

MODIFIKASI PLA/KITOSAN DENGAN ESSENSIAL OIL UNTUK APLIKASI ANTIBAKTERIAL

Teuku Rihayat¹, Cut Nurul Fitriyani¹

¹Jurusan Teknik kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe

Email: cutnurulfitriyani97@gmail.com

ABSTRAK

Minyak esensial kayu manis(CEO) adalah zat anti mikroba alami yang sedang diselidiki untuk kemasan makanan sebagai pengganti bahan kimia sintetis karena kekhawatiran konsumen atas keamanan pangan. Pada penelitian ini Poli asam laktat (PLA) dan kitosan berhasil dimodifikasikan dengan minyak essential oil (CEO) pada konsentrasi(1,5%,2%,2,5%,dan3% v/v) yang membentuk serat-serat komposit dengan menggunakan metode electro spinning sederhana. Morfologi dari serat-serat komposit dapat dilihat dari PLA/CS-CEO-2.5 menunjukkan stabilitas yang baik dari CEO, sehingga aktivitas anti mikroba peningkatan dibandingkan dengan campuran lainnya. Serat PLA/CS-CEO menunjukkan tingkatan aktivasi jangka panjang yang tinggi terhadap Escherichia coli dan Staphylococcus aureus karena pelepasan berkelanjutan CEO, menunjukkan bahwa maju PLA/CS-CEO fibers memiliki potensi besar untuk aplikasi kemasan makanan aktif.

Kata Kunci: Kayu Manis Minyak Esensial; Kitosan; Poli(Asam Laktat); Serat-Serat Anti bakteri

ABSTRACT

Cinnamon essential oil (CEO) is a natural antimicrobial substance that is being investigated for food packaging as a substitute for synthetic chemicals because of consumer concerns over food safety. In this study Poly lactic acid (PLA) and chitosan were successfully modified with essential oil (CEO) at concentrations (1.5%, 2%, 2.5%, and 3% v / v) which formed composite fibers with using a simple electrospinning method. The morphology of composite fibers can be seen from PLA / CS-CEO-2.5 showing good stability from the CEO, so that antimicrobial activity increases compared to other mixtures. Fiber PLA / CS-CEO showed high long-term inactivation rates against Escherichia coli and Staphylococcus aureus due to the ongoing release of CEOs, suggesting that advanced PLA / CS-CEO fibers have great potential for active food packaging applications.

Keyword: Essential Oil Cinnamon; Chitosan; Poly (Lactic Acid); Antibacterial Fibers

PENDAHULUAN

Saat ini, banyak bahan kemasan aktif baru menerima perhatian meningkat dalam industri kemasan makanan kemasan aktif dapat menghambat pertumbuhan mikroorganisme pada permukaan makanan, meningkatkan kualitas nutrisi dan sensori makanan, memperpanjang kehidupan rak-makanan tertentu, dan mengurangi dampak lingkungan dari kemasan.

Minyak esensial kayu manis (CEO) adalah zat antimikroba alami yang sedang diselidiki untuk kemasan makanan sebagai pengganti bahan kimia sintesis karena kekhawatiran konsumen atas keamanan pangan. Secara khusus, CEO memiliki toksisitas rendah, dampak lingkungan yang rendah, dan antibakteri yang tinggi dan aktivitas antioksidan [Zhang, dkk., 2017].

Namun, penerapan CEO dalam kemasan aktif menantang karena hidrofobik nya, volatilitas yang tinggi, dan kerentanan terhadap degradasi dari paparan oksigen, panas, dan cahaya [Muriel, dkk., 2015]. Untuk mengatasi tantangan ini, banyak penelitian telah menunjukkan bahwa metode yang paling efektif adalah untuk merangkul minyak esensial dalam carrier untuk memperpanjang penerapannya. Banyak polimer, seperti liposom, natrium alginat, dan kitosan, juga telah banyak digunakan untuk merangkul dan meningkatkan stabilitas dan bioaktivitas minyak esensial [Ziani, dkk., 2012].

