

Sintesis dan Karakterisasi Serat Nanotitania dengan Metode *Electrospinning*

Nurul Oktavia^{(a)*}, Posman Manurung^(b), Junaidi^(c), Pulung Karo-Karo^(d)

Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

Email: ^(a)nuruloktavya24@gmail.com, ^(b)reip65@yahoo.com, ^(c)junaidi.1982@fmipa.unila.ac.id, ^(d)pulung.karokaro@fmipa.unila.ac.id

Diterima (27 Februari 2021), Direvisi (3 Juni 2021)

Abstract. Titanium Dioxide (TiO₂) nanofibers have been prepared using the electrospinning method. This study aims to determine the morphology and crystal structure of the TiO₂ nanofibers and to determine the effect of viscosity on the morphology and crystal structure formed. This study used titanium tetraisopropoxide as a precursor, ethanol as a solvent, acetic acid as a solution stabilizer and controlled the hydrolysis reaction of the precursor, and PVP as a fiber-making material. The amount of variations of acetic acid is 2; 2.5; 3; 3.5; and 4 ml respectively. The results of the viscosity test showed that the greater the acetic acid used, the smaller the viscosity. The electrospinning process was carried out at a high voltage of 13 kV with a flow rate of 1.5 ml/hour. The fiber obtained was then calcined at 450 °C for 3 hours. The calcined sample was then analyzed using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), and Transmission Electron Microscopy (TEM). SEM characterization results on samples B, C, and D showed that the sample diameters were 313 ± 28 nm, 275 ± 57 nm, and 242 ± 59 nm, respectively. The results of XRD characterization on sample D showed that the resulting sample had a tetragonal crystal structure with a mixed phase between anatase and rutile. The results of TEM characterization in sample D showed the fiber diameter with a size of 68.05 nm.

Keywords: nanofibers, TiO₂, electrospinning, viscosity.

Abstrak. Serat nano Titanium Dioksida (TiO₂) telah dibuat menggunakan metode *electrospinning*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan struktur kristal dari serat nano TiO₂ yang dihasilkan serta mengetahui pengaruh viskositas terhadap morfologi dan struktur kristal yang terbentuk. Penelitian ini menggunakan titanium tetraisopropoksida sebagai prekursor, etanol sebagai pelarut, asam asetat sebagai penstabil larutan serta mengontrol reaksi hidrolisis dari prekursor, dan PVP sebagai bahan pembuat serat. Jumlah variasi asam asetat masing-masing adalah 2; 2,5; 3; 3,5; dan 4 ml. Hasil uji viskositas menunjukkan semakin besar asam asetat yang digunakan maka viskositas makin kecil. Proses *electrospinning* dilakukan pada tegangan tinggi sebesar 13 kV dengan laju aliran 1,5 ml/jam. Serat yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 3 jam. Sampel yang telah dikalsinasi kemudian dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Hasil karakterisasi SEM pada sampel B, C, dan D menunjukkan diameter sampel masing-masing 313 ± 28 nm, 275 ± 57 nm, dan 242 ± 59 nm. Hasil karakterisasi XRD pada sampel D menunjukkan bahwa sampel yang dihasilkan memiliki struktur kristal tetragonal dengan fasa campuran antara anatase dan rutile. Hasil karakterisasi TEM pada sampel D menunjukkan diameter serat dengan ukuran 68,05 nm.

Kata kunci: serat nano, TiO₂, *electrospinning*, viskositas.

PENDAHULUAN

Nanoteknologi menjadi salah satu teknologi yang berkembang pesat dan berkontribusi besar pada perkembangan sains material [1]. Inisiatif Nanoteknologi Nasional Amerika Serikat menetapkan bahwa nanoteknologi melibatkan penelitian dan pengembangan teknologi dengan skala panjang sekitar 1 hingga 100 nm, untuk memberikan pemahaman mendasar tentang fenomena pada skala nano dan menciptakan struktur yang memiliki sifat dan fungsi baru karena ukurannya yang kecil [2].

Salah satu material nano yang sampai saat ini terus diteliti dan dikembangkan adalah serat nano. Sebagai bidang riset yang baru, teknologi serat nano memiliki potensi aplikasi sebagai filter partikel berukuran submikron. Serat ini memiliki karakteristik luas permukaan yang tinggi, struktur berpori yang saling berhubungan, dan bersifat konduktif [3]. Penggunaan serat nano meliputi dalam berbagai bidang diantaranya pertahanan, kesehatan, pertanian, automotif, elektronika, optik, kosmetik, dan olahraga [4].

