PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI HIDROGEL BIOKOMPOSIT POLIVINIL ALKOHOL-NANO HIDROKSIAPATIT MENGGUNAKAN IRADIASI GAMMA SEBAGAI BAHAN BIOMATERIAL

Preparation and Characterization of Polyvinyl Alcohol-Nano Hydroxyapatite using Gamma Irradiation Technique for Biomaterial

Yessy Warastuti¹, Dian Pribadi Perkasa¹, Erizal¹, Basril Abbas¹, Sudirman²

¹Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi (PAIR)-Badan Tenaga Nuklir Nasional
Jl. Lebak Bulus Raya N0.49, Jakarta 12440

²Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM)-Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong
Email: warastuti79@gmail.com/ yessyw @batan go.id.

Naskah masuk: 24 Juli 2018, Revisi 1: 13 Agustus 2018, Revisi 2 : 6 September 2018 , Diterima: 6 september 2018

ABSTRAK

Pengembangan dan penggunaan biomaterial dalam bidang biomedis sebagai implan tulang menjadi semakin penting. Dalam rangka pembuatan bahan biomaterial di bidang kesehatan, telah dilakukan sintesis hidrogel komposit polivinilalkohol (PVA) -bionanohidroksiapatit (HAp) dengan teknik radiasi gamma. Tiap campuran larutan PVA dengan variasi konsentrasi (10-20%) dan HAp konsentrasi tunggal (20%) diiradiasi pada variasi dosis (0-20 kGy). Komposit PVA-HAp hasil iradiasi diuji sifat fisiko-kimianya meliputi sifat mekanik, daya serap air, uji biodegradasi, serta dikarakterisasi menggunakan *Fourier-transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Transmission Electron Microscope* (TEM), *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil evaluasi menunjukkan bahwa pada kondisi optimum komposit hidrogel PVA-HAp (20%-20%, dosis iradiasi 20 kGy), memiliki tegangan tarik dengan nilai 0,82 MPa, perpanjangan putus 281,67%, daya serap air 103,18% dan uji biodegradasi 22,46%. Hasil analisis gugus fungsi (FTIR) dari komposit PVA-HAp menunjukkan terjadinya ikatan silang (*cross linking*) antara PVA-HAp pada proses iradiasi. Hasil pengukuran menggunakan SEM dan TEM menunjukkan HAp berukuran nano < 60 nm dan komposit berserat dan berpori secara heterogen. Komposit PVA-HAp hasil iradiasi dapat dipertimbangkan sebagai kandidat bahan biomaterial.

Kata Kunci : biomaterial, PVA, hidroksiapatit, komposit, iradiasi gamma

ABSTRACT

The development and use of biomaterials in the biomedical field as bone implants are becoming increasingly important. Synthesis of polyvinyl alcohol (PVA) – bionanohydroxyapatite (HAp) composite hydrogel has been carried using gamma irradiation technique. The PVA-HAp mixtures containing PVA (10-20%, w/v) and a single concentration of HAp (20%w) were irradiated with various irradiation doses (0-20 kGy). The physico-chemical properties of irradiated composites were observed, including mechanical properties, water absorption, biodegradation test, and characterized using Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Transmission Electron Microscope (TEM) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The results showed that the optimum conditions was PVA-HAp hydrogel composites (20%-20%, irradiation dose 20 kGy) with tensile strength 0.82 Mpa, elongation of 281.67%, water absorption of 103.18%, and biodegradation of 22.46%. The results of FTIR measurements of PVA-HAp composites showed the occurrence of crosslinking between PVA-HAp in the irradiation process. The SEM and TEM measurements showed that HAp powder was nano particle (<60 mesh) and in the form of fibers and with heterogeneous porous. The irradiated PVA-HA composite was expected to be as candidate for biomaterials application.

