# OPTIMASI KONDISI LARUTAN DAN PARAMETER PROSES PEMINTALAN ELEKTRIK PADA SINTESIS SERAT NANO KITOSAN-PEO

# OPTIMIZATION OF SOLUTION CONDITION AND ELECTROSPINNING PROCESS PARAMETERS FOR SYNTHESIS OF CHITOSAN-PEO NANOFIBERS

Rizka Yulina<sup>1</sup>, Wiwin Winiati<sup>1</sup>, Irene Bonadies<sup>2</sup>, Paola Laurienzo<sup>2</sup>, Giovanni Dalpogetto<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Balai Besar Tekstil, Jl. Jenderal A. Yani 390, Bandung 40272 Telp. (022) 7206214, Fax. (022) 7271288 Email: texirdti@bdg.centrin.net.id <sup>2</sup>Istituto per i Polimeri Compositi e Biomateriali (IPCB), Italian National Research Council Via Camp Flegrei 34, 80078, Pozzuoli (Naples), Italy

Tanggal diterima: 11 Desember 2017, direvisi: 20 Juli 2018, disetujui terbit: 20 Juli 2018

### **ABSTRAK**

Serat nano kitosan telah berhasil dibuat dengan penambahan polietilen oksida (PEO) sebagai polimer sekunder pada kondisi larutan dan parameter proses pemintalan elektrik yang optimum. Pada penelitian ini, larutan polimer kitosan-PEO pada berbagai konsentrasi (1,6; 2,0; 2,4; 3,2; 3,6; dan 4,0 wt%) dan rasio (3:2, 3:1, dan 1:1) dipintal secara elektrik (*electrospinning*) untuk memperoleh serat dengan morfologi paling baik. Selain kondisi larutan, parameter proses pintal elektrik yang penting seperti tegangan, laju alir umpan, dan jarak antara jarum dengan kolektor juga disesuaikan untuk mendapatkan proses dengan kondisi jet polimer yang stabil. Serat nano yang terbaik, yakni tanpa butiran polimer (*polymer microspheres*) dan minim jumlah manik-manik (*beads*) berhasil diperoleh pada konsentrasi kitosan-PEO 4 wt% dan rasio 3:2. Parameter proses yang digunakan untuk mendapatkan serat ini yaitu tegangan 30 kV, laju alir umpan 0,3 ml/jam, dan jarak antara jarum dan kolektor 30 cm. Karakterisasi morfologi serat dari setiap eksperimen dilakukan dengan menggunakan mikroskop Phenom. Selanjutnya, serat nano terbaik yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan SEM dan diameter rata-rata serat diukur dengan aplikasi ImageJ. Hasil menunjukkan bahwa serat nano yang dihasilkan pada kondisi optimum memiliki diameter rata-rata 68 nm dan distribusi ukuran diameter serat tersebar cukup lebar mulai dari 30-150 nm.

Kata kunci: serat nano, pemintalan elektrik, kitosan, polietilen oksida (PEO), optimasi parameter

# **ABSTRACT**

Synthesis of chitosan nanofibers was successfully achieved by adding polyethylene oxide (PEO) as the secondary polymer at the optimized electrospinning solution condition and process parameters. In this research, chitosan-PEO blended polymer solution with varied concentration (1,4; 2,0; 2,4; 3,2; 3,6; and 4,0 wt%) and ratio (3:2, 3:1 and 1:1) was electrospun to obtain fibers with the best morphology. Furthermore, the important electrospinning process parameters, such as electrical potential, feed flow rate, and distance between the needle and collector were also adjusted in order to get a stable polymer jet during the spinning process. The best nanofibers without polymer microspheres and minimum beads was obtained at chitosan-PEO concentration and ratio of 4 wt% and 3:2, respectively. These nanofibers were fabricated at the optimized process parameters, i.e. electrical potential of 30 kV, feed flowrate of 0,3 ml/hour, and distance between needle and collector of 30 cm. Fiber morphology was observed using Phenom microscopy at every single experiment. Later, the optimized nanofibers with best morphology was characterized using SEM and the average fiber diameter was measured using ImageJ software. Result has showed that the optimized nanofibers has an average diameter of 68 nm with a broad fiber size distribution from 30 to 150 nm.