Pada dasarnya pembuatan serat nano dapat dilakukan dengan berbagai teknik, seperti pemisahan fasa (*phase separation*) [5], sintesis templat (*template synthesis*) [6], lelehan (*melt-blown*) [7], perakitan mandiri (*self-assembly*) [8], pencetakan 3D (*3D printing*) [9], dan pemintalan elektro (*electrospinning*) [10]. Dari teknik pembuatan serat tersebut, untuk saat ini *electrospinning* merupakan teknik yang cukup sederhana namun mampu menghasilkan serat dengan ukuran nano [11].

Serat nano dapat dipabrikasi menggunakan teknologi *electrospinning* dengan komponen lokal berbiaya murah, memiliki kelebihan mampu mengendalikan morfologi, keseragaman, porositas dan komposisi serat. Larutan akan dipompa melalui nosel jarum logam yang dialiri

listrik tegangan tinggi menggunakan pompa *syringe* hingga membentuk butir atau tetes larutan pada ujung kapiler jarum suntik. Medan elektrostatis akan menarik tetesan hingga menjadi semprotan yang stabil ke arah pelat kolektor dan membentuk serat acak [12].

Hal-hal yang mempengaruhi hasil dalam proses pembentukan serat saat proses *electrospinning*, antara lain konsentrasi, bobot molekul, viskositas, tegangan permukaan, temperatur, konduktivitas larutan, tegangan tinggi yang diaplikasikan, laju alir larutan, jenis kolektor, dan jarak antara ujung jarum dengan kolektor. Viskositas larutan polimer merupakan hal yang mempengaruhi keberhasilan pembentukan saat proses *electrospinning* serat nano. Viskositas yang rendah akan menghasilkan serat nano seperti noda bulat atau bintik (*beads*). Sedangkan larutan yang terlalu kental proses *electrospinning* tidak mungkin bisa dilakukan karena terjadi penyumbatan di ujung jarum. Untuk menentukan viskositas yang optimal diindikasikan dengan terbentuknya Kerucut Taylor pada ujung jarum suntik [13].

Pada penelitian serat nanotitania beberapa diantaranya terdapat penelitian dengan memvariasikan prekursor dan bahan pembuat serat untuk melihat bagaimana pengaruh bahan tersebut terhadap diameter serat, struktur kristal, dan fasa yang dihasilkan. Maka pada artikel ini akan dilakukan pembuatan serat nanotitania dengan memvariasikan asam asetat sebagai penstabil larutan, yaitu 2; 2.5; 3; 3.5; dan 4 ml. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui morfologi, struktur kristal, dan fasa serat nanotitania yang dihasilkan serta mengetahui pengaruh viskositas terhadap morfologi yang terbentuk.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan titanium tetraisopropoksida [Ti(OC₃H₇)₄] 97% dari

Tabel 1. Variasi penambahan asam asetat pada setiap sampel.

Nama Sampel	Larutan TiO ₂			Larutan Polimer	
	TTIP (ml)	Asam asetat (ml)	Etanol (ml)	PVP (gr)	Etanol (ml)
A	2,5	2,0	3	1,3	8
B	2,5	2,5	3	1,3	8
C	2,5	3,0	3	1,3	8
D	2,5	3,5	3	1,3	8
E	2,5	4,0	3	1,3	8

Sigma Aldrich, asam asetat glasial (CH₃COOH) 100 % Merck, metanol (CH₃OH) 100 % Merck, etanol (C₂H₅OH) 100 % Merck, dan polyvinilpyrrolidone (C₆H₉NO)_n. Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri atas beberapa tahap antara lain sintesis gel TiO₂, mengukur viskositas, kalsinasi, proses *electrospinning*, uji karakterisasi sampel menggunakan SEM, XRD, dan TEM.

Proses sintesis gel TiO₂ dilakukan dengan dengan membuat 2 larutan, yaitu larutan polimer dan larutan TiO₂. Larutan polimer polyvinilpyrrolidone (PVP) sebanyak 1,3 gram dan etanol 8 ml, kemudian diaduk selama 30 menit. Larutan TiO₂ diperoleh dengan dilakukan pengukuran TTIP sebanyak 2,5 ml, etanol sebanyak 3 ml dan variasi asam asetat sebagaimana disajikan pada Tabel 1. Selanjutnya, kedua larutan tersebut dicampurkan ke dalam gelas tertutup dan dilanjutkan pengadukan dengan kecepatan 350 rpm selama 1 jam.

