Sintesis dan Karakterisasi Serat Nano Polivinil Alkohol yang Diikat Silang dengan Glutaraldehid untuk Aplikasi Pembalut Luka

Mentik Hulupi, Haryadi*

Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Jl. Gegerkalong Hilir, Ciwaruga, Kabupaten Bandung Barat, Jawa Barat 40559

*Penulis korespondensi: haryadi@polban.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.24198/cna.v6.n3.18477>

Abstrak: Hasil serat nano (nanofiber) PVA yang diikat silang oleh glutaraldehid (GA) telah berhasil disintesa dan dikarakterisasi. Sintesis serat nano PVA dilakukan dengan menginjeksikan larutan PVA 10% kedalam mesin *electrospinning* selama 6 jam pada suhu 28,7°C dengan laju injeksi 1,0 mL/jam, menggunakan potensial listrik sebesar 14,6 kV serta jarak untuk mengkoleksi serat sejauh 10 cm. Metode ikat silang dilakukan secara in-situ terhadap serat nano PVA menggunakan glutaraldehid 0,5M didalam pelarut aseton, selama 4 jam. Untuk melihat potensinya sebagai pembalut, maka serat nano komposit PVA-GA direndam dalam ekstrak zat aktif dari binahong sebesar 20% selama 24 jam. Dari hasil – hasil karakterisasi serat nano PVA menggunakan FTIR menunjukkan adanya pergeseran puncak serapan untuk jenis vibrasi tarik dari gugus fungsi O-H, C-H, dan C-O dari sebelum dan setelah dilakukan proses ikat silang menggunakan glutaraldehid (GA), pergeseran puncak juga terlihat saat zat aktif ditempatkan didalam serat nanokomposit PVA-GA, dengan gugus fungsi spesifik yang muncul dari zat aktif binahong untuk vibrasi tarik N-H, pada bilangan gelombang 1544 cm^{-1} . Hasil dari pengukuran menggunakan FTIR tersebut didukung dengan hasil karakterisasi morfologi serat nano PVA menggunakan SEM setelah proses ikat silang yang menunjukkan adanya sedikit peningkatan dari besar atau tebalnya diameter serat nano sebesar 250 nm dibandingkan dengan serat nano PVA tanpa dilakukan tahap ikat silang. Keberadaan zat aktif ekstrak binahong terlihat dari pengukuran morfologinya, dengan distribusi yang belum homogen didalam serat nanokomposit akibat konsentrasi yang relative kecil dalam pembuatannya. Hasil pengukuran derajat pengembangan akibat terjadinya proses ikat silang PVA dengan GA serta keberadaan dari zat aktif ekstrak binahong menunjukkan penurunan yang sangat signifikan. Hasil ini sejalan dengan hasil karakterisasi sifat mekanik dari serat nano sebelum dan setelah dilakukan ikat silang dan perendaman dalam zat aktif ekstrak binahong. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa proses ikat silang menggunakan GA serta adanya zat aktif ekstrak binahong mempengaruhi terhadap struktur kimia serta morfologi serat nano PVA. Dapat ditambahkan pula bahwa spektrum EDS juga menunjukkan pengaruh adanya glutaraldehid sebagai zat pengikat silang yang mampu mereduksi besarnya intensitas dari energi dispersive serat nano PVA.

Kata kunci: serat nano PVA, glutaraldehid, *electrospinning*, ekstrak binahong

Abstract: The electrospun PVA nanofiber cross-linked by glutaraldehyde (GA) has been synthesized and characterized. The synthesis of PVA nano fiber has been prepared by using PVA 10% and then injected into electrospinning machine with injection rate of 1.0 ml/hour and 14.6 kV of electrical potential and a collection distance of 10 cm for 6 hours at 28.7°C. The in-situ method of crosslinking for PVA nanofiber was conducted by immersing in glutaraldehyde 0.5 M of acetone as solvent for 4 hours. The results indicated that there are several peaks of stretching vibration of FTIR spectra move to the higher wave number such as O-H, C-H and C-O when the PVA nanofibers have been crosslinked by GA. The shifting of wave numbers due to the presence of active compound of binahong extract has also been observed particularly for the specific stretching vibration of N-H at 1544 cm^{-1} . The FTIR results were also confirmed by the SEM spectra in which the morphology of PVA nanofibers after crosslinked process possess slightly higher in diameter size of fibers of 250 nm as compared to the pristine PVA nanofiber. The presence of active compounds of binahong extract was also observed from the morphology measurement indicating in homogeneity in distribution of the active compounds due to their low concentration during preparation. Furthermore, the results from degree of swelling also have proved that the crosslinking steps as well as immersion of active compounds within composite nanofibers of PVA-GA reduced significantly the degree of swelling. In addition, the mechanical properties has also shown the influence of crosslinking and immersion of active compounds of binahong extract. This indicated that in-situ crosslink by GA influence the chemical structure and morphology of the PVA nanofibers. In addition, EDS spectra also

