OPTIMASI HIDROKSIAPATIT BERBASIS CANGKANG KERANG HIJAU DENGAN KOMBINASI VARIASI KECEPATAN DAN SUHU PENGADUKAN UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL MENGGUNAKAN RESPONSE SURFACE METHODOLOGY (RSM)

M. Irfan Hernawan
S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: m.irfan.20055@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i
Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Peningkatan kasus fraktur dan kebutuhan implan tulang mendorong pengembangan hidroksiapatit (HAp) sebagai biomaterial yang bioaktif dan biokompatibel. Ketergantungan Indonesia terhadap HAp impor mendorong pemanfaatan sumber daya lokal, salah satunya cangkang kerang hijau (*Perna viridis*) yang kaya kalsium karbonat ($CaCO_3$) sebagai sumber kalsium. Penelitian ini bertujuan menganalisis pengaruh suhu dan kecepatan pengadukan terhadap karakteristik HAp serta menentukan kondisi optimum sintesis menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM). Penelitian menggunakan desain *RSM-Optimal Custom Design* (RSM-OCD) dengan variasi suhu 90–120°C dan kecepatan pengadukan 150–600 rpm. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan fasa, kemurnian, kristalinitas, dan diameter kristal, sedangkan analisis statistik dilakukan dengan ANOVA menggunakan *Design Expert* 11. Hasil menunjukkan kristalinitas 81,81–92,89%, diameter kristal 28,94–52,45 nm, dan kemurnian 78,06–88,62%. Kondisi optimum diperoleh pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm dengan desirability 0,997, menghasilkan prediksi kristalinitas 92,94%, diameter kristal 28,97 nm, dan kemurnian 88,72%. Hasil ini menunjukkan cangkang kerang hijau berpotensi sebagai bahan baku HAp untuk biomaterial.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Cangkang Kerang Hijau, Response Surface Methodology

Abstract

The increasing incidence of fractures and the growing demand for bone implants have encouraged the development of hydroxyapatite (HAp) as a bioactive and biocompatible biomaterial. Indonesia's reliance on imported HAp has encouraged the utilization of local resources, including green mussel shells (Perna viridis), which are rich in calcium carbonate ($CaCO_3$) and can serve as a calcium source. This study aimed to analyze the effects of temperature and stirring speed on the characteristics of HAp and to determine the optimum synthesis conditions using Response Surface Methodology (RSM). The study employed a Response Surface Methodology-Optimal Custom Design (RSM-OCD) with temperature variations of 90–120°C and stirring speeds of 150–600 rpm. X-Ray Diffraction (XRD) was used to determine the phase, purity, crystallinity, and crystal size, while statistical analysis was performed using ANOVA in Design-Expert 11. The results showed crystallinity values of 81.81–92.89%, crystal sizes of 28.94–52.45 nm, and purity levels of 78.06–88.62%. The optimum conditions were obtained at a temperature of 120°C and a stirring speed of 600 rpm, with a desirability value of 0.997, yielding predicted crystallinity, crystal size, and purity values of 92.94%, 28.97 nm, and 88.72%, respectively. These results demonstrate the potential of green mussel shells as a raw material for HAp production for biomaterial applications.

Keywords: *Hydroxyapatite, Green Mussel Shell, Response Surface Methodology (RSM)*

PENDAHULUAN

Peningkatan Peningkatan mobilitas masyarakat meningkatkan risiko kecelakaan dan fraktur. Pada 2023, kecelakaan lalu lintas di Indonesia mencapai lebih dari 152.000 kasus (RRI, 2024), sehingga kebutuhan implan dan regenerasi tulang turut meningkat. Salah satu biomaterial yang berpotensi digunakan adalah hidroksiapatit (HAp) $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$, yang memiliki struktur menyerupai mineral tulang serta sifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif (Afifah & Cahyaningrum, 2020).

Pengembangan HAp di Indonesia masih bergantung pada produk impor, sehingga diperlukan alternatif bahan baku lokal. Salah satunya adalah limbah cangkang kerang yang melimpah sebagai sumber kalsium. Pemanfaatannya dalam sintesis HAp dapat meningkatkan nilai guna limbah sekaligus mengurangi dampak lingkungan akibat penumpukannya..