Keywords: nanofibers, electrospinning, chitosan, polyethylene oxide (PEO), parameter optimization

#### **PENDAHULUAN**

Penelitian mengenai nanofabrikasi material biopolimer saat ini sangat menarik perhatian, karena potensi aplikasinya di berbagai bidang. Karakteristik biopolimer seperti biodegradabilitas, biokompatibilitas, serta anti-inflamasinya sangat diminati untuk aplikasi biomedis dibandingkan dengan polimer sintetik.<sup>1,2</sup> Dalam bentuk serat nano (*nanofiber*), material polimer memiliki perbandingan luas permukaan terhadap volume yang sangat tinggi yakni mencapai 100 m²/g serta

pori-pori kecil dengan porositas tinggi. Hal ini menyebabkan tikar serat nano (nanofiber mats) memiliki sifat mudah menyerap cairan (absorbable) serta mampu melindungi dari debu dan bakteri dengan tetap menjaga kelembabannya (breathable). Selain itu serat nano juga berpotensi sebagai penghantar obat (drug carrier) sekaligus dapat mengontrol pelepasan obat (drug release) dari matriks polimer tersebut pada periode tertentu dapat sehingga diharapkan meningkatkan efektivitas molekul obat ke sel-sel vang menjadi target penyembuhan. Serat nano juga dapat berperan sebagai material perancah (scaffold) bagi pertumbuhan sel-sel baru karena karakteristiknya yang menyerupai jaringan ekstraseluler tubuh menghasilkan sehingga akan pelampiran (attachment), proliferasi, serta diferensiasi sel yang lebih baik.<sup>3</sup>

Salah satu material biopolimer yang sangat menarik perhatian untuk aplikasi biomedis adalah kitosan. Selain karena biodegradabilitas dan biokompatibilitasnya, pada setiap monomer rantai polimer kitosan terdapat gugus amina yang menjadikannya sebagai polielektrolit bermuatan positif. Inilah yang menyebabkan kitosan memiliki sifat antibakteri, antifungal, serta solubilitasnya lebih baik dibandingkan dengan kitin, yakni polimer dengan gugus asetil amina saja (Gambar 1). Bersama pelarut asam dengan jumlah yang terbatas, kitosan dapat larut dengan campuran pelarut airmetanol, -etanol, dan -aseton.<sup>4</sup>

Namun demikian, pemintalan elektrik (electrospinning) menggunakan kitosan untuk menghasilkan serat nano tidaklah mudah. Pembuatan serat nano dari polimer tunggal kitosan seringkali menghasilkan serat yang tidak sempurna karena disertai dengan manik-manik (beads) ataupun hanya berupa tetesan (drops) tanpa membentuk serat. Hal ini dapat terjadi karena beberapa faktor, diantaranya sifat polikationik dari kitosan, viskositas yang tinggi pada konsentrasi rendah, serta struktur polimer yang kaku dengan adanya ikatan hidrogen yang kuat.

**Gambar 1.** Struktur kimia molekul kitosan sebagai turunan dari kitin

Sifat polikationik menyebabkan interaksi tolak menolak di antara molekul kitosan yang dapat menghambat belitan rantai (*chain entanglement*) yang penting untuk pembentukan serat.<sup>5</sup> Selain itu, ikatan hidrogen yang ada di antara jaringan polimer dapat menghalangi gerakan bebas rantai polimer yang terekspos (terpapar) medan listrik. Hal ini dapat menyebabkan kerusakan pada jet polimer selama proses pemintalan elektrik sehingga dapat menghasilkan morfologi serat dengan manik-manik ataupun tetesan.<sup>4,6</sup>

Untuk memperbaiki kemampuan pintal elektrik (*electrospinnability*) dari kitosan, banyak studi telah dilakukan dengan mengkombinasikan kitosan dengan polimer non-ionik yang larut dalam air, seperti polivinyl alkohol (PVA) dan polietilen oksida (PEO) (Gambar 2).

Gambar 2. Struktur kimia (a) PVA dan (b) PEO

Polimer sintetik ini telah dikenal memiliki sifat biokompatibilitas dan biodegradabilitas yang baik, serta toksisitas yang rendah. Selain itu kedua polimer ini relatif lebih mudah dipintal secara elektrik sehingga sangat baik untuk aplikasi biomedis. Berbagai penelitian yang telah dilakukan sebelumnya telah berhasil membuat serat nano komposit kitosan-PVA/PEO dengan partikel obat berukuran nano untuk sistem penghantaran obat.<sup>7-9</sup>

Berdasarkan studi beberapa literatur, kombinasi kitosan-PEO mampu membentuk serat nano dengan morfologi yang baik pada rasio kitosan yang lebih tinggi dibandingkan dengan menggunakan kitosan-PVA.<sup>2,9,10</sup> Rasio kitosan yang lebih tinggi dari polimer sintetik lebih disukai karena kitosan merupakan polimer yang tersedia melimpah di alam dan bersifat antibakteri serta antiinflamasi. Sifat ini sangat penting baik untuk proses penyembuhan luka maupun sebagai matriks untuk penghantaran obat-obatan. Pada penelitian ini, kitosan dengan berat molekul rendah dipilih sehingga memungkinkan peningkatan konsentrasi kitosan untuk memperbaiki kemampuan pintalnya, tanpa meningkatkan secara signifikan viskositas dari larutan polimer tersebut. Parameter yang sangat mempengaruhi proses pemintalan elektrik dan morfologi serat nano diantaranya terdiri dari parameter larutan (konsentrasi, rasio polimer komposit, pelarut), proses (tegangan listrik, laju alir umpan, dan jarak antara jarum spinneret dan kolektor), dan juga parameter lingkungan (kelembaban dan temperatur). 3,4,11

Pada penelitian ini dilakukan variasi kondisi larutan (konsentrasi, rasio polimer komposit kitosan-PEO, dan pelarut) untuk memperoleh serat nano kitosan-PEO dengan morfologi yang baik dengan pemintalan elektrik. Selain itu, parameter proses juga divariasikan sehingga dapat diperoleh pancaran jet yang stabil selama proses pemintalan elektrik dan morfologi serat nano yang homogen dan tanpa disertai *beads*.

