

ANALISIS PENGARUH DIAMETER NOZZLE SAAT EKSTRUSI PADA HASIL SERAT POLYCAPROLACTONE MENGGUNAKAN METODE WET SPINNING

Anfasa Ramadhan Widyaputra¹, Agus Suprihanto², Gunawan Dwi Haryadi²

Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro ²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro Jl. Prof. Sudharto, SH., Tembalang-Semarang 50275, Telp. +62247460059 *E-mail: anfasa2003@gmail.com

Abstrak

Serat polycaprolactone (PCL) memiliki potensi besar untuk aplikasi rekayasa jaringan dan material biomedis karena sifat mekanik dan biodegradabilitasnya yang baik. PCL juga sering digunakan sebagai perancah (scaffold) untuk mengganti jaringan yang rusak dan mendukung pertumbuhan sel baru, seperti pada rekonstruksi ligamen, tulang, dan jaringan lunak. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi serat PCL menggunakan metode wet spinning. Larutan PCL dengan berbagai konsentrasi 15% w/v dilarutkan dalam pelarut organik yaitu aseton, kemudian diekstrusi melalui spinneret ke dalam bak koagulan methanol dengan suhu 0°C - 5°C untuk membentuk serat secara kontinu. Penelitian ini memfokuskan pada pengaruh variasi diameter jarum ekstrusi terhadap karakteristik serat yang dihasilkan, meliputi densitas, laju degradasi, dan degradasi serat. Hasil penelitian ini didapatkan hasil densitas dari serat PCL sebesar 2.1230 g/cc dengan hasil serat terbaik yaitu dengan ukuran 30G yang memiliki diameter seragam pada saat pengujian fotomakro apabila dibandingkan dengan serat berukuran 25G yang memiliki kecacatan pada hasil serat dikarenakan diameter nozzle yang besar menyebabkan menyebabkan aliran larutan polimer menjadi lebih tidak teratur di dalam nozzle, sehingga aliran yang terbentuk menjadi tidak stabil. Nozzle kecil menciptakan aliran polimer yang lebih stabil dan terkontrol dengan gaya geser dan peregangan lebih tinggi, sehingga menyelaraskan rantai polimer. Hal ini menghasilkan serat yang lebih halus, konsisten diameter, dan mengurangi cacat seperti rongga serta ketidakteraturan dengan proses koagulasi yang lebih seragam.

Kata Kunci: biodegradable polymer; karakterisasi serat; polycaprolactone; wet spinning

Abstract

Polycaprolactone (PCL) fibers have great potential for tissue engineering and biomedical material applications due to their good mechanical properties and biodegradability. PCL is also often used as a scaffold to replace damaged tissue and support new cell growth, such as in ligament, bone, and soft tissue reconstruction. This study aims to synthesize and characterize PCL fibers using the wet spinning method. PCL solutions with various concentrations of 15% w/v were dissolved in an organic solvent, namely acetone, then extruded through a spinneret into a methanol coagulant bath at a temperature of $0 \square C$ - $5 \square C$ to form continuous fibers. This study focuses on the effect of variations in the diameter of the extrusion needle on the characteristics of the resulting fibers, including density, degradation rate, and fiber degradation. The results of this study obtained the density of PCL fiber of 2.1230 g/cc with the best fiber results, namely with a size of 30G which has a uniform diameter during macro photography testing when compared to fibers measuring 25G which have defects in fiber results due to the large nozzle diameter causing the flow of polymer solution to become more irregular in the nozzle, so that the flow formed becomes unstable. Small nozzles create a more stable and controlled polymer flow with higher shear and stretching forces, thereby aligning the polymer chains. This produces smoother fibers, consistent diameters, and reduces defects such as cavities and irregularities with a more uniform coagulation process.

Keywords: biodegradable polymer; fiber characterization; polycaprolactone; wet spinning

1. Pendahuluan

Serat berbasis polimer biodegradable semakin banyak dikembangkan sebagai solusi ramah lingkungan untuk berbagai aplikasi, mulai dari bidang medis hingga tekstil. Salah satu polimer yang banyak digunakan adalah polycaprolactone (PCL), yang dikenal memiliki sifat biodegradabilitas yang baik, biokompatibilitas, serta kemudahan dalam proses pembentukan serat.[1] Metode wet spinning merupakan salah satu teqknik yang umum digunakan dalam



pembuatan serat polimer karena mampu menghasilkan serat dengan morfologi dan sifat mekanik yang dapat dikontrol melalui parameter proses.