Kitosan adalah analog alami dari kitin yang dibentuk oleh deasetilasi dari kitin. Ini memiliki potensi yang besar untuk digunakan sebagai kemasan aktif

karena sifat antibakteri dan antijamur [Chiu, dkk., 2008]. Chitosan telah dimuat dengan kayumanis esensial minyak, *Eucalyptus staigeriana* minyak esensial, minyak esensial oregano, dan minyak esensial limonene dengan tujuan meningkatkan stabilitas mereka di bawah diberikan kondisi lingkungan atau pengolahan dan mempertahankan aktivitas antimikroba mereka [Hu, dkk., 2015]. Penelitian menunjukkan bahwa penggabungan minyak esensial ini meningkatkan thermal stabilitas dan air-holding kapasitas CS dan menunjukkan sifat bioaktif yang tinggi untuk aplikasi kemasan aktif masa depan [Feyzioglu, dkk., 2016]. Sotelo-Boyas dkk. Membandingkan aktivitas antibakteri CS nanopartikel dan nanocapsules digabungkan dengan esensial minyak jeruk nipis disiapkan oleh metode nanoprecipitation dan nanoencapsulation. Mereka mengamati aktivitas antibakteri tertinggi terhadap *S. dysenteriae* untuk partikel komposit disintesis oleh nanoprecipitation [Sotelo, dkk., 2017].

CEO / nanopartikel CS diperoleh dengan menggunakan metode tersebut menunjukkan beberapa aktivitas antibakteri, tetapi tidak memenuhi semua persyaratan untuk bahan kemasan yang baik. Di antara metode enkapsulasi, electrospinning adalah teknik jatuh tempo yang memfasilitasi produksi serat-serat polimer digabungkan dengan partikel CEO-loaded.

Oleh karena itu, CS sering dicampur dengan polimer sintesis seperti PVA, poli (kaprolakton), dan poli (asam laktat) (PLA) untuk meningkatkan spinability dari polimer CS dan meningkatkan sifat mekanik dari serat-serat yang dihasilkan [Rieger,

dkk., 2014]. Wen dkk. melaporkan electrospun polivinil alkohol / CEO / b-siklodekstrin (PVA / CEO / b-CD), yang menunjukkan aktivitas antimikroba yang sangat baik terhadap *Escherichia Coli* (*E. Coli*) dan *Staphylococcus Aureus* (*S. Aureus*) menunjukkan perpanjangan efektif dari kehidupan rak-stroberi dikemas [10]. Dalam studi ini, kami meneliti akibat dari CEO yang berbeda (1,5%, 2%, 2,5%, dan 3% v / v) pada enkapsulasi efisiensi, ukuran partikel, dan sifat antibakteri dari nanopartikel CS digabungkan dengan minyak esensial ini. Selain itu, sifat struktural dan morfologi dari PLA / CS fibers dengan beban CEO yang berbeda dievaluasi. biodegradable PLA / CS / CEO fibers ini diusulkan untuk memiliki aktivitas antimikroba yang sangat baik, membuatnya menjadi bahan kemasan makanan aktif yang menjanjikan.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Penelitian ini disintesis dengan PLA (Mw = 15.000) oleh laktida dan polimerisasi membuka cincin seperti dilaporkan sebelumnya [11]. CS (Mw 8000-1, 2000; deasetilasi 85%) diberikan oleh Sinopharm Chemical Reagent Co, Ltd (Chengdu, Cina). Asam asetat (> 99,7% kemurnian) dan pentasodium tripolifosfat (TPP) yang dibeli dari Sigma-Aldrich (St Louis, MO, USA). Metanol, asam asetat, gliserol, dan Tween 80 yang dibeli from Merck (Darm-stadt, Jerman). Minyak esensial kayu manis dibeli from Hengcheng Natural Flavors Co (Jiangxi, Cina). Difco Luria-Bertani

(LB) kaldu dibeli dari BD Life Sciences (Franklin Lakes, NJ, USA). Semua bahan kimia lainnya dan pelarut yang kelas reagen atau kemurnian lebih tinggi dan dibeli dari Chengdu Kelong Reagen Co (Chengdu, Cina) kecuali dinyatakan lain.