Keywords : biomaterial, PVA, hydroxyapatite, composite, gamma irradiation

I. PENDAHULUAN

Pengembangan dan penggunaan biomaterial dalam bidang biomedis sebagai implant tulang menjadi semakin penting khususnya di negara berkembang, dikarenakan harapan hidup manusia pada usia diatas 80 tahun meningkat. Pada umumnya dengan bertambahnya umur manusia khususnya pada manula sangat mudah terserang osteoporosis atau kerusakan jaringan tulang yang

disebabkan berkurangnya massa tulang. Selain akibat penuaan, kerusakan jaringan akibat cedera traumatis meningkat pula. Oleh karena itu, pengembangan biomaterial yang dapat dicangkokkan ke tubuh manusia dengan tujuan memperbaiki jaringan tubuh yang rusak dan dapat diterima baik secara fisiologis maupun ekonomis menjadi sangat penting[1].

Polivinil alkohol (PVA) merupakan salah satu bahan baku polimer hidrofilik yang potensial di bidang biomaterial khususnya dalam bentuk cairan gel yang dapat disuntikkan[4]. Saat ini, PVA banyak digunakan untuk menggantikan jaringan tubuh yang mengalami kerusakan atau penyakit dikarenakan memiliki sifat fisikokimia terutama sifat *bio-tribological* yang sangat baik yaitu memiliki permukaan licin, tahan terhadap gesekan dan keausan [5][6][7][8] sehingga dapat mencegah terjadinya erosi dan korosi serta tidak menimbulkan inflamasi. Selain itu, PVA memiliki sifat biokompatibel, tidak toksik, tidak menyebabkan karsinogenik serta elastisitas dan kekuatan tekan yang baik. Namun demikian, PVA merupakan homopolimer yang bersifat rapuh. Oleh karena itu, dalam penggunaannya PVA dipadukan dengan polimer lain atau bahan keramik untuk meningkatkan kekuatan mekaniknya[9-12]. Salah satu jenis keramik potensial yang dapat digunakan adalah hidroksiapatit (HAp).

Penggunaan implan berbasis keramik kalsium fosfat seperti hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}$) untuk

rekontruksi tulang dan gigi sudah sangat terkenal. Hal ini disebabkan HAp merupakan salah satu komponen mineral anorganik jaringan biologi keras dengan biokompatibilitas yang sangat tinggi[13][14][15]. HAp alami yang berasal dari bahan biologis bersifat nano kristalin dalam rentang ukuran ratusan nanometer. Implan HAp juga memperlihatkan bioaktivitas dan osteo-konduktivitas yang tinggi disamping rendahnya laju degradasi dan sifat mekanik yang relatif baik. HAp dapat dimanfaatkan dalam bentuk gel padat atau padatan yang dapat diinjeksikan serta dapat dibuat dalam bentuk nano. Namun demikian, implan berbasis HAp mempunyai keterbatasan pada aplikasinya karena bentuk padatannya rapuh dan tidak stabil pada pemakaian jangka panjang. HAp paling layak dipakai untuk regenerasi *defect* tulang pada bagian tubuh yang tidak menanggung beban. Oleh karena itu, HAp hanya digunakan pada area dengan kekuatan mekanik yang relatif rendah, seperti pengisi tulang dan gigi, atau pelapis pada perangkat implan. Padahal, tulang manusia yang sering mengalami patah diantaranya adalah tibia dan fibula yang berfungsi menopang berat tubuh saat berdiri.

Dengan demikian, kekuatan mekanik juga turut memegang peran penting. Untuk mengatasi keterbatasan tersebut, maka telah dikembangkan komposit polimer-biokeramik pada beberapa dekade terakhir ini.

Material biokomposit selayaknya harus mudah dibuat dalam bentuk tertentu untuk menampilkan fungsi spesifik misalnya untuk meningkatkan sifat mekanik polimer atau kekerasan HAp. Penelitian pembuatan biokomposit polimer-keramik telah banyak dilakukan berdasarkan pertimbangan bahwa tulang merupakan komposit anisotropik yang terdiri dari polimer organik (kolagen dan serat fibrin) dan mineral anorganik (HAp karbonasi atau derivat HAp). Jenis biokompositnya antara lain HAp-poliakrilamida, HAp-kolagen, HAp-kolagen-asam hyaluronat *scaffold* untuk rekayasa jaringan[16][17].