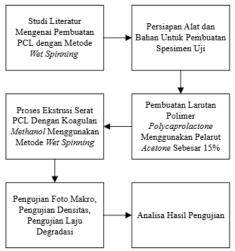
Wet spinning adalah metode pemintalan serat di mana larutan polimer disemprotkan melalui lubang kecil (nozzle atau spineret) ke dalam bak berisi larutan koagulan. Di dalam bak koagulan, terjadi pertukaran pelarut sehingga polimer mengendap dan membentuk serat padat. [2] Setelah keluar dari bak koagulan, serat biasanya mengalami proses pencucian dan perawatan lanjutan untuk menghilangkan sisa larutan koagulan dan meningkatkan kemurnian serta kualitas serat

Salah satu parameter penting dalam proses ekstrusi wet spinning adalah diameter nozzle. Diameter nozzle berperan langsung dalam menentukan laju alir larutan polimer, tegangan geser yang dialami larutan, serta morfologi akhir dari serat yang dihasilkan. Variasi diameter nozzle dapat mempengaruhi ukuran, kekuatan, serta homogenitas serat, sehingga pemilihan diameter yang tepat menjadi krusial untuk mendapatkan karakteristik serat yang diinginkan. Studi terdahulu pada proses serupa, seperti electrospinning dan centrifugal spinning, menunjukkan bahwa parameter nozzle sangat mempengaruhi diameter dan morfologi serat yang dihasilkan.[3] Selain itu, faktor-faktor seperti konsentrasi larutan, viskositas, dan kecepatan ekstrusi juga berinteraksi dengan diameter nozzle dalam menentukan hasil akhir serat

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi diameter nozzle pada proses ekstrusi pembuatan serat menggunakan polycaprolactone dengan metode wet spinning. Dengan memahami hubungan antara diameter nozzle dan karakteristik serat yang dihasilkan, diharapkan dapat diperoleh parameter optimum yang mendukung pengembangan serat biodegradable berkualitas tinggi untuk aplikasi yang lebih luas.[4]

2. Bahan Dan Metode Penelitian

2.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 1. Diagram Alir Metode Penelitian

2.2 Alat dan Bahan

2.2.1 Timbangan Analitik

Timbangan analitik digunakan untuk menimbang massa material PCL sebelum proses pencampuran. Alat ini memiliki ketelitian 0,0001 gram, sehingga sangat cocok untuk aplikasi laboratorium yang membutuhkan akurasi dan presisi tinggi dalam penimbangan bahan kimia atau material dengan massa sangat kecil. Dengan tingkat ketelitian hingga 0,1 mg (0,0001 g).



Gambar 2. Timbangan Analitik

2.2.2 Magnetic Strirrer

Magnetic Strirrer merupakan alat yang digunakan dalam mengaduk dan melarutkan PCL dengan Acetone. Alat ini dapat mengatur suhu dan kecepatan pengadukan saat proses pencampuran polimer dengan larutan, hal ini diharapkan



dapat mencampurkan PCL dan solvent acetone hingga menjadi homogen agar pada saat ekstrusi serat dapat menciptakan hasil yang baik. Magnetic Stirrer ditunjukan pada gambar dibawah.



Gambar 3. Magnetic Stirrer

2.2.3 Density Meter Quanthachrome Ultrapyc 1200e

Dalam pengujian densitas pada penelitian ini digunakan alat *Quanthachrome Ultrapyc 1200e* prinsip kerja alat ini adalah menggunakan metode piknometri gas otomatis untuk menentukan volume dan densitas material padat atau semi padat. Alat ini mengukur volume sampel dengan mendisplasikan gas helium ke dalam ruang sampel dan ruang referensi, kemudian menghitung volume berdasarkan perbedaan tekanan gas yang terjadi. Berikut merupakan gambar dari *Quanthachrome Ultrapyc 1200e*.



Gambar 4. Quanthachrome Ultrapyc 1200e

2.2.4 Mikroskop Makro

Mikroskop makro digunakan untuk melihat struktur makro dari spesimen uji. Selain itu mikroskop ini terhubung dengan komputer sehingga gambar bisa langsung disimpan. Alat ini memiliki perbesaran minimal 6,7 kali hingga 20 kali. Mikroskop makro juga berfungsi sebagai alat pengukur diameter serat yang dapat dioperasikan melalui komputer, memberikan akurasi pengukuran yang tinggi dan efisiensi dalam proses penelitian. Dengan fitur-fitur tersebut, mikroskop makro sangat berguna dalam berbagai bidang penelitian yang memerlukan pengamatan dan pengukuran struktur makro secara detail dan terintegrasi dengan teknologi komputer. Berikut merupakan gambar dari mikroskop makro.