Persiapan Nanopartikel CS-CEO

Nanopartikel CS-CEO disiapkan mengikuti literatur yang diterbitkan dengan beberapa modifikasi [6]. Secara singkat, CS (0,5% b / v) dilarutkan dalam 40 mL larutan asam asetat encer (1% (v / v)) sambil terus diaduk di bawah ultrasonication selama 1 jam. Kemudian surfaktan 80 (1: 1, v / v) ditambahkan ke larutan CS dengan pengadukan konstan pada 50 oC selama 1 jam untuk larutan dapat larut sempurna. Kemudian solusi CEO etanol (20 mg / mL) secara perlahan ditambahkan ke solusi CS pada tingkat 5 mL / jam di bawah pengadukan kuat terus menerus selama 50 menit untuk mendapatkan rasio volume CS: CEO dengan 1,5%, 2%, 2,5% dan 3%. Setelah pembentukan sebuah homogenisasi baru, 15 mL larutan TPP perlahan-lahan dijatuhkan ke dalam larutan secara kontinu aduk selama 50 menit. Nanopartikel CS juga disintesis menggunakan pelarut yang sama.

Persiapan Nanopartikel CS-CEO

PLA dikeringkan pada usia 60 C dalam oven vakum semalam, dan kemudian dilarutkan pada 25% berat dalam 80:20 (v/v) asam trio, uoroacetic: diklorometana, diaduk selama 12 jam pada suhu kamar, dan kemudian dicampur dengan CEO / CS yang ditargetkan dengan rasio 1,5%, 2%, 2,5% dan 3% (v/v), di mana blender electrospun dicampur dilambangkan

sebagai PLA/CS, PLA/CS-CEO-1,5, PLA/CS-CEO-2, PLA/CS-CEO-2,5, dan PLA/CS-CEO-3, masing-masing. Solusinya kemudian dimuat pada 1,0 mL/jam dan kelembaban 40-50% ke dalam logam bundar kapiler dengan diameter dalam 0,7 mm, menggunakan pompa jarum suntik (Zhejiang Medical University Instrument Perusahaan, Zhejiang, Cina) dengan jarum suntik 5 mL. Statitron tegangan tinggi (Tianjing High Voltage Power Supply Co, Tianjin, Cina) kemudian digunakan untuk menerapkan perbedaan tegangan antara 20 kV nozzle jarum suntik dan kolektor yang diarde ditempatkan terpisah 15 cm. Kolektor tipe pelat tertutupi aluminium foil digunakan untuk mengumpulkan tikar. Pengumpul yang dikeringkan vakum di kamar suhu selama dua hari untuk sepenuhnya menghilangkan sisa pelarut.

Karakteristik *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi inframerah dari poliuretan yang diperoleh dengan pellet KBr menggunakan Shimadzu FTIR spektrofotometer. Spektra yang diperoleh di wilayah inframerah pertengahan ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) pada suhu kamar.

Karakteristik *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan diperoleh dengan anoda. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel. Sinar electron yang terfokuskan memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika electron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan electron baru yang akan diterima oleh detector dan dikirim

ke monitor. Analisa SEM untuk mengamati permukaan objek secara langsung.