Proses pengukuran viskositas dilakukan 2 tahapan yaitu mengukur massa jenis larutan gel TiO₂ dan menghitung waktu aliran larutan menggunakan viskometer Ostwald. Mengukur massa jenis larutan gel TiO₂ menggunakan piknometer. Sedangkan untuk mengukur waktu aliran larutan menggunakan viskometer Ostwald. Viskometer dengan metode pipa kapiler membutuhkan sampel yang sedikit dibandingkan dengan metode viskometer yang lain. Untuk mengukur viskositas

diperlukan larutan pembanding yang telah diketahui viskositasnya seperti metanol.

Larutan gel TiO₂ dimasukkan ke dalam *syringe* dengan ukuran 10 ml dengan jarum *stainless steel* berdiameter 0,5 mm. Pada saat larutan polimer mengalir ke dalam ujung jarum harus dipastikan tidak terdapat gelembung udara yang terperangkap dalam *syringe*. Kemudian, ujung jarum dihubungkan dengan tegangan tinggi positif sedangkan kolektor yang telah dilapisi aluminium foil dihubungkan dengan laju tegangan tinggi negatif dari sumber listrik sebesar 20 kV. Aluminium foil dilapisi dengan kaca preparat agar serat mudah diambil ketika telah terbentuk. Proses *electrospinning* berlangsung selama 6 jam pada temperatur ruangan dengan laju aliran sebesar 1,5 ml/jam dan jarak antara jarum dengan kolektor 13 cm.

Kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace* dengan suhu 450 °C selama 3 jam dengan menaikkan suhu pada kecepatan 10 °C per menit dari suhu kamar. Kemudian sampel yang dihasilkan dari proses kalsinasi ini, digerus dengan mortar akik selama ± 10 menit dan selanjutnya dikarakterisasi dengan SEM, XRD, dan TEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Pengukuran Viskositas

Viskositas larutan merupakan hal yang mempengaruhi keberhasilan pembentukan serat nano pada proses *electrospinning*.

Tabel 2. Perhitungan viskositas pada serat nanotitania.

Sampel	Viskositas metanol (Pa.s)	Massa metanol (g/cm ³)	Massa sampel (g/cm ³)	Waktu aliran metanol (s)	Waktu aliran sampel (s)	Viskositas sampel (Pa.s)
A	0,00059	0,7918	9,203	20,1433	12453,11	4,23948
B	0,00059	0,7918	9,267	20,1433	8430,38	2,88996
C	0,00059	0,7918	9,289	20,1433	6568,69	2,25711
D	0,00059	0,7918	9,301	20,1433	4225,67	1,45389
E	0,00059	0,7918	9,463	20,1433	3801,17	1,33061

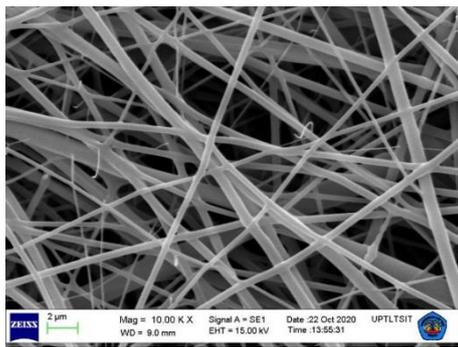
Menurut Engel and Reid (2006) [14] semakin kecil kecepatan alir larutan, maka semakin besar nilai viskositasnya. Hasil pengukuran viskositas larutan disajikan pada Tabel 2. Dari tabel 2 kelihatan bahwa pertambahan larutan asam asetat berbanding terbalik dengan viskositas yang dihasilkan. Semakin bertambahnya larutan asam asetat maka nilai viskositasnya semakin kecil. Pada sampel A nilai viskositas yang diperoleh memiliki nilai 4,23948 Pa.s. Jika dibandingkan dengan sampel lainnya, sampel A memiliki nilai yang paling besar dikarenakan pada saat sintesis diperoleh larutan yang sedikit membeku dan lebih kental dari sampel lainnya. Ini dikarenakan konsentrasi asam asetat kurang banyak sehingga proses laju reaksi terlalu cepat dan mengakibatkan pengaruh pada saat pengukuran waktu alirannya.