specified the influence of GA as crosslinking agent that enabled to reducing the energy dispersive intensity of the PVA nanofiber.

Keywords: PVA nanofiber, Glutaraldehyde, electrospinning, binahong extract

PENDAHULUAN

Saat ini perkembangan nanosains dan nanoteknologi sangat cepat dan menjadi perhatian utama kalangan akademik dan industri. Perubahan ukuran material dari skala makro ke skala nano menyebabkan perubahan sifat-sifat material dan akhirnya akan berpengaruh pada kinerja alat ataupun produk yang menggunakannya. Salah satu topik penelitian yang banyak dilakukan saat ini adalah pengembangan material nano seperti nanopartikel dan nanofiber dengan menggunakan teknologi *electrospinning* (Herdiawan dkk. 2013).

Nanofiber merupakan salah satu hasil temuan yang mendapat perhatian khusus karena potensi pemanfaatannya yang begitu luas pada berbagai bidang. Serat nano atau *nanofiber* adalah serat yang mempunyai diameter kurang dari 500 nanometer ($1\text{ nm}=10^{-9}$ meter) (Sari dkk. 2014). Keunggulan nanofiber dibandingkan dengan fiber konvensional adalah mempunyai luas permukaan spesifik yang sangat luas, sangat ringan, bentuk yang fleksibel, mengurangi ruang yang dibutuhkan dalam aplikasi, mampu menembus batas kinerja optimum material konvensional, mempunyai nilai ekonomi yang sangat tinggi. Nanofiber mempunyai potensi aplikasi dalam bidang energi, medis/kedokteran, bioteknologi, pemurnian air dan lain-lain (Herdiawan dkk. 2013).

Polivinil alkohol (PVA) merupakan material yang dibuat melalui proses alkoholis dari polivinilasetat (PVAc). Polivinil alkohol memiliki sifat tidak berwarna, tidak larut pada sebagian besar pelarut organik dan minyak, tetapi larut dalam pelarut air dengan catatan gugus hidroksil yang dikandung

dalam jumlah cukup tinggi (Harper & Petrie, 2003). Polivinil alkohol merupakan polimer yang bersifat *electro-spinnable*, *biocompatible*, dan *biodegradable* serta sering digunakan sebagai *guest* polimer dalam berbagai macam penelitian untuk memfabrikasi *nanofiber* dengan *electrospinning*. Penggunaan polivinilalkohol sebagai *guest* polimer telah banyak dijadikan alternatif untuk membantu fabrikasi *nanofiber* dengan *electrospinning* dengan tujuan penggunaannya untuk berbagai aplikasi (Archana *et al.* 2013).

Electrospinning telah dianggap sebagai teknik sederhana dan efektif untuk pembuatan serat polimer, serat anorganik, dan komposit serat. Terutama, penggabungan nanopartikel anorganik dan produksi nanofiber fungsional dengan sifat optik, magnetik, atau listrik. Nanofiber komposit yang berbeda mengandung berbagai nanopartikel anorganik dalam matriks (Herdiawan dkk. 2013)

Pada prinsipnya, *electrospinning* memanfaatkan gaya elektrostatis yang muncul dari partikel bermuatan akibat adanya tegangan tinggi antara ujung tip (jarum tabung *syring /spinneret*) dengan kolektor fiber. Bagian utama alat *electrospinning* tersusun atas sumber tegangan tinggi DC, tabung *syring (spinneret)*, jarum berdiameter kecil, dan plat kolektor dari bahan logam. Elektroda positif dihubungkan pada ujung jarum sehingga larutan bermuatan positif dan elektroda negatif dihubungkan pada plat kolektor sebagai tempat terkumpulnya serat/fiber. Salah satu susunan alat *electrospinning* sederhana ditunjukkan pada Gambar 1.