# METODE Bahan

Pada penelitian ini digunakan material kitosan p.a. dengan berat molekul rendah (50-190 kDa, derajat deasetilasi 75-85%) dan PEO dengan berat molekul 900 kDA, diperoleh dari Sigma Aldrich. Asam asetat glasial (kemurnian 99-100%) sebagai pelarut polimer diperoleh dari Chem-Lab.

### Peralatan

Peralatan utama yang digunakan yaitu mesin pemintalan elektrik (electrospinning) NF 103 dari MECC company yang terintegrasi dengan pompa vakum (menggunakan fluida silikon di dalamnya), kolektor pelat logam, dan spinneret injektor menggunakan jarum G25 Terumo stainless steel. Mikroskop Phenom dari FEI company (disebut juga mini SEM) digunakan untuk mengobservasi awal morfologi serat dihasilkan dari proses pemintalan elektrik. Serat nano terbaik yang diperoleh pada kondisi optimum dikarakterisasi lebih lanjut menggunakan SEM. Diameter rata-rata serat diperoleh dengan menggunakan aplikasi ImageJ.

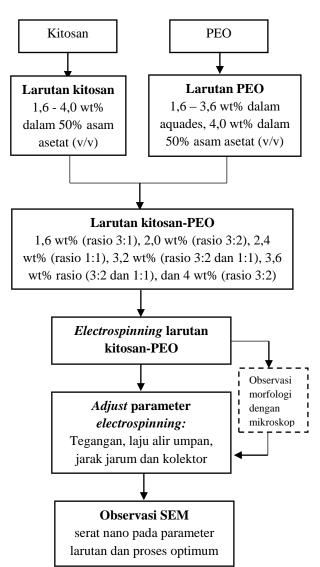
# **Metode Penelitian**

Penelitian pembuatan serat nano kitosan-PEO dilakukan sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 3. Tahapan yang dilakukan diantaranya yaitu:

## - Pelarutan polimer

Kitosan dilarutkan dengan pelarut asam asetat 50% (v/v), sedangkan PEO dilarutkan dengan air suling (aquades) untuk konsentrasi PEO rendah. PEO pada konsentrasi tinggi tidak larut sempurna dalam aquades, maka pada konsentrasi tinggi PEO dilarutkan dengan pelarut yang sama dengan kitosan yakni asam asetat 50% (v/v). Larutan polimer komposit kitosan-PEO kemudian dibuat dengan variasi konsentrasi polimer mulai dari 1,6; 2,0; 2,4; 3,2; 3,6; dan 4,0 wt% serta rasio perbandingan berat kitosan-PEO yakni 3:2, 3:1, dan 1:1. Masing-masing kitosan dan PEO dilarutkan selama minimal 6 jam hingga kedua polimer larut sempurna. Kemudian polimer kitosan dan PEO dicampur sesuai dengan rasio berat yang diinginkan dan diaduk kembali hingga dihasilkan larutan polimer yang homogen. Variasi konsentrasi dan

rasio ini dilakukan untuk mendapatkan serat nano kitosan-PEO dengan morfologi yang baik.



Gambar 3. Diagram alir penelitian

### - Pemintalan elektrik kitosan-PEO

Larutan kitosan-PEO dengan konsentrasi dan rasio tertentu dimasukkan ke dalam syringe plastik berukuran 5 ml. Kemudian syringe diletakkan pada pemegang syringe yang terhubung dengan listrik bertegangan tinggi. Kondisi suhu dan kelembaban selama proses pemintalan dikontrol antara 25-35°C dan 4-20% menggunakan alat dehumidifier di dalam ruang pintal elektrik. Parameter proses pemintalan seperti tegangan, laju alir umpan, serta jarak antara jarum dan kolektor pelat logam divariasikan dan disesuaikan tergantung dari kemampuan pintal (electrospinnability) setiap larutan Kestabilan proses pemintalan dari larutan polimer dapat diamati secara visual dari bentuk aliran jet ketika polimer dialiri muatan listrik. Aliran jet polimer vang baik bilamana membentuk kerucut yang disebut Taylor cone.<sup>3</sup> Serat nano hasil pemintalan elektrik akan terkumpul pada pelat logam yang dilapisi dengan *aluminium foil*.