Cangkang kerang memiliki kandungan kalsium karbonat yang tinggi. Penelitian (Liemawan, 2015) menunjukkan bahwa Cangkang kerang hijau (*Perna viridis*) mengandung $CaCO_3$ sebesar 95,69% dan unsur Ca sebesar 99,5% (Siriprom, 2008), sehingga berpotensi menjadi sumber kalsium dalam sintesis HAp. Selain itu, pemanfaatan limbah cangkang kerang hijau yang melimpah di wilayah pesisir dapat meningkatkan nilai guna sumber daya laut yang belum optimal.

Dalam sintesis HAp, cangkang kerang hijau dikalsinasi untuk mengubah kalsium karbonat ($CaCO_3$) menjadi kalsium oksida (CaO) melalui pelepasan karbon dioksida (CO_2) akibat pemanasan (Suwannasingha, 2022). Reaksi kalsinasi bersifat endotermik dan membutuhkan energi panas untuk menguraikan $CaCO_3$ menjadi CaO dan CO_2. Suhu kalsinasi memengaruhi karakteristik CaO yang dihasilkan. Selanjutnya, CaO direaksikan dengan air membentuk $Ca(OH)_2$ yang menghasilkan ion Ca^{2+} sebagai prekursor kalsium dalam sintesis HAp.

Sintesis HAp dapat dilakukan melalui metode kering dan basah, salah satunya presipitasi. Metode ini banyak digunakan karena sederhana, ekonomis, dan memungkinkan pengendalian komposisi serta ukuran partikel. Presipitasi dilakukan dengan mereaksikan prekursor kalsium, seperti $Ca(OH)_2$, dan fosfat (H_3PO_4) untuk menghasilkan HAp dengan H_2O sebagai produk samping (Yusuf, 2024). Pembentukan fase HAp dipengaruhi oleh pH, laju penambahan prekursor, suhu, laju reaksi, dan waktu *ageing* (Mubarak & Fajril, 2016). Pengaturan parameter tersebut diperlukan untuk mengoptimalkan pembentukan HAp dan meminimalkan fase kalsium fosfat lainnya.

Selain komposisi bahan, kondisi operasi selama proses sintesis juga berpengaruh terhadap karakteristik HAp. Suhu dapat memengaruhi energi kinetik partikel, laju pergerakan ion, dan kinetika reaksi. Peningkatan suhu dapat meningkatkan frekuensi tumbukan antarpartikel sehingga mempercepat proses reaksi presipitasi (Mubarak & Fajril, 2016). Kecepatan pengadukan turut memengaruhi homogenitas campuran serta proses perpindahan massa selama berlangsungnya reaksi. Perubahan suhu dan kecepatan pengadukan dapat memengaruhi proses nukleasi dan pertumbuhan kristal sehingga menghasilkan perbedaan ukuran, bentuk, distribusi, dan tingkat aglomerasi partikel HAp (Haryani & Alamsyah, 2025). Dengan demikian, kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan perlu dikaji untuk memperoleh kondisi sintesis yang menghasilkan karakteristik HAp sesuai kebutuhan aplikasi biomaterial.