Hasil Analisis SEM

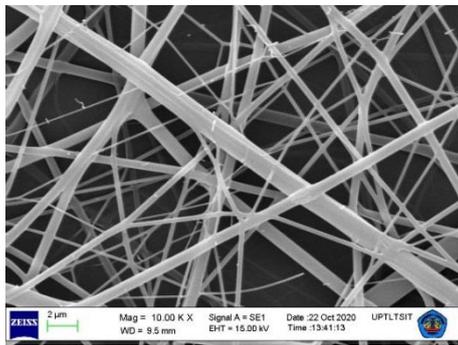
Karakterisasi SEM dilakukan pada sampel B, C, dan D tanpa perlakuan kalsinasi. Adapun hasil analisis morfologi dan distribusi ukuran diameter serat disajikan pada **Gambar 1**. Hasil gambar morfologi dari masing-masing sampel kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak ImageJ. Dalam pengukuran ini, dilakukan analisis pada sampel menggunakan perbesaran 10.000 kali pada skala bar 2 μm dengan 10 serat pada masing-masing sampel dengan ukuran yang berbeda-beda. Pada sampel B dengan asam asetat sebanyak 2,5 ml diperoleh ukuran

serat yang relatif seragam. Sedangkan untuk bentuk serat pada sampel ini tidak terdapat *beads* (manik-manik). Hasil rata-rata diameter yang diperoleh sebesar 313 ± 28 nm. Pada sampel C dengan asam asetat sebanyak 3 ml diperoleh ukuran serat yang tidak seragam, yaitu bercampur antara serat yang besar dan serat yang kecil. Sedangkan bentuk serat pada sampel ini tidak terdapat *beads* (manik-manik). Hasil rata-rata diameter yang diperoleh sebesar 275 ± 57 nm. Pada sampel D dengan asam asetat sebanyak 3,5 ml diperoleh ukuran serat yang tidak seragam, yaitu semakin banyak percampuran antara serat yang besar dan yang ekstrim kecil. Sedangkan bentuk serat pada sampel ini tidak terdapat *beads* (manik-manik). Hasil rata-rata diameter yang diperoleh sebesar 242 ± 59 nm. Dengan demikian dari segi ukuran berdasarkan hasil SEM ini, klasifikasi sampel dapat dikatakan masuk ke kelompok serat nano, hal ini ditandai dengan ukuran serat yang dihasilkan < 500 nm [15].

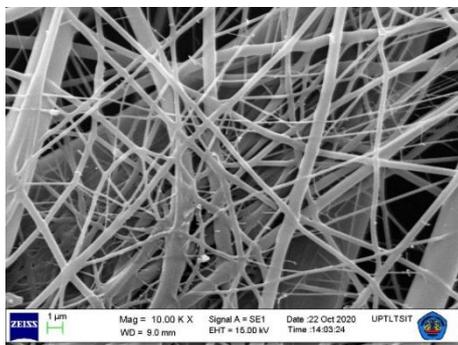
Ukuran serat pada masing-masing sampel relatif tidak seragam. Menurut King *et al* (2017) [15] pengaruh ukuran serat yang tidak seragam disebabkan oleh bentuk desain elektroda. Medan elektrostatis yang tidak seragam menyebabkan jet polimer yang dibuat dari area elektroda yang berbeda mengalami berbagai kondisi pemintalan yang meliputi kecepatan pemintalan dan tegangan sentrifugal yang tidak merata di sepanjang elektroda. Hal ini menghasilkan diameter serat nano yang tidak seragam serta kristalinitas dan morfologi yang bervariasi.



(a)



(b)

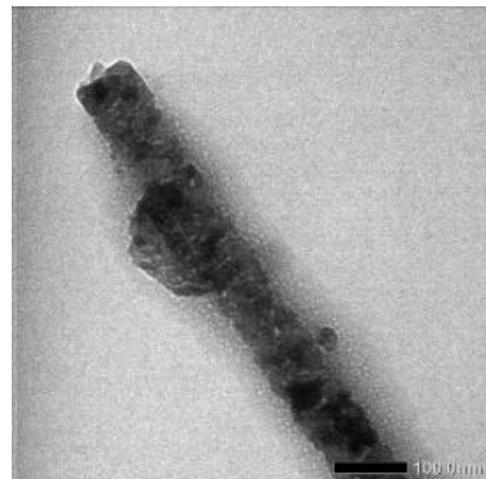


(c)

Gambar 1. Hasil SEM (a) sampel B dengan variasi asam asetat 2,5 ml (a) sampel C dengan variasi asam asetat 3 ml (b) sampel D dengan variasi asam asetat 3,5 ml.