- Analisis morfologi serat nano

Morfologi serat yang dihasilkan dari pemintalan elektrik diamati setiap saat dengan menggunakan mikroskop Phenom untuk mengetahui morfologi serat yang terbentuk. Jika serat yang baik belum terbentuk, maka satu per satu parameter proses (baik tegangan, laju alir, ataupun jarak antara jarum dengan kolektor) diubah sehingga diperoleh morfologi serat yang lebih baik. Morfologi serat yang terbaik selanjutnya diamati dengan menggunakan SEM.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

elektrik larutan Pemintalan polimer komposit kitosan-PEO dilakukan dari konsentrasi total polimer terendah yang pernah dilaporkan dalam beberapa literatur, vaitu 1,6 wt%. 2,12 Pada konsentrasi 1,6 wt% dan rasio kitosan-PEO 3:1, hasil pemintalan elektrik yang terlihat dari mikroskop Phenom (Tabel 1(a)) tidak menunjukkan adanya serat meskipun parameter proses seperti tegangan, laju alir, dan jarak jarum ke plat kolektor telah divariasikan. Hasil yang serupa diperoleh juga pada konsentrasi polimer 2,0 wt%, meskipun dengan peningkatan rasio PEO pada larutan menjadi kitosan-PEO 3:2 (Tabel 1(b)). Pada gambar tersebut terlihat bahwa pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO juga hanya membentuk tetesan/percikan (*spray*) dari larutan polimer. Ketika konsentrasi kitosan-PEO ditingkatkan hingga 2,4 wt% dengan rasio 1:1, serat mulai terbentuk walaupun dengan disertai adanya *beads* (Tabel 1(c)).

Tidak terbentuknya serat pada konsentrasi total polimer 1,6 dan 2,0 wt% dapat disebabkan karena konsentrasi dan viskositas polimer yang terlalu rendah sehingga intramolekul polimer tidak cukup kuat. Agar bisa dipintal secara elektrik, larutan polimer harus memiliki interaksi intramolekul yang cukup untuk dapat mengatasi gaya tarik yang terkait dengan pembentukan serat. <sup>13</sup> Pada konsentrasi rendah, polimer tidak mudah mengalami peregangan untuk membentuk serat sehingga pada kolektor hanya sebagai percikan/tetesan terkumpul saja. Peningkatan konsentrasi total polimer yang berimbas pada peningkatan viskositas dengan demikian diperlukan untuk memperbaiki kemampuan pintal polimer. Oleh karena itu, pada penelitian tahap selanjutnya konsentrasi total polimer ditingkatkan lagi mulai dari 3,2 wt%, 3,6 wt% hingga 4,0 wt% sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 2 - 5.

**Tabel 1**. Hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO pada berbagai konsentrasi dan rasio (a) 1,6 wt% rasio 3:1, (b) 2,0 wt% rasio 3:2, dan (c) 2,4 wt% rasio 1:1

Konsentrasi	(a)	(b)	(c)
kitosan-PEO	1,6 wt%	2,0 wt%	2,4 wt%
Rasio kitosan- PEO	3:1	3:2	1:1
Gambar dari mikroskop Phenom	THE BELLEVIEW OF THE BE	200 TO	SECTION AND LITTLE AND
Parameter proses	22 kV, 0,5 ml/jam, 15 cm	18 kV, 0,5 ml/jam, 15 cm	22 kV, 0,3 ml/jam, 15 cm

Hasil gambar mikroskop pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO pada konsentrasi total polimer 3,2 wt% dengan rasio 3:2 dan 1:1 dapat dilihat pada Tabel 2. Dari Tabel 2(a) dan 2(b) tersebut, terlihat bahwa pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO pada konsentrasi 3,2 wt% dapat membentuk serat nano, baik pada rasio kitosan-

PEO 3:2 maupun 1:1, dengan parameter proses yang sama (tegangan 22 kV, laju alir 0,3 ml/jam, dan jarak jarum ke kolektor 20 cm). Meskipun serat nano telah terbentuk, namun morfologinya disertai dengan manik-manik (*beads*) dan tetesan polimer berukuran mikro (*polymer microspheres*) pada kedua rasio kitosan-PEO tersebut. Pada rasio

**Tabel 2.** Hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 3,2 wt% berbagai rasio dan kondisi proses: (a) rasio 3:2 dan (b) rasio 1:1 (parameter proses 22 kV, 0,3 ml/jam, dan 20 cm) serta (c) rasio 1:1 (parameter proses 22 kV, 0,3 ml/jam, dan 20 cm).