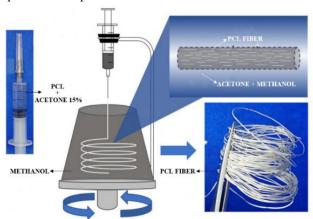


Gambar 5. Mikroskop Makro



2.3 Langkah Kerja

Proses pembuatan serat PCL dengan metode wet diawali dengan pencampuran Polimer *Polycaprolactone* (PCL) dengan solvent *Methanol* dengan persentase akhir 15% menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen selama 1 jam menggunakan suhu 35°C [5]. Setelah dilakukan pengadukan, larutan dapat dimasukkan kedalam tabung suntikan dengan menggunakan *Blunt Tip Needle* berukuran 25G dan 30G dilanjut dengan mengekstrusi larutan PCL kedalam Methanol dengan suhu 0°C - 5°C dengan tujuan agar serat yang dihasilkan dapat terbentuk dan mengeras dengan sempurna didalam bak koagulan. Setelah menunggu selama 5 menit agar solvent larut pada koagulan, angkat dan gulung serat PCL yang sudah terbentuk lalu keringkan. Setelah dikeringkan, serat PCL siap diuji lebih lanjut menggunakan *density meter*, dan mikroskop makro. Berikut merupakan skema pembuatan serat PCL.



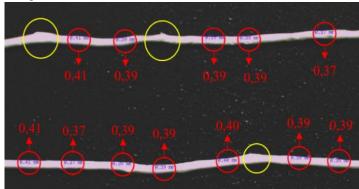
Gambar 6. Skema Pembuatan Serat PCL

Konsentrasi PCL pada Acetone wajib diperhatikan Konsentrasi PCL menentukan viskositas larutan. Jika konsentrasi terlalu rendah, larutan menjadi terlalu encer sehingga serat yang terbentuk cenderung tipis, mudah putus, atau bahkan tidak terbentuk dengan baik. Sebaliknya, jika konsentrasi PCL terlalu tinggi, larutan menjadi terlalu kental, sehingga sulit untuk diproses dan dapat menyebabkan serat yang dihasilkan memiliki diameter besar dan permukaan yang tidak rata. Konsentrasi PCL yang optimal akan menghasilkan serat dengan diameter seragam, permukaan halus, dan sifat mekanik yang baik, seperti kekuatan tarik dan elastisitas yang memadai.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1 Hasil Serat PCL Berukuran 25G dan 30G

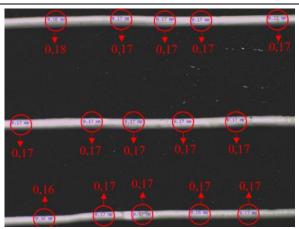
Pengujian foto makro dilakukan untuk mengamati morfologi dan tekstur permukaan serat PCL hasil wet spinning. Tujuannya adalah mengevaluasi kualitas permukaan serta mendeteksi cacat seperti pori atau retakan yang dapat memengaruhi sifat mekanik serat. Hasil menunjukkan perbedaan mencolok pada ukuran dan tekstur permukaan serat akibat variasi ukuran nozzle (25G dan 30G) meskipun menggunakan konsentrasi larutan yang sama (15%). Berikut merupakan hasil serat PCL dengan nozzle berukuran 25G.



Gambar 6. Hasil Serat Dengan Nozzle 25G

Nozzle 25G dengan diameter ± 0.39 mm menghasilkan serat berpermukaan kasar (ditunjukkan dengan lingkaran kuning) dan ukuran tidak rata (ditunjukkan pada lingkaran merah) dengan diameter sebesar 0.37mm -0.41mm. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran nozzle besar pada konsentrasi 15% menyebabkan aliran larutan polimer tidak stabil, sehingga serat mengalami peregangan tidak merata dan terbentuk diameter bervariasi serta cacat [6]. Berikut merupakan hasil serat dengan diameter nozzle 30G untuk perbandingan.