Hasil Analisis TEM

Hasil analisis TEM yang dilakukan pada sampel D dengan variasi asam asetat 3,5 ml disajikan pada Gambar 2. Dari karakterisasi TEM diperoleh gambar serat dari sampel yang kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak ImageJ, akan dihasilkan

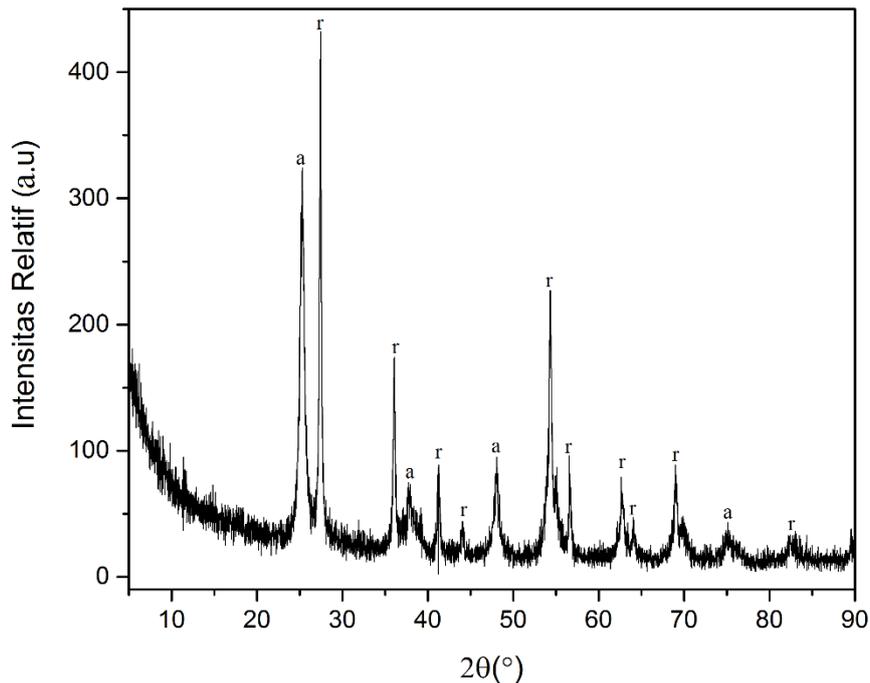


Gambar 2. Hasil TEM sampel D dengan variasi asam asetat 3,5 ml.

ukuran serat nanotitanium sebesar 68,05 nm. Dapat diamati bahwa perubahan morfologi permukaan pada sampel yang dikarakterisasi dengan SEM berbentuk serat yang halus dan berubah menjadi butiran pada karakterisasi TEM. Ini disebabkan karena penguapan pelarut dan molekul polimer serta dekomposisi prekursor dari permukaan sehingga struktur berbutir tertinggal di permukaan serat nanotitanium yang dikalsinasi pada suhu 450 °C [10]. Secara bersamaan, *nanosized grains* berukuran nano mulai tumbuh. Dengan peningkatan suhu kalsinasi, *nanograins* bergabung satu sama lain karena peningkatan laju difusi, menghasilkan pertumbuhan *nanograins* secara signifikan lebih besar dan diameter serat yang lebih kecil [16].

Hasil Analisis XRD

Hasil pola XRD dari sampel yang diperoleh berupa difraktogram antara intensitas dengan sudut 2θ . Pada difraktogram tersebut terdapat puncak-puncak tertentu yang dapat menentukan struktur kristal dan fasa kristal. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD yang diperoleh dapat dilakukan analisis kualitatif yaitu untuk mengetahui struktur dan fasa kristal. Sedangkan dan analisis kuantitatif untuk



Gambar 3. Pola XRD serat nanotitania dengan variasi asam asetat 3,5 ml
a = anatase dan r = rutile.