Gambar 1. Skema alat *electrospinning* (Zhu & Chen 2013)

Secara umum proses *electrospinning* terbagi menjadi tiga tahap yang diperkenalkan sebagai jet modeling (Akrem 2011). Tahap pertama adalah proses inisiasi, yaitu terbentuknya tetesan larutan pada ujung jarum hingga larutan mulai terpancar menuju kolektor. Tahap kedua adalah proses penipisan (*thining*) diameter fiber. Semakin jauh jarak ujung tip dengan kolektor, akan mengakibatkan penurunan ukuran diameter fiber (Voigt 2009). Sementara itu, tahap ketiga adalah proses penguapan pelarut dan pembekuan fiber (*jet solidification*). Beberapa parameter yang mempengaruhi morfologi dan keseragaman ukuran fiber yang dihasilkan pada proses *electrospinning* diklasifikasikan ke dalam dua kategori (Thompson *et al.* 2007) yaitu: (1) sifat larutan polimer yang digunakan (berat molekul, konsentrasi larutan, viskositas, konduktivitas, konstanta dielektrik, dan tegangan permukaan), dan (2) parameter *electrospinning*, meliputi besar medan listrik, besar beda potensial, laju aliran larutan, dan jarak ujung tip ke kolektor (TCD = *tip to colector distance*).

Dalam penelitian ini dibuat suatu material nanofiber PVA menggunakan metode *electrospinning* dan karakterisasi PVA serat nano yang diikat silang dengan glutaraldehid (GA) dengan harapan menghasilkan serat berukuran nanometer (1-200 nm), halus, seragam, kontinyu sehingga memiliki permukaan yang luas, pori kecil, dan dapat diaplikasikan untuk pembalut luka (*wound dressing*) dengan dilakukan perendaman PVA yang telah diikat silang dengan GA dalam ekstrak binahong.

BAHAN DAN METODE

Preparasi Larutan PVA

PVA dilarutkan dalam air dengan konsentrasi 10% (b/v) dan diaduk selama 2 jam pada suhu 80°C sampai larut. Setelah larutan polimer larut sempurna, kemudian larutan didiamkan untuk menghilangkan gelembung udara yang terperangkap.

Proses Elektrospinning Larutan PVA

Larutan PVA dimasukkan ke dalam siring, kemudian rangkaian siring dipasangkan pada alat *electrospinning*. Kecepatan aliran larutan PVA diatur untuk mendapatkan kondisi optimal dengan memperhatikan jarak antara *nozzle* dan kolektor, kemudian diatur juga tegangan yang digunakan. Diperoleh kondisi optimum laju alir 1,0 mL/jam, tegangan 14,6 kV dan jarak 10 cm.

Proses Ikat Silang (*Crosslinking*)

Nanofiber PVA yang bersifat hidrofilik dimasukkan ke dalam larutan campuran GA dengan konsentrasi 0,5 M dalam larutan aseton yang ditambahkan HCl encer dan direfluks selama 4 jam pada suhu 40°C. Setelah proses ikat silang selesai,

nanofiber PVA dicuci dengan aquades diikuti dengan aseton, kemudian nanofiber PVA dikeringkan.

Proses Perendaman dengan ekstrak Binahong

Nanofiber PVA setelah mengalami crosslink dengan GA direndam dalam larutan ekstrak binahong 20% selama 24 jam.

Proses Penggembungan (*Swelling*)

Nanofiber PVA yang sudah di ikat silang (*crosslink*) kemudian direndam di dalam air selama 24 jam, untuk mengetahui daya serap air pada nanofiber PVA. Nanofiber PVA sebelum dan setelah direndam dengan air harus diketahui beratnya. Sehingga akan diperoleh derajat penggembungan atau *swelling* dengan prinsip gravimetri. Penggembungan air pada membran dihitung menggunakan persamaan (1).

$$\text{Derajat Penggembungan} = \frac{W_{\text{basah}} - W_{\text{kering}}}{W_{\text{kering}}} \times 100\% \dots (1)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji FTIR

Hasil pengujian FTIR terhadap nanofiber PVA murni, nanofiber PVA crosslink GA dan PVA hasil perendaman binahong disajikan pada Gambar 2.