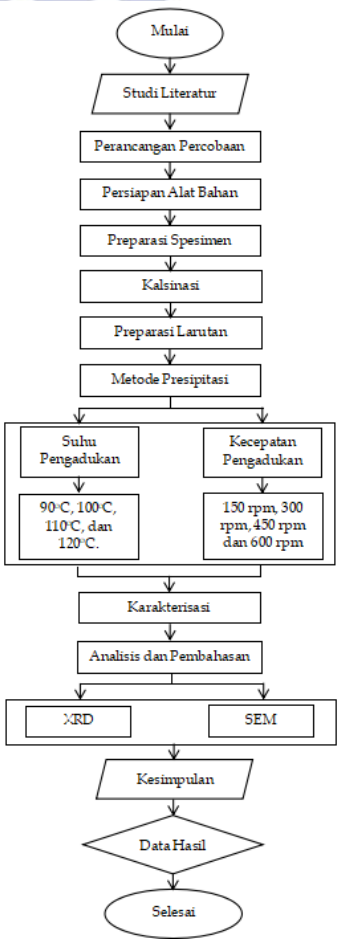
Karakterisasi HAp dilakukan untuk mengevaluasi keberhasilan sintesis. *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fase kristalin, menilai kemurnian fase dan kristalinitas, serta memperkirakan ukuran kristalit. Identifikasi fase dilakukan dengan membandingkan pola difraksi terhadap standar, sedangkan ukuran kristalit dihitung menggunakan persamaan Scherrer berdasarkan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM). (Kolly, 2023). Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) bertujuan mengamati morfologi, distribusi, ukuran partikel, dan aglomerasi HAp. Karakteristik tersebut dipengaruhi oleh parameter sintesis, seperti suhu, waktu reaksi, pH, konsentrasi reaktan, dan kondisi pengadukan.

Untuk menentukan kombinasi kondisi sintesis yang menghasilkan karakteristik HAp secara optimal, diperlukan metode optimasi yang mampu menganalisis hubungan antara variabel proses dan respon yang dihasilkan. *Response Surface Methodology* (RSM) merupakan pendekatan statistik dan matematis yang dapat digunakan untuk mengevaluasi pengaruh variabel bebas terhadap respon serta menentukan kondisi proses yang optimal (Jannah, 2021). RSM juga memungkinkan hubungan antara variabel dan respon divisualisasikan melalui *contour plot* dan 3D *surface plot*. Salah satu rancangan yang dapat digunakan adalah *Optimal Custom Design*, yang memungkinkan penentuan titik eksperimen berdasarkan batas variabel yang telah ditetapkan dengan jumlah percobaan yang lebih efisien. Analisis hasil eksperimen selanjutnya dapat dilakukan menggunakan *ANOVA* pada *Design-Expert* 11 untuk mengetahui signifikansi model dan pengaruh variabel terhadap respon.

METODE

Penelitian ini menggunakan metode eksperimental untuk menentukan kondisi optimum sintesis hidroksiapatit (HAp) berbasis cangkang kerang hijau (*Perna viridis*) dengan metode presipitasi. Variabel bebas yang digunakan adalah suhu reaksi sebesar 90, 100, 110, dan 120°C serta kecepatan pengadukan sebesar 150, 300, 450, dan 600 rpm. Penelitian menggunakan desain *Response Surface Methodology-Optimal Custom Design* (RSM-OCD) dengan 13 running percobaan. Variabel respon yang diamati meliputi kristalinitas, diameter kristalit, kemurnian dan morfologi HAp.

Alur Penelitian



Gambar 1. Diagram Alur Penelitian

Prosedur Penelitian

A. Tahap Persiapan dan Sintesis
   1. Tahap persiapan bahan baku yaitu cangkang kerang hijau yang telah dibersihkan dan dikeringkan.

2. Tahap penggilingan cangkang kerang hijau hingga diperoleh serbuk yang halus.
3. Tahap pengayakan menggunakan ukuran 100 mesh untuk memperoleh serbuk cangkang dengan ukuran yang seragam.
4. Tahap kalsinasi dilakukan menggunakan furnace pada suhu 1000°C selama 6 jam untuk menghasilkan kalsium oksida (CaO).
5. Tahap pembuatan larutan kalsium hidroksida $Ca(OH)_2$ dengan melarutkan CaO menggunakan akuades.
6. Tahap pembuatan larutan asam fosfat (H_3PO_4) dengan mengencerkan H_3PO_4 menggunakan akuades.
7. Tahap sintesis hidroksiapatit (HAp) dilakukan dengan mencampurkan larutan $Ca(OH)_2$ dan H_3PO_4 menggunakan magnetic stirrer dengan variasi suhu reaksi 90, 100, 110, dan 120°C serta kecepatan pengadukan 150, 300, 450, dan 600 rpm selama 60 menit pada pH 11.
8. Tahap *ageing* dilakukan terhadap hasil sintesis selama 24 jam pada suhu ruang.
9. Tahap penyaringan dan pengeringan dilakukan untuk memisahkan endapan dan menghasilkan serbuk hidroksiapatit. Pengeringan dilakukan pada suhu 120°C selama 5 jam dan diulangi hingga diperoleh berat konstan.