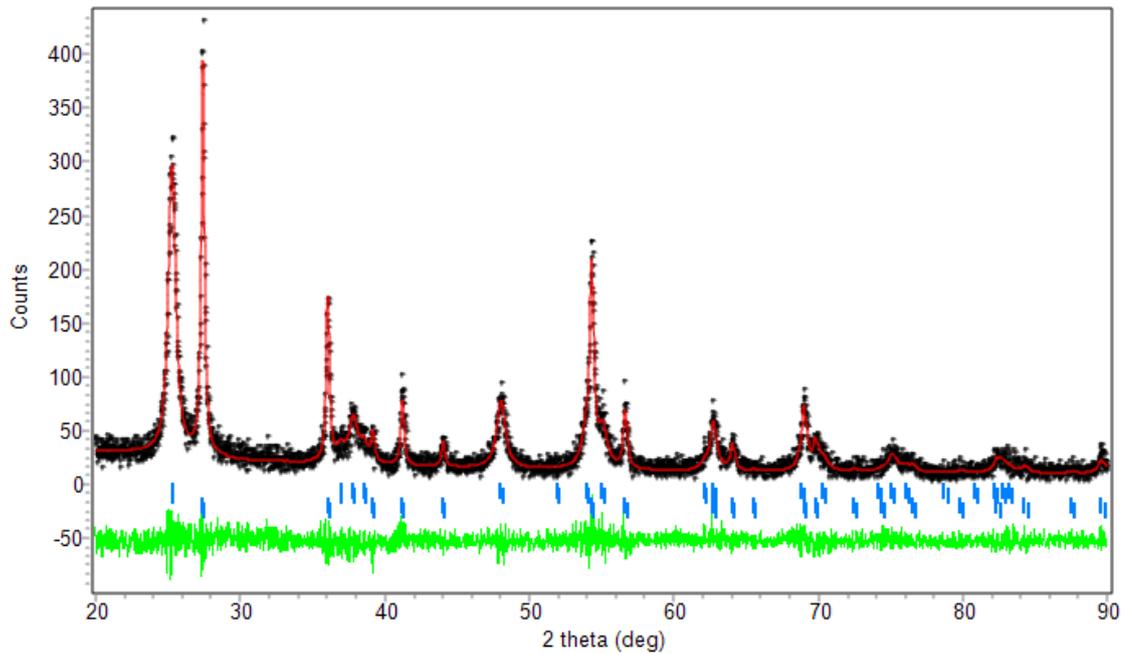
mengetahui komposisi pada masing-masing fasa kristal.

Panjang gelombang yang digunakan pada pengujian ini adalah $K\alpha$ sebesar 1,5405980 Å. Sudut difraksi (2θ) yang digunakan mulai dari 5° sampai 90° dengan ukuran langkah sebesar 0,02°. Alat XRD ini dioperasikan pada tegangan 40 kV dan kuat arus 30 mA. **Gambar 3** menunjukkan difraktogram XRD sampel serat nanotitania yang telah dikalsinasi pada suhu 450 °C. Pada pola XRD yang terbentuk memiliki 14 puncak difraksi.

Struktur kristal yang terbentuk adalah tetragonal dan puncak yang terbentuk menunjukkan fasa anatase dan rutile. Pola XRD yang mengindikasikan adanya fasa anatase pada puncak tertinggi difraktogram 2θ yaitu 25,2677° dengan pangkalan data PDF 01-086-0147 dan kode referensi ICSD 080842. Sedangkan fasa rutile pada puncak tertinggi difraktogram 2θ yaitu 27,41° dengan pangkalan data PDF 01-086-1157 dengan kode referensi ICSD 082084.

Hal yang menarik dari penelitian ini berdasarkan hasil difraktogram pada sampel tersebut puncak yang dominan muncul adalah fasa rutile daripada anatase, sedangkan fasa rutile biasanya muncul pada suhu di atas 500 °C. Menurut Chen *et al* (2008) [17] proses kalsinasi memiliki pengaruh yang besar terhadap struktur kristal anatase dan rutile. Permukaan butir yang ditingkatkan dari kristalit anatase dapat meningkatkan laju nukleasi dan laju difusi untuk transformasi rutile. Sedangkan menurut Ding and Liu (1996) [18] munculnya fasa rutile di suhu kurang dari 500 °C diindikasikan karena beberapa faktor seperti adanya pengotor, kemurnian bahan, dan proses sintesis. Menurut Gribb and Jillian (1997) [19] mengamati bahwa sintesis nano TiO₂ menghasilkan anatase atau brookite kemudian berubah menjadi rutile setelah mencapai ukuran partikel tertentu. Begitu rutile terbentuk, ia tumbuh jauh lebih cepat dari pada anatase.

