% dan 100%, sedangkan pada partikel-nano: 0%, 30%, 50%, 70%, 80% dan 100%.



Gambar 4.11 proses pembuatan lapisan partikel-nano/ mikro Alumina (Al_2O_3), Magnesium (Mg) dan *Mixed* ($\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Mg}$).

4.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 4.12 diagram alir penelitian