B. Tahap Pengujian

Pada tahap ini dilakukan pengujian terhadap hidroksiapatit yang telah diperoleh dari proses sintesis. Pengujian dilakukan untuk mengetahui karakteristik hidroksiapatit berdasarkan parameter yang telah ditentukan, yaitu:

1. Pengujian fasa hidroksiapatit menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Pengujian kristalinitas hidroksiapatit menggunakan XRD.
3. Pengujian diameter kristalit hidroksiapatit menggunakan data XRD.
4. Pengujian kemurnian hidroksiapatit menggunakan Match!
5. Pengujian morfologi permukaan hidroksiapatit menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pengujian

1. Hasil Pengujian XRD

Karakterisasi hidroksiapatit (HAp) berbasis cangkang kerang hijau (*Perna viridis*) dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui karakteristik kristal material yang dihasilkan. Berdasarkan hasil pengujian XRD pada seluruh sampel, terlihat beberapa puncak difraksi yang menunjukkan terbentuknya fase hidroksiapatit. Puncak difraksi utama pada sebagian besar sampel berada di sekitar daerah 2θ 31–33°, yang menunjukkan adanya fase kristalin hidroksiapatit.

Hasil pengujian XRD selanjutnya digunakan untuk menentukan nilai kristalinitas, diameter kristalit, dan kemurnian hidroksiapatit. Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh, seluruh sampel menunjukkan adanya fase kristalin dengan karakteristik yang berbeda pada setiap variasi suhu dan kecepatan pengadukan. Karakteristik hidroksiapatit hasil sintesis specimen cangkang kerang hijau termuat dalam Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Karakteristik Hidroksiapatit Hasil Sintesis Spesimen Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis*)

No	A (^{0}C)	B (rpm)	C (%)	D (nm)	E (%)
I	90	450	83.27	49.80	78.06
II	120	150	87.30	36.36	84.88
III	90	600	84.67	52.45	78.29
IV	100	300	83.10	50.11	80.53
V	110	450	85.61	45.20	82.00
VI	120	600	92.89	28.94	88.62
VII	110	450	85.69	45.10	82.42
VIII	110	150	82.12	46.00	79.45
IX	110	300	83.10	46.02	80.03
X	120	300	88.11	33.80	85.61
XI	110	450	86.10	45.00	82.62
XII	90	300	82.19	47.50	79.25
XIII	100	150	81.81	49.20	78.94

Keterangan:
A : Suhu Pengadukan (^{0}C)
B : Kecepatan Pengadukan (rpm)
C : Kristalinitas (%)
D : Diameter (nm)
E : Kemurnian (%)

a) Kristalinitas

Kristalinitas digunakan untuk mengetahui tingkat keteraturan struktur kristal hidroksiapatit. Nilai kristalinitas diperoleh berdasarkan perbandingan luas puncak kristalin terhadap luas keseluruhan difraktogram (Mikrianto, 2025).

Berdasarkan hasil perhitungan, nilai kristalinitas hidroksiapatit berada pada rentang 81,81–92,89%. Nilai kristalinitas tertinggi diperoleh pada Sampel VI dengan suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 92,89%, sedangkan nilai terendah diperoleh pada Sampel XIII dengan suhu 100°C dan kecepatan pengadukan 150 rpm sebesar 81,81%.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa seluruh sampel memiliki fase kristalin yang dominan. Perbedaan nilai kristalinitas menunjukkan bahwa kondisi suhu dan kecepatan pengadukan memberikan pengaruh terhadap pembentukan dan keteraturan kristal hidroksiapatit.

b) Diameter

Diameter kristalit hidroksiapatit ditentukan berdasarkan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak

difraksi menggunakan persamaan *Scherrer*. Nilai diameter kristalit yang dari 13 sampel berada pada rentang 28,94–52,45 nm.