Data hasil analisis XRD dinalisis secara kuantitatif menggunakan metode Rietveld



Gambar 4. Hasil *refinement* serat nanotitania.

yaitu dengan meminimalkan selisih antara data pengamatan dan perhitungan menggunakan perangkat lunak Rietica. Metode Rietveld merupakan metode *refinement* (penghalusan) struktur kristal dengan memanfaatkan langsung pola intensitas yang diperoleh dari pengukuran difraksi serbuk sampel [20]. Hasil penghalusan disajikan dalam **Gambar 4**. Dari gambar tersebut terlihat bahwa berdasarkan pola garis selisih antara data pengamatan dan hasil perhitungan memiliki pola hampir sama, yang artinya selisih antara hasil perhitungan dan data pengamatan relatif kecil.

Hasil penghalusan dinyatakan selesai apabila selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluaktasi yang kecil. Selain itu, nilai *Goodness of Fitting* (GoF) atau χ^2 memenuhi harga batas layaknya suatu analisis yaitu $\chi^2 \leq 4$. Selain itu, nilai R_p, R_{exp} , dan R_{wp} kurang dari 50% sedangkan untuk nilai R_{Bragg} kurang dari 30%.

Setelah selesai *refine* masing-masing data dapat dilihat nilai GoF dan R pada file output yang disajikan pada **Tabel 3**.

Berdasarkan data pada **Tabel 1** penghalusan pada seluruh sampel menunjukkan nilai nilai GoF kurang dari 4. Sedangkan R_p, R_{exp} , dan R_{wp} kurang dari 50% untuk nilai R_{Bragg} kurang dari 30%. Sehingga nilai output memenuhi standar metode Rietveld.

Hasil pengujian XRD juga dapat menentukan ukuran dengan nilai FWHM. FWHM merupakan parameter yang digunakan untuk menghitung lebar puncak dari sebuah kurva dengan cara menentukan

Tabel 3. Output *refinement* serat nanotitania.

Parameter	Anatase	Rutile
χ^2	1,30	1,30
R_{wp} (%)	20,20	20,20
R_p (%)	14,77	14,77
R_{exp} (%)	17,70	17,70
R_{Bragg} (%)	3,26	3,98
Parameter sel a	3,7848	4,5930
Parameter sel b	3,7848	4,5930
Parameter sel c	9,5015	2,9591
Volume sel	136,1191	62,4265
Berat molekul	319,600	159,800
Persentase berat	57,50	42,50
Densitas	3,897	4,249

menentukan jarak antara 2 titik yang telah memiliki nilai setengah dari nilai maksimum kurva. Ukuran kristal dihitung dengan menggunakan Persamaan Debye Scherrer, yaitu

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dengan L adalah ukuran partikel (nm), k adalah konstanta (0,94), β adalah *full width at half maximum* (FWHM), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm) dan θ adalah sudut hamburan pada puncak difraksi terjadi (°). Puncak yang memiliki intensitas tertinggi yaitu fasa anatase pada sudut 27,42° sebesar 0,00445 radian dengan ukuran kristal sebesar 32,05 nm.

KESIMPULAN

Struktur kristal yang terbentuk pada sampel D dengan variasi asam asetat 3,5 ml setelah dikalsinasi pada suhu 450 °C adalah tetragonal. Sedangkan fasa yang terbentuk adalah anatase dan rutil dengan ukuran partikel sebesar 32,05 nm. Ukuran diameter pada serat nanotitania berdasarkan hasil uji karakterisasi TEM pada sampel D dengan variasi asam asetat 3,5 ml setelah dikalsinasi pada suhu 450 °C dianalisis menggunakan perangkat lunak ImageJ sebesar 68,05 nm. Hasil uji SEM pada sampel B, sampel C, dan sampel D diperoleh diameter serat masing-masing sebesar 313 ± 28 nm, 275 ± 57 nm, dan 242 ± 59 nm. Pengaruh viskositas pada morfologi serat nanotitania menunjukkan bahwa semakin besar variasi asam asetat yang digunakan maka nilai viskositasnya semakin kecil, sehingga morfologi yang dihasilkan juga semakin mengecil. Hal ini dikonfirmasi dengan hasil analisis SEM yang berbanding lurus dengan hasil pengukuran viskositas.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Fisika