Pengembangan biokomposit pada dasarnya dimotivasi oleh kenyataan bahwa material murni tidak dapat berdiri sendiri dalam memenuhi seluruh persyaratan yang dibutuhkan untuk menjadikannya sebagai implan biomedis. Pada umumnya, suatu komposit terdiri dari paling sedikit dua senyawa kimia yang berbeda fasa dan saling *coexist*, yaitu salah satu

sebagai matrik dan lainnya sebagai pengisi(*filler*) yang berbeda dan tidak saling tergantung. Balgova, dkk[11] melaporkan penelitian yang berkaitan dengan pembuatan membran polivinil alkohol yang diperkuat dengan HAp pada proses pengeringan selama 7 hari dan diuji bioaktivitasnya serta SEM. Kelemahan dari teknik tersebut adalah proses yang terlalu kompleks yaitu HAp disintesis terlebih dahulu dan pemurnian HAp yang berkali-kali. Selain itu, biokomposit yang terbentuk relatif mudah larut disebabkan biokomposit yang dihasilkan tidak mengalami reaksi ikatan silang secara kimia sehingga tidak dapat diukur sifat mekaniknya. Oleh karena itu, Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memperbaiki sifat mekanik. Berdasarkan deskripsi tersebut, dalam penelitian ini dilakukan sintesis hidrogel biokomposit PVA yang dipadatkan dengan nano partikel HAp dari hasil isolasi sisik ikan. Kemudian dibuat biokomposit melalui teknik kombinasi beku-leleh dan iradiasi gamma.

II. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan dan peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Polivinilalkohol (PVA) merk Kuraray

buatan Jepang, Bionano hidroksiapatit (HAp) buatan PAIR BATAN yang diperoleh dari isolasi sisik ikan kakap dengan tingkat kemurnian $\pm 98\%$ dan larutan PBS (*Phosfat Buffer Solution*). Peralatan yang digunakan diantaranya Iradiator ^{60}Co (IRPASENA), *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Shimadzu IR prestige-21, DTG-60, Shimadzu, *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan alat *Transmission Electron Microscope* (TEM) Zeiss.

2.2. Metode

2.2.1 Ekstraksi bionano hidroksi apatit (nHAp) dari sisik ikan

Metode ekstraksi hidroksiapatit dikerjakan dengan metode yang telah dilakukan sebelumnya[18]. Sisik ikan kakap diperoleh dari pusat pelelangan ikan, Muara Karang dicuci bersih dengan air kran untuk menghilangkan kotoran pada permukaannya. Proses berikutnya, sisik ikan direndam dalam surfaktan untuk menghilangkan lemak pada permukaan sisik ikan selama 24 jam. Selanjutnya sisik ikan dibersihkan dari surfaktan dengan air kran, kemudian direndam dalam larutan NaOH 1 N selama 24 jam untuk menghilangkan

asam lemak yang melekat kuat pada sisik ikan. Sisik ikan yang telah bersih tersebut direndam kembali dalam larutan NaOH 1N dan dipanaskan pada suhu 120 °C dengan tekanan 1 bar selama 2 jam. Hasil pemanasan diperoleh endapan putih sebagai bionano HAp dan larutan berwarna kuning keruh yang merupakan larutan hasil degradasi gelatin/kolagen. Endapan putih dipisahkan dari filtrat, selanjutnya dibilas dengan air suling dan dikeringkan dalam oven. Serbuk putih hasil pemanasan diblender hingga halus yang merupakan bionanohidroksiapatit.

2.2.2 Pembuatan hidrogel biokomposit PVA-HAp

Disiapkan satu seri larutan PVA pada rentang konsentrasi 10-20 % dengan melarutkan serbuk PVA (10-20 g) dalam 100 mL air suling menggunakan otoklaf pada suhu 121 °C selama 2 jam. Selanjutnya masing-masing larutan dicampurkan dengan 20 g HAp menggunakan *mixer* dengan kecepatan ± 100 rpm hingga HAp tercampur sempurna dalam larutan PVA (tidak terjadi endapan HAp). Kemudian 100 mL larutan campuran tersebut dicetak dalam plastik polipropilen (PP) dengan ukuran 10x15x0,5 cm³, segera dibeku-

leleh dalam freezer selama 3 siklus pada suhu 4°C (beku, 16 j) dan suhu kamar 30°C (leleh, 8j). Akhirnya, komposit PVA-HAp hasil beku-leleh diiradiasi menggunakan sinar gamma pada dosis 10 dan 20 kGy dalam iradiator Irpasena dengan laju dosis 2,5 kGy/j.