Pada Tabel 1, terlihat adanya perbedaan signifikan dengan adanya proses ikat silang/*crosslink* oleh GA, perendaman dengan ekstrak binahong vibrasi O-H, C-H dan C-O bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi. Ekstrak binahong mengandung senyawa alkanoid, saponin dan flavonoid, yang memiliki gugus fungsi N-H pada bilangan gelombang disekitar 3400 cm⁻¹ dan sekitar 1500 cm⁻¹. Dari spektrum inframerah terlihat bahwa terdapat vibrasi pada bilangan gelombang 1544 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya zat aktif dari senyawa kimia dari daun binahong yang mengandung gugus N-H.

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
PVA murni	PVA crosslink GA	PVA crosslink GA - binahong	Gugus fungsi
3331	3379	3388	-OH
2916	2941	2937	C-H
1734	1735	1734	C=O
1435	1433	1435	CH ₂
1096	1103	1139	C-O
-	-	1544	N-H

Gambar 2. Spektrum FTIR metode *electrospinning*. (1) PVA murni (hijau), (2) PVA crosslink GA-binahong (hitam), dan (3) PVA crosslink GA (merah muda)

Gambar 3. Penampakan nanofiber menggunakan SEM+EDS dengan perbesaran 5000 $\times$. (3a) Nanofiber PVA hasil *electrospinning* non crosslink dengan GA, (3b) Nanofiber PVA hasil *electrospinning* crosslink dengan GA, (3c). Nanofiber PVA dengan perendaman zat aktif dari ekstrak binahong

Morfologi Nanofiber

Morfologi nanofiber PVA hasil *electrospinning* disajikan pada Gambar 3a dan Gambar 3b. Dari Gambar 3a, terlihat bahwa serat nano dari PVA memiliki permukaan yang halus, berbentuk bulat dengan diameter rata-rata 250 ± 10 nm. Sedangkan Gambar 3b, yang merupakan PVA nanofiber setelah diikat silang masih menunjukkan sifat permukaan yang halus, berbentuk bulat dengan diameter rata-rata 250 ± 30 nm yang sedikit lebih besar dibandingkan dengan PVA nano fiber yang tidak diikat silang. Hasil ini mendekati rata-rata penelitian yang dilakukan oleh López-Córdoba *et al.* (2016) serta Opanosopit *et al.* (2008). Hal ini menunjukkan bahwa metode *elektrospinning* yang dilakukan memenuhi standard serta metode yang sesuai, sedangkan adanya sedikit peningkatan diameter serat pada PVA nanofiber yang diikat silang oleh glutaraldehyde

menunjukkan adanya peningkatan massa akibat dari pembentukan ikatan baru seperti yang teramati pada spektrum inframerah dengan terjadinya pergeseran merah pada vibrasi tarik C-O pada bilangan gelombang 1103 cm^{-1} dari ikatan asetal C-O-C jika dibandingkan dengan PVA nanofiber yang tidak diikat silang dimana vibrasi tarik C-O berada pada bilangan gelombang 1096 cm^{-1} . Dari Gambar 3a terlihat karakterisasi EDS serat nano dari PVA tidak diikat silang (*non crosslink*) menunjukkan komposisi unsur O dan C masing-masing 70,17% dan 29,83% dengan intensitas 4,23 kv, gambar 3b, EDS serat nano PVA diikat silang (*crosslink*) GA menunjukkan komposisi unsur O dan C masing-masing 64 % dan 35 % disamping ada Na 0,21% dengan intensitas 4,05 kv. Ini menunjukkan bahwa terjadi pembentukan ikatan silang dengan GA.

Adanya zat aktif dari binahong ditunjukkan dengan terlapisnya permukaan serat nano PVA yang diikat silang dan hal ini sesuai dengan hasil pengujian/karakterisasi menggunakan FTIR terkait keberadaan gugus N-H dari senyawa aktif dari ekstrak daun binahong. Namun demikian terdapat beberapa lubang yang menunjukkan belum homogenya metoda *insitu* serta perlunya peningkatan konsentrasi dari zat aktif binahong yang diterapkan pada serat nano melalui metoda *insitu*. Secara umum terlihat potensi dari PVA yang terikat silang sebagai bahan untuk pembalut dikarenakan kemudahannya dalam menempatkan bahan aktif ekstrak binahong dipermukaan serat nano komposit PVA-GA.