Karakteristik Sifat Antibakteri

Efektivitas anti mikroba dari serat-serat PLA/CS-CEO terhadap E.coli dan S.aureus dapat ditentukan [9]. Sebuah electros pun tikar ($10\text{mm} \times 20\text{mm}$) dicelupkan dalam tabung reaksi yang berisi 4mL larutan isotonic mana 0,5mL E.coli dan S.aureus inokulum, disesuaikan dengan konsentrasi sel 10^7CFU/mL , yang diberikan. Tabung uji diaduk pada 200rpm pada 37°C dan solusi suspense sampel dari tabung tes disetiap kali analisis dan serial diencerkan dengan air pepton buffer. Sebuah sampel dari $100\mu\text{L}$ suspense ini kemudian menyebar ke LB piring menggunakan metode spread plate. Piring ini diinkubasi selama 24 jam pada 37°C dan unit pembentuk koloni (CFU) dihitung. Pengurangan persen bakteri dihitung sesuai dengan: $\text{Pengurangan bakteri}(\%) = \frac{(B-A)}{B} \times 100$ Dimana sebuah adalah log berarti 10 kepadatan bakteri untuk substrat diobati dan B merupakan substrat yang tidak diobati. Tidak ada serat tikar dan PLA serat-serat yang digunakan sebagai sampel control.

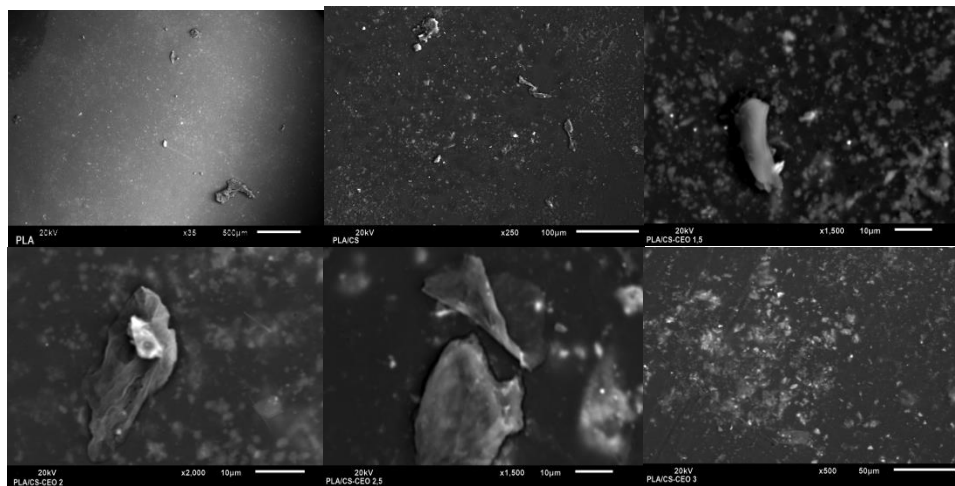
HASIL DAN PEMBAHASAN

Serat Poli asam laktat (PLA)/Kitosan Yang dimodifikasi dengan minyak essensial oil dari minyak kayu yang digunakan untuk aplikasi antimikrobal. Dapat kita ketahui karakteristik dari Fiber ialah.

Analisa Morfologi Menggunakan SEM

Permukaan dari fiber yang dihasilkan dapat dilihat dari Gambar.1. lipatan serat PLA / CS-CEO berhasil diproduksi dengan baik. Pada komposit PLA menunjukkan struktur permukaan yang halus. Komposit PLA dan Kitosan menunjukkan bahwa permukaan yang kurang baik dan terlihat partikel yang kurang menyatu. Komposit PLA dan CS dimodifikasi dengan konsentrasi CEO yang berbeda menunjukkan struktur permukaan yang halus, dan

serat juga dengan permukaan halus (tanpa manik-manik) dan tidak ada pemisahan partikel yang terlihat dari matriks serat. Morfologi semacam itu menegaskan hal itu partikel CS-CEO berhasil dienkapsulasi ke dalam serat PLA. Sangat menarik untuk dicatat ketika konsentrasi CS-CEO meningkat menjadi $\geq 3\%$, serat memiliki diameter yang lebih kecil dan pembentukan simultan dari manik-manik yang diamati.