Larutan	Kitosan-PEO 3,2 wt%		
Rasio kitosan/	(a)	(b)	(c)
PEO	3:2	1:1	1:1
Gambar mikroskop Phenom			
Parameter proses	22 kV, 0,3 ml/jam, 20 cm	22 kV, 0,3 ml/jam, 20 cm	22 kV, 0,3 ml/jam, 15 cm

kitosan-PEO 3:2 (Tabel 2(a)), tampak terbentuk serat yang sangat halus (diameter rata-rata 144 nm) yang cenderung melekat pada kolektor aluminium foil. Sedangkan pada rasio 1:1 (Tabel 2(b)), morfologi serat lebih jelas dan tampak lebih tidak melekat satu sama lain (diameter rata-rata 151 nm). Studi lain telah melaporkan diameter rata-rata serat yang lebih besar dengan bertambahnya kandungan PEO pada larutan kitosan-PEO. Pertambahan rasio PEO dalam larutan dapat menurunkan konduktivitas larutan komposit polimer secara keseluruhan. Kondisi ini mampu menyebabkan peningkatan diameter serat yang terbentuk akibat rendahnya peregangan polimer ketika dialiri tegangan listrik tinggi.

Pada kedua rasio tersebut dengan parameter proses yang sama masih dihasilkan butiran polimer berukuran mikro yang tidak membentuk serat. Oleh karena itu, pada rasio 1:1 parameter proses disesuaikan lagi untuk memperoleh serat dengan morfologi yang lebih

baik (Tabel 2(c)). Ketika jarak antara jarum dan pelat kolektor dikurangi yakni menjadi 15 cm (dari sebelumnya 20 cm), dapat terbentuk serat nano namun masih disertai butiran mikro polimer. Selain itu, tampak beberapa bagian serat yang telah terbentuk rusak/terlarut kembali. Hal ini dapat disebabkan karena pelarut polimer yang digunakan belum menguap sempurna ketika larutan sampai di pelat kolektor. Jarak yang cukup dekat antara jarum dan kolektor dapat menjadi penyebab pelarut belum menguap sempurna ketika jatuh di pelat kolektor. Penyesuaian parameter lainnya pada rasio ini tidak juga menghasilkan serat dengan morfologi yang lebih baik. Oleh sebab itu, parameter larutan disesuaikan dengan cara meningkatkan konsentrasi total polimer menjadi 3,6 wt%.

Tabel 3 menunjukkan serat hasil pemintalan elektrik kitosan-PEO dengan konsentrasi 3,6 wt% pada rasio 3:2.

**Tabel 3.** Hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 3,6 wt% rasio 3:2 pada berbagai parameter proses (variasi laju alir umpan dan tegangan listrik sebagaimana tercantum di tabel).

Larutan	Kitosan-PEO 3,6 wt%		
Rasio kitosan/	(a)	(b)	(c)
PEO	3:2	3:2	3:2
Gambar mikroskop		40000000000000000000000000000000000000	
Phenom		4] 508 µm PEO ch-2	
Parameter proses	22 kV, 0,3 ml/jam, 20 cm	20 kV, 0,2 ml/jam, 20 cm	18 kV, 0,2 ml/jam, 20 cm

Pada Tabel 3(a), 3(b) dan 3(c), tampak morfologi serat yang melekat pada kolektor dan butiran polimer masih terbentuk walaupun parameter proses seperti tegangan dan laju alir umpan telah divariasikan. Diameter rata-rata serat yang terbentuk berturut-turut yaitu 143, 138, dan 110 nm.

Tabel 4 menunjukkan hasil mikroskop pemintalan elektrik kitosan-PEO pada konsentrasi 3,6 wt% namun dengan rasio PEO yang lebih tinggi yakni 1:1. Dari tabel tersebut terlihat bahwa butiran polimer masih terbentuk, bahkan semakin banyak jumlahnya jika dibandingkan dengan rasio polimer 3:2 (Tabel 3) dan dengan konsentrasi polimer yang lebih rendah sekalipun (Tabel 2). Pada tegangan dan laju alir yang lebih tinggi (Tabel 4(a)), butiran polimer tampak mendominasi hasil pemintalan elektrik. Serat nano yang terbentuk juga sangat tipis dan cenderung rusak/putus karena tidak terpintal dengan sempurna. Sedangkan pada tegangan dan laju alir yang lebih rendah (Tabel 4(b)), serat nano vang sangat halus terbentuk dan tidak terputus. namun masih disertai dengan butiran polimer yang sangat banyak.

Terbentuknya butiran polimer dari proses pemintalan elektrik ini dapat disebabkan karena polimer PEO tidak larut sempurna atau hanya terdispersi saja di dalam aquades, terutama pada konsentrasi tinggi. Hal ini dapat dibuktikan dari kekeruhan warna larutan PEO di dalam aquades (yang digunakan untuk membuat larutan kitosanPEO 3,2 dan 3,6 wt%), walaupun telah diaduk lama bahkan dengan pemanasan sekalipun. Apabila PEO larut sempurna, maka larutan akan berwarna transparan.