2.2.3 Pengujian kekuatan tarik dan perpanjangan putus

Kekuatan tarik dan perpanjangan putus merupakan sifat mekanik yang penting dari hidrogel komposit untuk dapat dipakai sebagai bahan biomaterial. Salah satu contohnya adalah kegunaan hidrogel komposit untuk kornea mata tiruan[19]. Kedua parameter ini mewakili tegangan tarik maksimum selama proses perpanjangan uji putus dan persentase pertambahan panjang (elastisitas) sampel uji yang dialami akibat tegangan tarik. Sifat ini diukur berdasarkan metode standar *American Standard Testing Mechanical* (ASTM) menggunakan alat Instron. Komposit berbentuk *dumbbell* ukuran standar, kedua ujungnya dijepit pada mesin Instron dengan salah satunya bergerak dan ujung lainnya dalam keadaan diam. Kecepatan gerak penjepit 30 mm/menit pada suhu kamar.

Pengujian dilakukan dengan 5 kali ulangan. Perpanjangan putus dihitung dengan persamaan 1.

$$\text{Perpanjangan putus} = \frac{(L_1 - L_0)}{L_0} \times 100 \dots (1)$$

L_0 adalah ukuran panjang sampel mula-mula

L_1 adalah ukuran panjang sampel akhir

Kekuatan tarik dihitung dengan persamaan 2.

$$\text{Kekuatan tarik} = \frac{F}{A} \dots (2)$$

F adalah beban dari alat hingga bahan putus, kg

A adalah luas penampang bahan, cm²

2.2.4 Penentuan air terserap

Tiga buah cuplikan komposit dengan ukuran 2x2x0,5 cm³ dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C hingga berat konstan, lalu ditimbang (W_0). Kemudian komposit kering direndam dalam 25 mL air suling. Setelah 1 menit, komposit dikeluarkan dari media perendaman. Air permukaan komposit dilap dengan kertas saring, selanjutnya komposit ditimbang kembali (W_s). Setelah itu, komposit direndam kembali ke dalam air dalam wadah yang sama untuk pengujian air terserap pada interval waktu menit selanjutnya. Perlakuan yang sama dikerjakan untuk pengujian air terserap komposit dalam waktu interval menit lainnya. Akhirnya komposit dikeringkan dalam oven

pada suhu 60 °C hingga berat konstan. Air terserap hasil pengujian pada masing-masing waktu perendaman dihitung dengan menggunakan persamaan (3).

$$\text{Air terserap, \%} = \frac{(W_s - W_o)}{W_o} \times 100 \quad (3)$$

W_s adalah berat komposit basah (g)

W_o adalah berat komposit kering (g)

2.2.5 Uji biodegradasi

Komposit dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam hingga bobot konstan dan ditimbang (W_o). Selanjutnya komposit direndam dalam larutan PBS (*phosphate buffer solution*) (pH 7,4) selama 1 hari dan dikocok dalam *shaker inkubator* dengan kecepatan goyangan 40 rpm pada suhu kamar, lalu dikeluarkan dari wadah pengujian dan selanjutnya dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 60°C selama 2 jam. Komposit kering kemudian ditimbang (W_1) dan direndam kembali ke dalam wadah semula yang mengandung larutan PBS. Perlakuan seperti tersebut diatas diulang untuk pengujian biodegradasi pada selang waktu 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24, dan 28 hari. Bobot komposit yang tersisa dihitung dengan persamaan 4.

$$\text{Berat komposit tersisa, \%} = \frac{W_1}{W_o} \times 100 \quad (4)$$

Komposit terdegradasi = 100-berat komposit tersisa (5)

W_1 adalah berat komposit kering setelah perendaman (g)