Material Universitas Lampung, Kepala Laboratorium Elektronika Dasar Universitas Lampung, UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Indonesia Depok, dan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta yang telah membantu penyelesaian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Yang and Z. Liu, "One-dimensional nanostructures of silicon: Synthesis, characterization and applications," *New Dev. Nanotechnol. Res.*, no. 5, pp. 95–110, 2007.
- [2] S. Mann, "Nanotechnology and Construction," *Eur. Nanotechnol. Gatew.*, 2006.
- [3] N. Bhardwaj and S. C. Kundu, "Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique," *Biotechnol. Adv.*, vol. 28, no. 3, pp. 325–347, 2010.
- [4] F. Cengiz and O. Jirsak, "The effect of salt on the roller electrospinning of polyurethane nanofibers," *Fibers Polym.*, vol. 10, no. 2, pp. 177–184, 2009.
- [5] W. Huang, M. J. Wang, C. L. Liu, J. You, S. C. Chen, Y. Z. Wang, and Y. Liu, "Phase separation in electrospun nanofibers controlled by crystallization induced self-assembly," *J. Mater. Chem. A*, vol. 2, no. 22, pp. 8416–8424, 2014.
- [6] C. Chen, Y. Tang, B. Vlahovic, and F. Yan, "Electrospun Polymer Nanofibers Decorated with Noble Metal Nanoparticles for Chemical Sensing," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 12, 2017.
- [7] M. A. Hassan, B. Y. Yeom, A. Wilkie, B. Pourdeyhimi, and S. A. Khan, "Fabrication of nanofiber

- meltblown membranes and their filtration properties,” *J. Memb. Sci.*, vol. 427, pp. 336–344, 2013.
- [8] D. Xu, D. S. K. Samways, and H. Dong, “Fabrication of self-assembling nanofibers with optimal cell uptake and therapeutic delivery efficacy,” *Bioact. Mater.*, vol. 2, no. 4, pp. 260–268, 2017.
- [9] R. Li, A. McCarthy, Y. S. Zhang, and J. Xie, “Decorating 3D Printed Scaffolds with Electrospun Nanofiber Segments for Tissue Engineering,” *Adv. Biosyst.*, vol. 3, no. 12, pp. 1–9, 2019.
- [10] J. H. Kim, J. H. Lee, J. Y. Kim, and S. S. Kim, “Synthesis of aligned TiO₂ nanofibers using electrospinning,” *Appl. Sci.*, vol. 8, no. 2, 2018.
- [11] J. Y. Park and I. H. Lee, “Characterization and morphology of prepared titanium dioxide nanofibers by electrospinning,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 10, no. 5, pp. 3402–3405, 2010.
- [12] P. D. Adpekar, A. Rama, U. Rani, and A. Naha, *Electrospun nanofibres and their biomedical applications*, vol. 13, no. 11, 2020.
- [13] T. Lin, H. Wang, H. Wang, and X. Wang, “The charge effect of cationic surfactants on the elimination of fibre beads in the electrospinning of polystyrene,” *Nanotechnology*, vol. 15, no. 9, pp. 1375–1381, 2004.
- [14] Thomas, E. and Philip, J. R. *Physical Chemistry*, 2021.
- [15] T. Subbiah, G. S. Bhat, R. W. Tock, S. Parameswaran, and S. S. Ramkumar, “Electrospinning of nanofibers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 96, no. 2, pp. 557–569, Apr. 2005.
- [16] J. Y. Park, S. W. Choi, K. Asokan, and S. S. Kim, “Controlling the size of nanograms in TiO₂ nanofibers,” *Met. Mater. Int.*, vol. 16, no. 5, pp. 785–788, 2010.
- [17] J. Y. Chen, H. C. Chen, J. N. Lin, and C. Kuo, “Effects of polymer media on electrospun mesoporous titania nanofibers,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 107, no. 2–3, pp. 480–487, 2008.
- [18] X. Z. Ding, X. H. Liu, and Y. Z. He, “Grain size dependence of anatase-to-rutile structural transformation in gel-derived nanocrystalline titania powders,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 15, no. 20, pp. 1789–1791, 1996.
- [19] A. A. Gribb and J. F. Banfield, “Particle size effects on transformation kinetics and phase stability in nanocrystalline TiO₂,” *Am. Mineral.*, vol. 82, no. 7–8, pp. 717–728, 1997.
- [20] R. J. Hill. and C. J. Howard. “A Computer Program for Rietveld Analysis of Fixed Wavelength X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns. *Australian Atomic Energy Commission*. Research Establishment, New South Wales. Australia, 1986.