Gambar.1 Morfologi dari PLA, PLA/CS, PLA/CS-CEO 1,5 ; 2 ; 2,5 ; 3

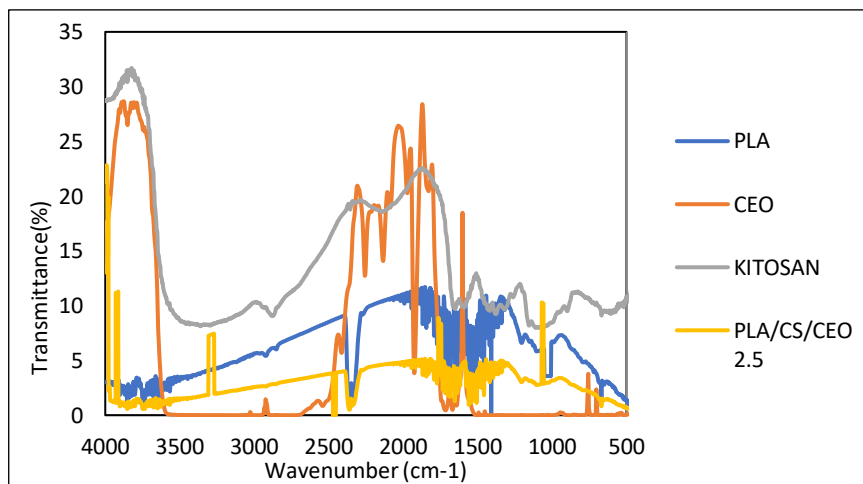
Analisa Morfologi Menggunakan FTIR

Pada pengujian FTIR dapat terlihat pada Gambar.2 menunjukkan spektrum FTIR dari PLA, CEO, CS, dan sampel PLA / CS-CEO-2,5 yang khas. Itu Spektrum CEO menunjukkan pita karakteristik pada 1720 dan 1706 cm^{-1} sesuai dengan kerangka getaran yang berkaitan dengan peregangan C – C pada cincin benzena dan gugus karboksil (C = O). Selain itu, puncak di wilayah tersebut dari 2000-1650 cm^{-1} dalam spektrum CEO murni disebabkan

oleh pembengkokan ikatan cincin C – H aromatik [9]. Dalam spektrum CS, karakteristik pita serapan diamati pada 2800 cm^{-1} (N – H lentur), 3400 cm^{-1} (amide I stretching), 3310 cm^{-1} (amide II bending), 2500 cm^{-1} (C – H stretching), bersama dengan puncak lebar antara 3400 dan 3700 cm^{-1} bahwa sesuai dengan peregangan O – H [12]. Dalam spektrum PLA, puncak karakteristik diamati di 2992 cm^{-1} (–CH peregangan asimetris), 1225 cm^{-1} (–C – O stretching), 1454 cm^{-1} (–CH membungkuk –CH₃), dan 870 cm^{-1} (–C

- C stretching), seperti yang dilaporkan dalam literatur [13]. Dalam kasus serat PLA / CEO-CS, karakteristik puncak PLA dan CS diamati. Secara umum, intensitas sebagian besar puncak CEO tergantung konsentrasi CEO yang dirangkum. Ini menunjukkan enkapsulasi CEO yang efektif dalam

CS dan interaksi mereka yang baik. Puncaknya di 1020 cm¹ menunjukkan adanya gugus amino dalam CS [14]. Selain itu, puncak karakteristik CEO pada 1625 cm¹ dan 1678 cm¹ bergeser ke 1628 cm¹ dan 1680 cm¹, masing-masing, dalam spektrum PLA / CS-CEO-2,5.