W_o adalah berat komposit kering awal

2.2.6 Karakterisasi FTIR

Fourier Transform Infra Red (FTIR) , Shimadzu *IR Prestige-21* model 8000 series, buatan Jepang digunakan untuk mengkonfirmasi perubahan struktur kimia komposit hasil iradiasi. Hidrogel komposit kering hasil iradiasi dalam bentuk serbuk dicampur dengan serbuk KBr pada perbandingan berat 1:200, dimasukkan ke dalam tempat sampel (*pan*) dan selanjutnya dilakukan pengukuran spektrum pada rentang bilangan gelombang 4000 cm^{-1} -400 cm^{-1} dengan jumlah Scan 20.

2.2.7 Karakterisasi SEM

Karakteristik permukaan hidrogel komposit diinvestigasi menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*, Zeiss, buatan Jerman. Hidrogel komposit dalam bentuk kering, direndam dalam air hingga *swelling* maksimum. Kemudian hidrogel komposit dibekukan dalam *freezer* pada suhu -40 °C selama 48 jam. Selanjutnya, hidrogel komposit diliofilisasi menggunakan *freeze dryer* pada suhu -107 °C (8 jam). Hidrogel komposit kering kemudian diamati

sifat permukaannya menggunakan SEM dan direkam.

2.2.8 Karakterisasi TEM

Pengujian morfologi HAp dilakukan menggunakan TEM (*Transmission Electron Microscope*). Sampel dilapisi dengan lapisan tipis emas dengan ketebalan 100 Å menggunakan Denton Vacuum. Gambar morfologi dari sampel diperoleh menggunakan SEM 515/RDAX PV 9900.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Karakterisasi FTIR HAp hasil isolasi sisik ikan kakap putih

Spektrum FTIR serbuk HAp hasil isolasi sisik ikan (a) dan HAp komersial (b) disajikan pada Gambar 1. Karakteristik daerah bilangan yang ditunjukkan pada 3444 cm^{-1} merupakan mode tekuk gugus ikatan hidrogen dari ion OH dan ikatan ion OH pada mode bebas. Puncak vibrasi (ν) pada daerah bilangan gelombang 1038 cm^{-1} muncul dari gugus $\nu_3\text{ PO}_4$, puncak pada 603 cm^{-1} dan 569 cm^{-1} muncul dari gugus $\nu_4\text{ PO}_4$. Selanjutnya beberapa kandungan gugus CO_3^{2-} muncul pada bilangan gelombang 1600 cm^{-1} , yang mengindikasikan adanya karbonat apatit. Bentuk spektrum dan letak

gugus fungsi dari HAp hasil isolasi sisik ikan sama dengan bentuk spektrum dan letak gugus fungsi HAp komersial.

Gambar 1. (a). Spektra FTIR HAp hasil isolasi sisik ikan kakap putih dan (b). HAp komersial

3.2 Karakterisasi TEM HAp hasil isolasi sisik ikan kakap putih

Struktur dan morfologi bionano-HAp yang diperoleh dari hasil ekstraksi sisik ikan kakap putih dikonfirmasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM) disajikan pada Gambar 2. Terlihat bahwa serbuk HAp sisik ikan berbentuk seperti jarum dengan ukuran $< 60\text{ nm}$.

Gambar 2. TEM bio nano HAp hasil isolasi sisik ikan kakap putih dengan *mild proses*

3.3 Kekuatan tarik

Pada penelitian ini digunakan *mixer* untuk membuat campuran larutan kental homogen dan mencegah terjadinya pengendapan senyawa anorganik HAp yang mempunyai densitas yang tinggi. Selanjutnya dilakukan proses beku-leleh yang bertujuan untuk membuat PVA menjadi kristal dan menjebak HAp dalam matrik PVA melalui ikatan hidrogen sehingga dapat dicetak membentuk tulang tiruan (Gambar 3).

Gambar 3. Tulang tiruan dari campuran PVA-HAp(20,20%) hasil iradiasi 20 kGy

Untuk meningkatkan kekuatan fisik dari komposit dilakukan iradiasi gamma. Pengaruh kombinasi radiasi dan konsentrasi PVA terhadap tegangan tarik komposit PVA-HAp disajikan pada Gambar 4. Terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi PVA hingga 20 % dan dosis iradiasi hingga 20 kGy, menyebabkan kekuatan tarik komposit

meningkat dari 0,1 MPa hingga 0,8 MPa.