Di dalam pelarut, rantai polimer yang dianalogikan berbentuk seperti bola koil akan terbuka sehingga molekul pelarut dapat mengelilingi rantai polimer tersebut. Apabila interaksi antara pelarut-polimer lemah, maka polimer tidak akan terlarut atau dengan kata lain hanya terdispersi. Namun iika interaksinya kuat, maka rantai akan sangat terbuka karena jumlah molekul pelarut yang signifikan mengelilingi rantai polimer. Apabila interaksi antara pelarut-polimer ini sebanding dengan interaksi intramolekul polimer, maka akan dihasilkan larutan ideal. Sebagaimana telah dijelaskan sebelumnya, untuk dapat dipintal elektrik polimer harus memiliki interaksi intramolekul yang cukup untuk dapat mengatasi gaya tarik yang terkait dengan pembentukan serat.<sup>13</sup> Pada kondisi larutan yang tidak ideal (larutan terdispersi), interaksi intramolekul polimer terlalu kuat sehingga gaya tarik pembentukan serat yang dihasilkan dari medan listrik tidak mampu mengatasinya. Hal ini dapat mengakibatkan larutan polimer tidak terpintal dengan baik dan jatuh sebagai butiran polimer tanpa sempat membentuk

**Tabel 4**. Hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 3,6 wt% rasio 1:1 pada berbagai parameter proses (variasi laju alir umpan dan tegangan listrik).

Larutan	Kitosan-PF	EO 3,6 wt%	
Rasio kitosan/ PEO	(a)	(b)	
	1:1	1:1	
Gambar mikroskop	The second second		
Phenom			
Parameter proses	22 kV, 0,3 ml/jam, 20 cm	18 kV, 0,2 ml/jam, 20 cm	

Larutan

Rasio kitosan-PEO

(a)

3:2

Gambar mikroskop
Phenom

Kitosan-PEO 4 wt%

(b)

3:2

Gambar mikroskop

30 kV, 0,3 ml/jam, 30 cm

**Tabel 5.** Hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 4 wt% rasio 3:2 pada berbagai parameter proses (variasi laju alir umpan dan tegangan listrik)

Terbentuknya butiran polimer yang lebih signifikan rasio 1:1 dan konsentrasi 3,6 membuktikan rendahnya kelarutan PEO di dalam air dengan bertambahnya jumlah PEO pada larutan komposit polimer. Dengan demikian, pemilihan pelarut yang tepat merupakan salah satu faktor kunci dihasilkannya serat nano dengan morfologi yang halus tanpa adanya manik-manik ataupun butiran polimer. Pelarut yang baik harus dapat melarutkan polimer dengan sempurna dan juga memiliki volatilitas vang cukup.<sup>3</sup> Khusus untuk PEO, perlu dipilih pelarut yang dapat larut sempurna pada konsentrasi polimer yang tinggi. PEO diketahui dapat larut sempurna pada 50% (v/v) asam asetat, pelarut yang sama dengan kitosan. Penggunaan pelarut yang sama pada dua jenis polimer untuk menghasilkan serat nano komposit diaplikasikan oleh beberapa sebelumnya. 2,9,14

Parameter proses

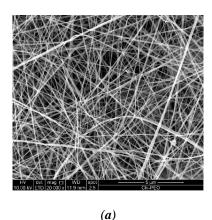
Tabel 5 menunjukkan hasil mikroskop pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 4 wt% dengan menggunakan pelarut asam asetat 50% (v/v), baik untuk kitosan maupun PEO. Konsentrasi polimer dinaikkan menjadi 4 wt% memperoleh morfologi serat yang lebih baik, sebagaimana dilaporkan pula pada studi sebelumnya oleh Zupancic et.al., 2016.11 Selain itu, rasio kitosan-PEO 3:2 dipilih mengingat kitosan adalah bahan polimer alam yang utama dan PEO hanya berperan sebagai polimer kedua yang membantu mampu pintal dari material kitosan. Oleh karena itu, rasio kitosan yang lebih besar daripada PEO lebih diutamakan.

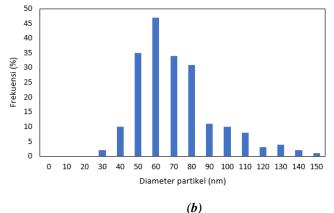
Pada Tabel 5(a), dapat dilihat bahwa proses pintal elektrik kitosan-PEO 4 wt% pada tegangan 30 kV, laju alir 0,3 ml/jam, dan jarak antara jarum dan kolektor 30 cm telah mampu menghasilkan serat nano dengan morfologi yang jauh lebih baik dari sebelumnya. Pada kondisi ini, butiran polimer sudah tidak lagi terbentuk dan serat yang dihasilkan cukup homogen. Keberadaan manik-manik (beads) di beberapa bagian serat tidak signifikan jika dibandingkan dengan keseluruhan serat nano yang dihasilkan. Untuk memperbaiki morfologi serat tersebut, tegangan dinaikkan dan laju alir larutan polimer diturunkan sebagaimana pada Tabel 5(b). Namun manik-manik (beads) masih terbentuk juga di beberapa bagian serat walaupun jumlahnya sangat sedikit. Keberadaan beads ini apabila signifikan, maka akan mengurangi luas permukaan serat nano<sup>15</sup> dan dapat mempengaruhi efektivitas pelepasan obat pada aplikasi serat nano untuk penghantaran obat nantinva.