Gambar 7. Hasil Serat Dengan Nozzle 30G

Penggunaan nozzle berukuran 30G dengan diameter sekitar 0,17 mm pada konsentrasi 15% menghasilkan serat PCL yang permukaannya halus dan diameternya seragam pada metode wet spinning. Hal ini terjadi karena nozzle kecil menciptakan aliran polimer yang lebih stabil dan terkontrol, serta menghasilkan gaya geser dan peregangan yang lebih tinggi. Gaya-gaya tersebut membantu menyelaraskan rantai polimer sehingga serat yang terbentuk memiliki kualitas lebih baik, permukaan lebih halus, dan diameter yang konsisten [7]. Selain itu, penggunaan nozzle kecil juga meminimalkan cacat seperti rongga dan ketidakteraturan dengan mendorong proses koagulasi dan pembentukan serat yang lebih seragam [8].

3.2 Pengujian Densitas Serat Polycaprolactone

Pengujian dilakukan dengan menggunakan alat *Quantachrome Ultrapyc 1200e* dengan menggunakan standar pengujian ASTM D792. Prinsip kerja alat ukur densitas Ultrapyc 1200e adalah menggunakan metode piknometri gas otomatis untuk menentukan volume dan densitas material padat atau semi-padat [9]. Berikut merupakan hasil pengujian densitas dari serat PCL.

Analysis Results		
Weight	0,4346 g	
Deviation Achieved	6.2311 %	
Average Volume	0.2047 cc	
Volume Std. Dev	0.0135 cc	
Average Density	2.1230 g/cc	
Density Std. Dev	0.1480 g/cc	
Coefficient of Variation	6.6162 %	

Tabel 1. Hasil Pengukuran Densitas Ultrapyc 1200e

Tabel 2. Sampel Pengukuran Densitas Ultrapyc 1200e

Run Data		
Run	Volume (cc)	Density (g/cc)
1	0.1856	2.3419
2	0.2150	2.0210
3	0.2135	2.0355

Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa didapatkan hasil densitas dari serat PCL dengan ukuran 30G menggunakan alat Quantachrome Ultrapyc 1200e dengan pengujian pertama dengan volume 0,1856 cc sebesar 2,3419 g/cc. Pengujian kedua dilakukan dengan metode yang sama seperti sebelumnya dan didapatkan hasil yaitu volume sebesar 0,2150 cc dan densitas sebesar 2.0210 g/cc. Pengujian dilakukan dengan metode yang sama seperti sebelumnya dan didapatkan hasil yaitu volume sebesar 0,2135 cc dan densitas sebesar 2.0355 g/cc.

Setelah dilakukan pengujian dengan pengulangan sebanyak 3 kali dengan hasil sebesar 2,3419 g/cc , 2.0210 g/cc ,dan 2.0355 g/cc diperoleh rata rata dan hasil akhir sebesar 2.1230 g/cc. Serat PCL yang digunakan adalah serat PCL dengan 1 sampel yaitu ukuran jarum extruder sebesar 27G. Dikarenakan konsentrasi PCL dalam aseton sama sama 15% pada penelitian ini, dapat disimpulkan densitas serat PCL dengan ukuran 25G dan 30G akan tetap sama nilainya.



3. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan terkait Analisis Pengaruh Diameter *Nozzle* Saat Ekstrusi Pada Hasil Serat Polycaprolactone Menggunakan *Metode Wet Spinning*, diperoleh kesimpulan sebagai berikut.