Gambar 4. Pengaruh konsentrasi PVA terhadap kekuatan tarik komposit PVA-HAp sebagai fungsi dosis iradiasi (0, 10 dan 20 kGy).

Hal ini mengindikasikan bahwa ikatan silang dalam komposit meningkat seiring dengan meningkatnya dosis iradiasi dan konsentrasi PVA.

3.4 Perpanjangan putus

Hubungan pengaruh konsentrasi PVA terhadap perpanjangan putus hidrogel komposit disajikan pada Gambar 5. Terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi PVA dan dosis iradiasi hingga 20 kGy, perpanjangan putus hidrogel komposit meningkat hingga 300 % (3 kali lebih panjang dari keadaan awalnya), walaupun dosis iradasinya meningkat hingga 20 kGy. Hal ini mengindikasikan bahwa hidrogel

menjadi lebih lentur dengan meningkatnya konsentrasi PVA dan ikatan silangnya meningkat dengan dosis iradiasi.

Gambar 5. Hubungan konsentrasi PVA terhadap perpanjangan putus hidrogel komposit PVA-HAp hasil iradiasi dosis 0-20 kGy

3.5 Air terserap

Air terserap atau kandungan air merupakan parameter yang berkaitan erat dengan kompatibilitas hidrogel komposit. Pengaruh konsentrasi PVA terhadap air terserap komposit hidrogel disajikan pada Gambar 6.

Gambar 6. Pengaruh konsentrasi PVA terhadap air terserap hidrogel komposit PVA-HAp hasil iradiasi gamma hingga 20 kGy

Terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi PVA hingga 20 % dan dosis iradiasi hingga 20 kGy, air terserap hidrogel komposit meningkat 70 % hingga ± 100 %. Iradiasi pada umumnya menyebabkan ikatan silang polimer/monomer meningkat. Namun demikian, dalam penelitian ini kondisinya terbalik. Hal ini disebabkan dominasi konsentrasi PVA yang bersifat hidrofilik lebih besar dibandingkan pengaruh dosis iradiasi sehingga menyebabkan peningkatan daya serap air dari hidrogel komposit. Penyebab lainnya perlu diteliti lebih lanjut.

3.6 Degradasi

Degradasi dari hidrogel komposit perlu diuji karena menyangkut kestabilan komposit dalam penggunaan biomedis. Pengaruh konsentrasi PVA terhadap persentase degradasi hidrogel komposit PVA-HAp yang diukur selang waktu 30 hari disajikan pada Gambar 7. Terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi PVA dari 10 % hingga 20 % persentase degradasi hidrogel komposit meningkat dari ± 14 % menjadi ± 24 %. Hal ini mengindikasikan bahwa hidrogel komposit PVA-HAp relatif mudah terdegradasi. Kemungkinan terjadinya

degradasi ini adalah akibat lepasnya HAp yang sebagian secara sempurna terikat/terjebak dalam matrik hidrogel PVA dengan meningkatnya dosis iradiasi hingga 20 kGy. Hal ini tidak menyebabkan efek samping yang berarti karena HAp dapat memberikan efek positif pada tubuh yang ikut serta dalam aliran darah yang mengandung ion Ca^{2+} .

Gambar 7. Pengaruh konsentrasi PVA terhadap persen degradasi hidrogel komposit dalam larutan buffer fosfat selama 30 hari