35 kV, 0,2 ml/jam, 30 cm

Manik-manik yang terbentuk pada serat nano berkaitan dengan konduktivitas larutan polimer. Semakin konduktif suatu larutan, maka densitas muatan pada larutan juga akan semakin meningkat. Hal ini menyebabkan peningkatan interaksi antara muatan polimer dengan medan listrik eksternal dan juga interaksi tolak menolak antar muatan di dalam molekul polimer itu sendiri, sehingga mampu memperbaiki proses peregangan filamen serat dan mencegah terbentuknya manikmanik. 16

Penambahan polimer nonionik seperti PEO pada larutan kitosan menyebabkan penurunan konduktivitas larutan secara keseluruhan.<sup>2</sup> Oleh sebab itu, terbentuknya manik-manik di sepanjang serat bisa saja terjadi akibat interaksi tolak menolak antar molekul polimer yang lemah. Penambahan surfaktan ionik pada polimer nonionik diketahui dapat membantu menaikkan konduktivitas larutan serta menurunkan tegangan permukaan.





**Gambar 4.** Serat nano hasil pemintalan elektrik larutan kitosan-PEO 4 wt% rasio 3:2. Kitosan dan PEO dilarutkan dengan pelarut yang sama yakni 50% (v/v) asam asetat. (a) Hasil SEM serat nano, (b) Distribusi ukuran diameter serat.

Akibatnya jumlah manik-manik pada serat nano dapat berkurang secara signifikan, walaupun tidak sampai menghilangkannya sama sekali.<sup>17</sup> Pada penelitian lain, penambahan surfaktan ionik HDA ke dalam larutan polimer kitosan-PVA untuk meningkatkan konduktivitas telah berhasil menghilangkan manik-manik dan membentuk serat nano yang homogen.<sup>15</sup>

Serat nano terbaik yang selanjutnya diobservasi menggunakan sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4. Pada Gambar 4(a), sesuai dengan hasil foto mikroskop sebelumnya, terlihat serat nano dengan morfologi yang baik tanpa disertai adanya butiran polimer. Terbentuknya manik-manik juga sangat minim, atau hampir tidak terlihat di sepanjang serat. Diameter rata-rata serat nano tersebut yaitu 68 nm, dari sekitar 200 serat yang diukur menggunakan ImageJ. Mayoritas serat nano berukuran sekitar 50-70 nm. Namun jika dilihat pada Gambar 4(b), distribusi ukuran diameter serat yang dihasilkan cukup lebar yakni mulai dari 30 hingga 150 nm. Dengan diperolehnya serat nano homogen ini maka semakin membuka peluang bagi serat nano ini untuk diaplikasikan baik sebagai matriks penghantar obatobatan, pembalut luka, maupun perancah jaringan (tissue scaffold). Semakin kecil ukuran serat nano, maka luas permukaan akan semakin besar sehingga semakin banyak pula zat aktif/obat yang dapat dibawa oleh matriks serat tersebut. Interaksi obat dengan sel atau jaringan yang menjadi target akan semakin meningkat sehingga efektivitas penghantaran obat diperkirakan pula akan semakin baik. Modifikasi sifat matriks untuk mengontrol pelepasan obat-obatan juga sangat memungkinkan, diantaranya dengan penambahan surfaktan.

Kumpulan serat nano juga membentuk matriks anyaman (nanofiber mats) berporositas tinggi yang sangat penting untuk aplikasi pembalut luka. Namun penelitian lebih lanjut yang disertai dengan serangkaian uji klinis masih diperlukan untuk mengetahui aplikasi terbaik dari serat nano kitosan-PEO terutama di bidang medis.

#### KESIMPULAN

Serat nano dengan morfologi yang baik telah berhasil diperoleh pada kondisi optimum yakni dengan larutan polimer komposit kitosan-PEO konsentrasi 4 wt%, pelarut asam asetat 50% (v/v), rasio 3:2, dan parameter proses pemintalan elektrik vakni pada tegangan 30 kV, laju alir umpan 0,3 ml/jam, dan jarak antara jarum dan kolektor 30 cm. Diameter rata-rata serat nano yang diperoleh yaitu 68 nm dengan distribusi ukuran diameter serat pada rentang 30-150 nm. Pada kondisi yang optimum ini, dihasilkan serat nano yang homogen tanpa disertai adanya butiran polimer. Selain itu, manik-manik (beads) yang terbentuk di sepanjang serat juga tidak tampak signifikan. Penggunaan PEO sebagai polimer nonionik terbukti dapat membantu kemampuan pintal kitosan membentuk serat. Namun pada konsentrasi kitosan-PEO 3,2 dan 3,6 wt%, pembentukan serat disertai dengan butiran polimer karena pada rentang konsentrasi tersebut PEO hanya pelarut terdispersi dalam air. Peningkatan konsentrasi campuran polimer kitosan-PEO hingga 4 wt% menggunakan pelarut yang sama, yakni asam asetat 50% (v/v) mampu memperbaiki morfologi serat nano. Dengan demikian, selain konsentrasi polimer dan parameter proses pemintalan elektrik, jenis pelarut yang digunakan mempengaruhi pembentukan serat nano yang baik.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Balai Besar Tekstil dan *Istituto per i Polimeri Compositi e Biomateriali (IPCB), Consiglio Nazionale delle Ricerche (CNR),* Italia yang telah menyediakan berbagai fasilitas penelitian dan juga Lembaga Pengelola Dana Pendidikan (LPDP) yang telah memberi dukungan baik moral maupun material kepada penulis dalam melaksanakan kegiatan penelitian ini.