Diameter kristalit terkecil diperoleh pada Sampel VI dengan suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 28,94 nm, sedangkan diameter kristalit terbesar diperoleh pada Sampel III dengan suhu 90°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 52,45 nm.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa seluruh sampel memiliki ukuran kristalit pada skala nanometer. Perbedaan diameter kristalit berkaitan dengan nilai FWHM pada pola difraksi. Puncak difraksi yang semakin lebar menunjukkan nilai FWHM yang semakin besar sehingga menghasilkan ukuran kristalit yang lebih kecil. Sebaliknya, puncak yang lebih tajam dengan FWHM lebih kecil menunjukkan ukuran kristalit yang lebih besar (Amalia, 2025).

c) Kemurnian

Kemurnian hidroksiapatit ditentukan menggunakan perangkat lunak *Match*! dengan mencocokkan pola difraksi sampel terhadap database standar hidroksiapatit. Tingkat kemurnian ditentukan berdasarkan nilai *Figure of Merit* (FoM) (Sumadi, 2023).

Berdasarkan hasil analisis, seluruh sampel menunjukkan hidroksiapatit sebagai fase dominan. Nilai kemurnian yang diperoleh berada pada rentang 78,06–88,62%. Nilai kemurnian tertinggi diperoleh pada Sampel VI dengan suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 88,62%, sedangkan nilai terendah diperoleh pada Sampel I dengan suhu 90°C dan kecepatan pengadukan 450 rpm sebesar 78,06%.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa proses sintesis menggunakan cangkang kerang hijau sebagai sumber kalsium telah menghasilkan fase hidroksiapatit sebagai fase dominan pada seluruh sampel.

2. Hasil Pengujian SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan material hasil sintesis. Berdasarkan hasil pengamatan pada perbesaran 5000×, seluruh sampel menunjukkan morfologi berupa partikel granular hingga sub-spherical yang saling berikatan dan membentuk aglomerat. Selain itu, terdapat pori yang terbentuk di antara partikel maupun antaraglomerat.

Perbedaan morfologi terlihat pada ukuran aglomerat, pemerataan partikel, kepadatan permukaan, dan porositas. Sampel VI dengan suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm menunjukkan partikel yang lebih halus dan merata, aglomerasi yang relatif rendah, serta pori antarpartikel yang lebih kecil.

Secara keseluruhan, peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan cenderung menghasilkan distribusi partikel yang lebih merata dan aglomerat yang lebih seragam. Sebaliknya, pada suhu dan kecepatan pengadukan yang lebih rendah, aglomerat cenderung berukuran lebih besar dan permukaan material terlihat lebih kasar. Deskripsi morfologi ditampilkan Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Morfologi Hidroksiapatit Hasil Sintesis Spesimen Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis*)

Sampel	Morfologi
I	Aglomerat besar, permukaan kasar, dan berpori
II	Partikel merata, aglomerat kecil–sedang, dan berpori
III	Partikel granular, aglomerat sedang, dan berpori
IV	Partikel granular, aglomerat, dan rongga antarpartikel
V	Partikel granular, aglomerat kecil–sedang, dan berpori
VI	Partikel halus, merata, aglomerasi rendah, dan pori kecil
VII	Partikel granular, aglomerat bervariasi, dan berpori
VIII	Aglomerat besar tidak beraturan dan berpori
IX	Struktur cukup padat, beraglomerasi, dan berpori
X	Partikel cukup merata, aglomerat kecil–sedang, dan berpori
XI	Partikel halus, aglomerat kecil, dan berpori
XII	Aglomerat besar, partikel kecil, dan berpori
XIII	Aglomerat bervariasi, permukaan kasar, dan berpori

B. Pembahasan

1. Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan terhadap Kristalinitas

Berdasarkan hasil penelitian, peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan cenderung meningkatkan nilai kristalinitas hidroksiapatit. Nilai tertinggi diperoleh pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 92,89%.

Peningkatan suhu menyebabkan energi kinetik ion kalsium dan fosfat meningkat sehingga proses difusi, nukleasi, dan pertumbuhan kristal berlangsung lebih baik. Kondisi tersebut memungkinkan ion-ion penyusun hidroksiapatit tersusun lebih teratur pada kisi kristal sehingga meningkatkan nilai kristalinitas (Yusuf, 2024).