3.7 Spektra FTIR

Spektra Fourier transform infra merah (FTIR) komposit PVA-HAp, HAp dan PVA disajikan pada Gambar 8. Spektrum HAp yang spesifik (Gambar 8a) menunjukkan pita absorpsi gugus PO_4^{3-} yang tampak berturut-turut pada bilangan gelombang 467, 568, 603, 961 dan 1032 cm^{-1} . Pita absorpsi yang melebar pada bilangan gelombang 3446 cm^{-1} dan 1638 cm^{-1} berasal dari sumbu air yang terserap dan

puncak gelombang yang tajam pada 3568 cm^{-1} berasal dari ion OH^- . Hasil pengujian FTIR HAp pada penelitian ini mirip dengan yang dihasilkan oleh beberapa peneliti lainnya[19]. Sedangkan spektrum FTIR dari PVA diwakili dengan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3300 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk ikatan hidrogen. Gugus fungsi C-O dan C-C dari PVA timbul pada panjang gelombang 1650 dan 1560 cm^{-1} . Jika spektrum FTIR komposit PVA-HAp dibandingkan dengan spektrum komponen-komponen pembentuknya seperti PVA dan HAp, terlihat bahwa semua gugus masing-masing pembentuknya timbul dalam spektrumnya. Hal ini mengindikasikan bahwa terjadi interaksi antara PVA dengan HAp yang disebabkan terjadinya ikatan hidrogen antara PVA dengan HAp.

Gambar 8. Spektrum FTIR (a). PVA, (b) n-HAp dan (c). komposit PVA-nHAp hasil iradiasi 20 kGy

3.8 SEM dari komposit PVA-HAp

Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dimaksudkan untuk menguji porositas atau struktur mikroskopik yang timbul pada komposit PVA-HAp. Dengan menggunakan analisis SEM dapat diamati ukuran pori komposit.

(a)

(b)

(c)

Gambar 9. Fotomikrograph SEM komposit PVA-HAp (20%,20%) hasil iradiasi 20 kGy dengan perbesaran (a). 500x, (b) 1000x dan (c). 3000x

Hasil pengamatan SEM pada komposit PVA-HAp dengan perbesaran 500–3000 kali disajikan pada Gambar 9. Dari hasil foto SEM

untuk seluruh perbesaran terlihat bahwa permukaan komposit terdiri dari serat padat berwarna putih disertai pori yang tidak teratur. Serat padat warna putih ini terjadi karena campuran PVA-HAp hasil *mixer* dan pori yang disebabkan penguapan air dari campuran padat pada proses *freeze dryer*.

IV. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa komposit PVA-HAp dapat disintesis dengan teknik iradiasi gamma. Meningkatnya konsentrasi nHAp dari 10 hingga 20% disertai dengan meningkatnya dosis iradiasi hingga 20 kGy menyebabkan tegangan putus dan perpanjangan putus komposit meningkat. Komposit bersifat relatif mudah terdegradasi pada perendaman dalam PBS. Hidrogel biokomposit pada pengujian SEM mengandung serat dan berpori dengan ukuran heterogen. Hidrogel biokomposit PVA-nano-HAp dapat dipertimbangkan sebagai biomaterial.

V. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Bpk. Bonang dan Bpk. Nurazin yang telah membantu proses

iradiasi gamma pada sampel hingga penelitian ini selesai.

DAFTAR PUSTAKA

1. Wang, Min. "Developing Bioactive Composite Materials for Tissue Replacement." *Biomaterials* 24 (13)2133–51(2003).
2. Williams, David F. "On the Nature of Biomaterials." *Biomaterials* 30 (30). Elsevier Ltd: 5897–5909 (2009).
3. Vallet-Regí, María.. "Evolution of Bioceramicswithin the Field of Biomaterials." *ComptesRendusChimie* 13 (1–2) 174–85 (2010).
4. Dmitri A. Ossipov, Karin Brannvall, Karin Forsberg-Nilsson, Jons Hilborn.. "Formation of the First Injectable Poly(vinyl Alcohol) Hydrogel by Mixing of Functional PVA Precursors." *Journal of Applied Polymer Science* 106 60–70 (2007).
5. Liu, Yurong, Luke M. Geever, James E. Kennedy, Clement L. Higginbotham, Paul A. Cahill, and Garrett B. McGuinness. "Thermal Behavior and Mechanical Properties of Physically Crosslinked PVA/Gelatin Hydrogels." *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 3 (2) Elsevier Ltd 203–9 (2010).
6. Leone, Gemma, Marco Consumi, Giuseppe Greco, Claudia Bonechi, Stefania Lamponi, Claudio Rossi, and Agnese Magnani. "A PVA/PVP Hydrogel for Human Lens Substitution: Synthesis, Rheological Characterization, and in Vitro Biocompatibility." *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 97 B(2) 278–88 (2011).
7. A.Rogojanu, E.Rusu, N.Olaru, M.Dobromir, D.O Dorohoi."Development and Characterization of Poly (Vinyl Alcohol) Matrix for Drug Release." *Most* 6 (2) 809–18 (2011).
8. An, Qiaozhi, Catherine Beh, and Huining Xiao. "Preparation and Characterization of Thermo-Sensitive Poly(vinyl Alcohol)-Based Hydrogel as Drug Carrier." *Journal of Applied Polymer Science* 131 (1) 1–9 (2014).
9. Dian Pribadi Perkasa, Erizal, Basril Abbas. "Polymeric Biomaterials Film Based on Poly (Vinyl Alcohol) and Fish Scale