### **PUSTAKA**

(2009).

- 1. Dwivedi, C., Pandey, H., Pandey, A.C., and Ramteke, P.W. Nanofibre Based Smart Pharmaceutical Scaffolds For Wound Repair And Regenerations. *Current Pharmaceutical Design* **22**, 1460-1471 (2016).
- 2. Kriegel, C., Kit, K. M., McClements, D. J. & Weiss, J. Electrospinning of chitosan–poly(ethylene oxide) blend nanofibers in the presence of micellar surfactant solutions. *Polymer* **50**, 189-200, doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.polymer.2008.09.04 1 (2009).
- 3. Haider, A., Haider, S. & Kang, I.-K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry*, doi:http://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.11.015 (2015).
- Homayoni, H., Ravandi, S. A. H. & Valizadeh, M. Electrospinning of chitosan nanofibers: Processing optimization. *Carbohydrate Polymers* 77, 656-661, doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.02.008
- 5. Li, L. & Hsieh, Y.-L. Chitosan bicomponent nanofibers and nanoporous fibers. *Carbohydrate Research* **341**, 374-381, doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.carres.2005.11.028 (2006).
- 6. Pakravan, M., Heuzey, M.-C. & Ajji, A. A fundamental study of chitosan/PEO electrospinning. *Polymer* **52**, 4813-4824, doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.polymer.2011.08.03 4 (2011).
- 7. Wang, X., Cheng, F., Gao, J., and Wang, L. Antibacterial wound dressing from chitosan/polyethylene oxide nanofibers mats

- embedded with silver nanoparticles. *Biomaterials Applications* **29**, 1086-1095 (2015).
- 8. Jalvandi, J. *et al.* Polyvinyl alcohol composite nanofibres containing conjugated levofloxacinchitosan for controlled drug release. *Materials Science and Engineering: C* **73**, 440-446, doi:http://doi.org/10.1016/j.msec.2016.12.112 (2017).
- 9. Song, J. *et al.* Antibacterial effects of electrospun chitosan/poly(ethylene oxide) nanofibrous membranes loaded with chlorhexidine and silver. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine* 12, 1357-1364, doi:https://doi.org/10.1016/j.nano.2016.02.005 (2016).
- Fazli, Y., Shariatinia, Z., Kohsari, I., Azadmehr, A. & Pourmortazavi, S. M. A novel chitosan-polyethylene oxide nanofibrous mat designed for controlled co-release of hydrocortisone and imipenem/cilastatin drugs. *International Journal of Pharmaceutics* 513, 636-647, doi:10.1016/j.ijpharm.2016.09.078 (2016).
- 11. Zupančič, Š., Potrč, T., Baumgartner, S., Kocbek, P. & Kristl, J. Formulation and evaluation of chitosan/polyethylene oxide nanofibers loaded with metronidazole for local infections. *Eur. J. Pharm. Sci.* **95**, 152-160, doi:10.1016/j.ejps.2016.10.030 (2016).
- Kriegel, C., Kit, K. M., McClements, D. J. & Weiss, J. Influence of Surfactant Type and Concentration on Electrospinning of Chitosan–Poly(Ethylene Oxide) Blend Nanofibers. *Food Biophysics* 4, 213-228, doi:10.1007/s11483-009-9119-6 (2009).
- 13. Stanger, J., Tucker, N. & Staiger, M. Electrospinning. *Rapra Review Report* **16**, 1-218 (2005).
- 14. Lemma, S. M., Bossard, F. & Rinaudo, M. Preparation of pure and stable chitosan nanofibers by electrospinning in the presence of poly(ethylene oxide). *Int. J. Mol. Sci.* 17, doi:10.3390/ijms17111790 (2016).
- 15. Judawisastra, H., Winiati, W., Ramadhianti, P.A. Preparing chitosan nanofiber without beads by means of PVA and HDA addition *Jurnal Arena Tekstil* **27**, 55-101 (2012).
- 16. Brown, P. J., Stevensi, K. 96-98 (Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, 2007).
- 17. Lin, T., Wang, H., Wang, H. & Wang, X. The charge effect of cationic surfactants on the elimination of fibre beads in the electrospinning of polystyrene. *Nanotechnology* **15**, 1375 (2004).