Gambar 2. Grafik Analisa FTIR sampel PLA, CEO, Kitosan dan PLA/CS/CEO 2.5

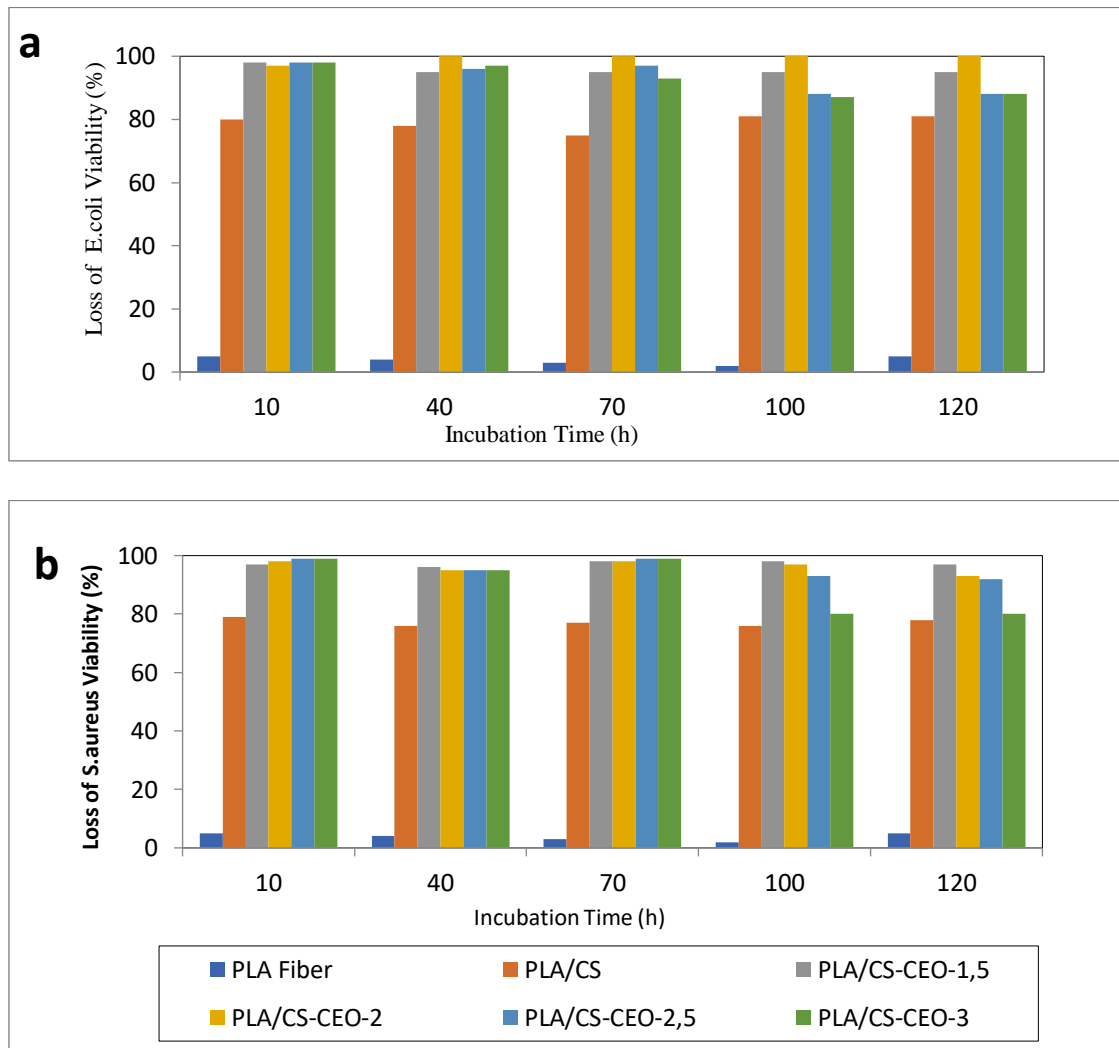
Uji Antibakteri

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, PLA murni tidak menunjukkan aktivitas antibakteri, sedangkan serat PLA / CEO-CS menunjukkan aktivitas antimikroba terhadap *E. coli* dan *S. aureus* untuk jangka waktu 120 jam (5 hari), di mana aktivitas antibakteri meningkat dengan meningkatnya konsentrasi CEO. Meskipun PLA / CS-CEO-1,5 menunjukkan beberapa hambatan *E. coli* dan *S. aureus*, aktivitas antimikroba tergantung pada CS, konsentrasi CEO, dan waktu. Namun, pada penelitian ini juga terdapat hambatan dari serat PLA / CS-CEO-2,5 dan PLA / CS-CEO-3 secara bertahap menurun setelah waktu perawatan 70