- Collagen by Repetitive Freeze-Thaw Cycles Followed by Gamma Irradiation” 13 (3) 221–28 (2013).
10. Holloway, Julianne L., Anthony M. Lowman, and Giuseppe R. Palmese. “Mechanical Evaluation of Poly(vinyl Alcohol)-Based Fibrous Composites as Biomaterials for Meniscal Tissue Replacement.” *Acta Biomaterialia* 6 (12) 4716–24 (2010).
 11. Balgová, Zuzana, Martin Palou, Jaromír Wasserbauer, and Jana Kozánková. “Synthesis of Poly(vinyl Alcohol) — Hydroxyapatite Composites and Characterization of Their Bioactivity.” *Central European Journal of Chemistry* 11 (9) 1403–11 (2013).
 12. Baker, Maribel I., Steven P. Walsh, Zvi Schwartz, and Barbara D. Boyan. “A Review of Polyvinyl Alcohol and Its Uses in Cartilage and Orthopedic Applications.” *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 100 B (5) 1451–57 (2012).
 13. Prakasam, Mythili, Janis Locs, Kristine Salma-Ancane, DagnijaLoca, Alain Largeteau, and Liga Berzina-Cimdina. “Fabrication, Properties and Applications of Dense Hydroxyapatite: A Review.” *Journal of Functional Biomaterials* 6 (4) 1099–1140 (2015).
 14. Chu, Kuo Tien, Shih Fu Ou, Shyuan Yow Chen, Shi Yung Chiou, Hsin Hua Chou, and Keng Liang Ou. “Research of Phase Transformation Induced Biodegradable Properties on Hydroxyapatite and Tricalcium Phosphate Based Bioceramic.” *Ceramics International* 39 (2). Elsevier: 1455–62.
 15. Xu, Hui, Yong Chen, and Si Fan Zhang. “Synthesis and Characterization of Microporous Hydroxyapatite via Hydrothermal Method.” *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic and Nano-Metal Chemistry* 41 (1) 31–35 (2011).
 16. Fikai, Anton, Madalina Georgiana Albu, Maria Sonmez, Denisa Fikai, and Ecaterina Andronescu. “Synthesis of Collagen / Hydroxyapatite Composite Materials with Oriented Induced by the Interaction of the Flowing Mineralised Collagen Gel with the Support” 3 (3) 107–10 (2014).
 17. Sionkowska, Alina, and Beata Kaczmarek. “Preparation and

- Characterization of Composites Based on the Blends of Collagen, Chitosan and Hyaluronic Acid with Nano-Hydroxyapatite.” *International Journal of Biological Macromolecules* 102 658–66. (2017).
18. Erizal, Basril Abbas, Darmawan, Yessy Warastuti, Dian Pribadi P. n.d. Proses ekstraksi Bio nano hidroksiapatit sisik ikan kakap dengan teknik mild process. S.00201404684.
19. Chandrasekar, Arunseshan, Suresh Sagadevan, and ArivuoliDakshnamoorthy. “Synthesis and Characterization of Nano-Hydroxyapatite (N-HAP) Using the Wet Chemical Technique.” *International Journal of Physical Sciences* 8 (32) 1639–45 (2013).