- 1. Didapatkan nilai densitas serat PCL dengan solvent acetone sebesar 15 persen, menggunakan alat ukur Quantachrome Ultrapyc 1200e dengan standar pengujian ASTM D792 menggunakan gas helium yaitu sebesar 2.1230 g/cc. Serat PCL dengan ukuran 25G dan 30G akan memiliki densitas yang sama dikarenakan konsentrasi PCL dalam acetone sama sama 15%.
- 2. Pembuatan Serat PCL dengan acetone sebagai solvent dengan konsentrasi 15% dan methanol sebagai koagulan mencapai Tingkat keberhasilan yang cukup baik dikarenakan diameter serat PCL yang dihasilkan sama dengan diameter jarum extruder sehingga apabila ingin membuat serat PCL dengan diameter tertentu, dapat disesuaikan dengan ukuran jarum yang ada dipasaran. Dari 2 hasil pengujian yaitu serat dengan diameter nozzle 25G dan 30G didapatkan hasil terbaik yaitu serat dengan nozzle berukuran 30G (0,17mm) dikarenakan pada pengujian foto makro serat dengan nozzle 30G ini memiliki kecacatan yang sangat minim apabila dibandingkan dengan nozzle berukuran 25G yang memiliki kecacatan berupa diameter yang tidak merata.
- 3. Diameter nozzle pada proses wet spinning sangat berpengaruh terhadap hasil serat dan karakteristik serat [10]. Diameter nozzle yang besar menyebabkan menyebabkan aliran larutan polimer menjadi lebih tidak teratur di dalam nozzle, sehingga aliran yang terbentuk menjadi tidak stabil dan serat yang terbentuk mengalami peregangan yang tidak merata, menghasilkan variasi diameter dan kecacatan. Sedangkan nozzle kecil menciptakan aliran polimer yang lebih stabil dan terkontrol dengan gaya geser dan peregangan yang lebih tinggi. Gaya-gaya ini membantu menyelaraskan rantai polimer sehingga serat yang terbentuk lebih halus dan konsisten diameternya. nozzle kecil juga mengurangi cacat seperti rongga dan ketidakteraturan dengan mendorong proses koagulasi dan pembentukan serat yang lebih seragam. Oleh karena itu kualitas serat berukuran 30G lebih baik dari serat berukuran 25G.

4. Daftar Pustaka

- [1] Masuda, M., Takarada, W. and Kikutani, T. (2009) 'Effect of Nozzle Diameter on Mechanical Properties of Poly(ethylene terephthalate) Fibers Prepared in Melt Spinning Process', *Sen'i Gakkaishi*, 65(4), pp. 118–126. Available at: https://doi.org/10.2115/fiber.65.118.
- [2] Miranda, C.S. *et al.* (2024) 'Antimicrobial, antioxidant and cytocompatible coaxial wet-spun fibers made of polycaprolactone and cellulose acetate loaded with essential oils for wound care', *International Journal of Biological Macromolecules*, 277. Available at: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.134565.
- [3] Panicker, P.S., Kim, H.C. and Kim, J. (2023) 'An integrated wet-spinning system for continuous fabrication of high-strength nanocellulose long filaments', *Scientific Reports*, 13(1). Available at: https://doi.org/10.1038/s41598-023-40462-5.
- [4] Rocha, J.M. *et al.* (2025) 'Polycaprolactone-Based Fibrous Scaffolds Reinforced with Cellulose Nanocrystals for Anterior Cruciate Ligament Repair', *Applied Sciences (Switzerland)*, 15(5). Available at: https://doi.org/10.3390/app15052301.
- [5] Rohani Shirvan, A., Nouri, A. and Sutti, A. (2022) 'A perspective on the wet spinning process and its advancements in biomedical sciences', *European Polymer Journal*. Elsevier Ltd. Available at: https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2022.111681.
- [6] Williamson, M.R., Adams, E.F. and Coombes, A.G.A. (2006) 'Gravity spun polycaprolactone fibres for soft tissue engineering: Interaction with fibroblasts and myoblasts in cell culture', *Biomaterials*, 27(7), pp. 1019–1026. Available at: https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.06.018.
- [7] Leroux, A. *et al.* (2020) 'Long-term hydrolytic degradation study of polycaprolactone films and fibers grafted with poly(sodium styrene sulfonate): Mechanism study and cell response', *Biointerphases*, 15(6). Available at: https://doi.org/10.1116/6.0000429.
- [8] Williamson, M.R. and Coombes, A.G.A. (2004) 'Gravity spinning of polycaprolactone fibres for applications in tissue engineering', *Biomaterials*, 25(3), pp. 459–465. Available at: https://doi.org/10.1016/S0142-9612(03)00536-2.
- [9] Siegfried K. Yeboah and Jo Darkwa, "Experimental Data on Water Vapour Adsorption on Silica Gel in Fully Packed and Z-Annulus Packed Beds," *Data in Brief* 34 (February 1, 2021), https://doi.org/10.1016/j.dib.2021.106736.
- [10] Yu Xie et al., "Effects of Six Processing Parameters on the Size of PCL Fibers Prepared by Melt Electrospinning Writing," *Micromachines School of Mechanical Engineering and Automation, Fuzhou University, Fuzhou 350100, China* 14, no. 7 (July 1, 2023), https://doi.org/10.3390/mi14071437.