jam, yang mirip dengan studi rilis. Setelah 70 jam, PLA / CS-CEO-2,5 dan PLA / CS-CEO-3 serat telah melepaskan hampir semua CEO ke medium. Oleh karena itu, jumlah akhir CEO terbebaskan ke medium melambat seiring waktu. Lalu, ini mengindikasikan bahwa pelepasan CEO dikendalikan dari film komposit sangat penting untuk memastikan aktivitas antibakteri terhadap jenis tes ini [Ahmed, dkk., 2016]. Konsentrasi maksimum dicapai pada sampel PLA / CS-CEO-2, yang menunjukkan lengkap penghambatan *E. coli* dan *S. aureus* selama periode inkubasi, dan efisiensi antibakteri tertinggi masing-masing 99,3% dan 98,4%. Ini mungkin karena interaksi yang kuat antara CS dan CEO

dan kristalinitas CEO yang tinggi menghasilkan kelarutan PLA yang lebih rendah, memungkinkan CEO untuk melakukan hal serupa dengan aksi antimikroba bahkan ketika

dilepaskan lebih lambat [Kashiri, dkk., 2017]. Sangat menarik bahwa PLA / CS-CEO lebih efektif melawan *E.coli* Gram-negatif daripada *S. aureus* Gram-positif (Gambar 3).



Gambar.3 The loss of (a) *E.coli* dan (b) *S. Aureus* viability dari waktu inkubasi PLA, PLA/CS dan PLA/CS-CEO Fiber

SIMPULAN

CS – CEO nanopartikel digunakan sebagai pembawa untuk penambahan CEO pada bahan kemasan aktif. PLA / CS-CEO serat diperoleh

dengan electrospinning untuk mencapai pelepasan dari konsentrasi CEO. Pengaruh jumlah CEO dimuat pada struktur dan morfologi dari serat-serat yang dilihat dengan menggunakan FTIR, SEM, dan analisa

antibakterial. Hasil penelitian menunjukkan bahwa menggabungkan CEO dapat meningkatkan sifat antibakteri dari serat-serat PLA / CS-CEO. Komposisi optimal ditemukan PLA / CS-CEO-2, yang menunjukkan tertinggi antibakteri efisiensi untuk waktu yang lama. Oleh karena itu, seperti PLA / CS-CEO fibers dipamerkan potensi yang signifikan untuk kemasan makanan aktif dan aplikasi lain di mana aktivitas antibakteri diperlukan.