Derajat Penggembangan

Nilai derajat pengembangan ditentukan sebagai persen (%) perbandingan membran berat kering dengan berat membran basah. Dari perendaman nanofiber PVA diikat silang dengan GA selama 4 jam diperoleh hasil derajat pengembangan sebesar 27,08%. Hasil ini menunjukkan bahwa proses ikat silang menggunakan GA telah berhasil dilakukan. Sedangkan perendaman nano PVA dengan perendaman zat aktif ekstrak daun binahong diperoleh hasil derajat pengembangan sebesar 21,48%. Perendaman nano PVA dalam ekstrak daun binahong menurunkan nilai derajat pengembangan dari nano PVA ini disebabkan oleh perendaman dengan binahong akan menghalangi proses pemuatan nanofiber.

Uji Tarik

Dari Tabel 2 hasil uji fisik, secara umum bahwa penambahan zat aktif daun binahong meningkatkan nilai elongasi namun menurunkan nilai kuat tarik dan modulus Young.

Tabel 2. Parameter hasil uji tarik

Nama bahan	Max Force (N)	Tensile Strength (MPa)	Young's Modulus (MPa)	Elongation percentage @ peak (%)
PVA murni	0,099	0,546	4059,795	0,013
PVA crosslink GA	2,339	3,409	380,471	1,853
PVA crosslink GA - binahong	2,163	2,354	90,131	2,387

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa serat nano PVA 10% terbentuk dengan kondisi optimum mesin *electrospinning* selama 6 jam pada suhu 28,7°C dengan laju injeksi 1,0 ml/jam, menggunakan potensial listrik sebesar 14,6 kV serta

jarak untuk mengkoleksi serat sejauh 10 cm. Ada pergeseran puncak serapan untuk jenis vibrasi tarik dari gugus fungsi O-H, C-H dan C-O dari sebelum dan setelah dilakukan proses ikat silang menggunakan GA dan muncul gugus N-H setelah dilakukan perendaman dengan binahong. Setelah dilakukan ikatan silang menggunakan GA terdapat peningkatan ukuran besar atau tebalnya diameter serat nano sebesar 250 nm. Perendaman serat nano PVA hasil ikatan silang dalam binahong menurunkan nilai derajat pengembangan.

DAFTAR PUSTAKA

- Akrem, A. (2011). Nanofibrous Nanocomposites Via Electrospinning. Ph.D. thesis. Bilkent University. Turkey.
- Archana, D., Dutta, J. & Dutta, P.K. (2013). Evaluation of chitosan nano dressing for wound healing: Characterization, in vitro and in vivo studies. *International Journal of Biological Macromolecules*. 57: 193-203.
- Harper, C.A. & Petrie, E.M. (2003). Plastics materials and processes: a concise encyclopedia. John Wiley & Sons. New York.
- Herdiawan, H., Juliandri, & Nasir, M. 2013. Pembuatan dan karakterisasi Co-PVDF Nanofiber komposit menggunakan metode elektrospinning. Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR-BATAN.
- López-Córdoba, A., Castro, G.R. & Goyanes, S. (2016). A simple green route to obtain poly (vinyl alcohol) electrospun mats with improved water stability for use as potential carriers of drugs. *Materials Science and Engineering: C*. 69: 726-732.
- Opanasopit, P., Ruktanonchai, U., Suwantong, O., Panomsuk, S., Ngawhirunpat, T., Sittisombut, C., Suksamran, T. & Supaphol, P. (2008). Electrospun poly(vinyl alcohol) fiber mats as carriers for extracts from the fruit hull of mangosteen. *Journal of Cosmetic Science*. 59(3): 233-242.
- Sari, Y., Nasir, M., Risdian, C. & Syukri, S. (2014). Sintesis Dan Karakterisasi Nanofiber Komposit Zn-PVDF Kopolimer. *Jurnal Kimia Terapan Indonesia*. 16(1): 49-52.
- Thompson, C.J., Chase, G.G., Yarin, A.L. & Reneker, D.H. (2007). Effects of parameters on nanofiber diameter determined from electrospinning model. *Polymer*: 48(23): 6913-6922.
- Voigt, W.V. (2009). Water stable, antimicrobial active nanofibres generated by electrospinning from aqueous spinning solutions. Ph.D. thesis. RWTH Aachen University. Germany
- Zhu, N. & Chen, X. (2013). Biofabrication of tissue scaffolds. In Pignatello, R. (ed.). *Advances in biomaterials science and biomedical applications*. IntechOpen. London.