DAFTAR PUSTAKA

- Zhang, H., Jung, J., Zhao, Y. 2017. Pembuatan dan karakterisasi nanocrystals selulosa fi LMS digabungkan dengan minyak esensial dimuat β - manik kitosan. *Makanan Hydrocoll.* Vol. 69, Hal 164-172.
- Muriel-Galet, V., Cran, MJ., Gavara, R. 2015. Antioksidan dan antimikroba Sifat dari etilena vinil kopolimer alkohol film-film berdasarkan rilis dari minyak esensial oregano dan komponen ekstrak teh hijau. *J. Food Eng.* Vol. 149, Hal 9-16.
- Ziani, K. ; Fang, Y. ; Mclements, DJ Encapsulation komponen fungsional lipofilik dalam sistem pengiriman koloid berbasis surfaktan: Vitamin E, vitamin D, dan minyak lemon. *Makanan Chem.* 2012, 134, 1106-1112.
- Chiu, H.-T., Hong, P.-C., Chen, R.-L., Chiang, T.-Y., Wu, P.-Y., Chen, S.-C. 2008. A Study On The Acetylation Degree Of Chitosan And Its Effects On The Physical Properties Of Antibacterial Membrane In The Polyurethane Lamination Process. *Polymer-Plastics Technology and Engineering.* Vol. 47 (4). Hal 443-450.
- Hu, J., Wang, X., Xiao, Z., Bi, W. 2015. Pengaruh nanopartikel kitosan sarat dengan minyak esensial kayu manis pada kualitas daging babi dingin. *LWT Food Sci. Technol.* Vol 63. Hal 519-526.
- Feyzioglu, G.C., Tornuk, F. 2016. Pengembangan nanopartikel kitosan sarat dengan gurih musim panas (*Satureja hortensis L.*) minyak esensial untuk aplikasi pengiriman antimikroba dan antioksidan. *LWT Food Sci. Technol.* Vol 70. Hal 104-110.
- Sotelo, B., Correa-Pacheco, ZN., Bautista-Baños, S. 2017. Karakterisasi nanopartikel kitosan dan nanocapsules digabungkan dengan minyak esensial jeruk nipis dan aktivitas antibakteri melawan patogen makanan-ditanggung. *LWT Food Sci. Technol.* Vol 77. Hal 15-20.
- Rieger, K.A., Schiffman, JD . 2014. Electrospinning minyak esensial: Cinnamaldehyde meningkatkan antimikroba efficacy kitosan / poli (etilen oksida) bers nano fi. *Carbohydr. Polym.* Vol. 113. Hal 561-568.
- Wen, P., Zhu, DH., Feng, K., Liu, FJ., Lou, WY., Li, N., Zong, MH., Wu, H. 2016. Fabrikasi electrospun polylactic asam nano fi lm menggabungkan minyak esensial kayu manis / β -kompleks inklusi siklodekstrin

- untuk kemasan antimikroba. *Makanan Chem.* Vol 196. Hal 996-1004.
- Deng, X., Zhou, S., Li, X., Zhao, J., Yuan, M. 2001. In vitro degradasi dan melepaskan profiles untuk poli di laktida (etilena glikol) mikrosfer yang mengandung albumin serum manusia. Vol 71. Hal 165-173.
- Kannan, KP., George, TS., Guru, K. 2011. Ekstraksi, pemurnian dan karakterisasi kitosan dari jamur endofit diisolasi tanaman frommedicinal. *Dunia J. Sci. Technol.* Vol 1. Hal 43-48.
- Lagaron, JM., Fernandez-Saiz, P., Ocio, MJ. 2007. Menggunakan spektroskopi FTIR untuk merancang struktur kemasan makanan antimikroba aktif berdasarkan molekul chitosan berat polisakarida tinggi. *J. Agric. Makanan Chem.* Vol 55. Hal 2554-2562.
- Hosseini, SF., Zandi, M., Rezaei, M., Farahmandghavi, F. 2013. Metode Dua langkah untuk enkapsulasi minyak esensial oregano di nanopartikel kitosan: Persiapan, karakterisasi dan dalam penelitian rilis vitro. *Carbohydr.Polym.* Vol 95. Hal 50-56.
- Ahmed, J., Mulla, MZ., Arfat, TA. 2016. Thermo-mekanik : karakterisasi struktur dan kinerja antibakteri pelarut dicor polylactide / minyak kayu manis komposit film-film. *Kontrol Makanan.* Vol 69. Hal 196-204.
- Kashiri, M., Maghsoudlo, Y., Khomeiri, M. 2017. Memasukkan *Zataria multi-flora Boiss* minyak esensial dan natrium bentonit nano-liat membuka perspektif baru untuk menggunakan LMS zein fi sebagai bahan kemasan bioaktif. *Makanan Sci. Technol. Int.*