Kecepatan pengadukan juga berperan dalam meningkatkan homogenitas pencampuran reaktan. Pengadukan yang lebih tinggi membantu distribusi ion kalsium dan fosfat menjadi lebih merata sehingga kontak antarreaktan menjadi lebih efektif. Kombinasi suhu tinggi dan kecepatan pengadukan tinggi

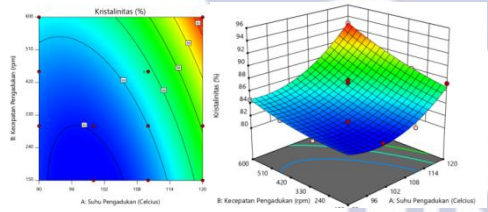
menghasilkan kondisi yang mendukung pembentukan struktur kristal yang lebih teratur (Haryani & Alamsyah, 2025). Hasil analisis ANOVA terhadap kristalinitas hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji ANOVA Kristalinitas

Source	*Sum of Squares*	*df*	*F-value*	*p-value*	*Result*
Model	112.64	5	48.47	< 0.0001	*significant*
A	62.47	1	134.40	< 0.0001	*significant*
B	22.14	1	47.64	0.0002	*significant*
AB	2.64	1	5.69	0.0485	*significant*
A^2	13.37	1	28.76	0.0010	*significant*
B^2	0.9328	1	2.01	0.1995	*significant*
Residual	3.25	7			
Lack of Fit	3.12	5	9.02	0.1028	*not significant*
Pure Error	0.1382	2	48.47	< 0.0001	
Cor Total	115.89	12			

Keterangan:
A : Suhu Pengadukan
B : Kecepatan Pengadukan

Hasil ANOVA menunjukkan bahwa model *quadratic signifikan* (*p-value* < 0,0001). Suhu berpengaruh paling dominan terhadap kristalinitas dengan p-*value*<0,0001 dan F-*value* 134,40, sedangkan kecepatan pengadukan berpengaruh signifikan (p-value 0,0002). Interaksi suhu dan kecepatan pengadukan juga signifikan (p-*value* 0,0485), menunjukkan bahwa kedua faktor berpengaruh terhadap kristalinitas hidroksiapatit. Grafik kontur dan 3D *surface* kristalinitas hidroksiapatit ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik Kontur dan 3D Surface Kristalinitas Hidroksiapatit

Berdasarkan grafik kontur dan *3D surface* pada Gambar 2, peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan menunjukkan kecenderungan peningkatan kristalinitas HAp. Daerah dengan nilai kristalinitas rendah ditunjukkan oleh warna biru, sedangkan nilai yang lebih tinggi ditunjukkan oleh warna kuning hingga merah. Nilai kristalinitas tertinggi berada pada wilayah kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan yang lebih tinggi, sesuai dengan hasil eksperimen bahwa kondisi 120°C dan 600 rpm menghasilkan kristalinitas sebesar 92,89%.

2. Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan terhadap Diameter Kristalit

Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan suhu cenderung menurunkan diameter kristalit hidroksiapatit. Diameter terkecil diperoleh pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 28,94 nm.

Suhu yang lebih tinggi meningkatkan energi kinetik sistem sehingga proses nukleasi dapat berlangsung lebih cepat dan menghasilkan jumlah inti kristal yang lebih banyak. Kondisi tersebut menyebabkan pertumbuhan kristal menjadi lebih terbagi sehingga ukuran kristalit yang terbentuk cenderung lebih kecil (Kinanti, 2026).

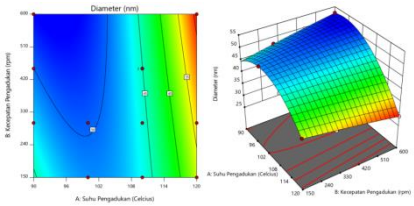
Kecepatan pengadukan juga membantu meningkatkan homogenitas larutan dan distribusi ion kalsium serta fosfat. Pengadukan yang lebih tinggi dapat meningkatkan kontak antarreaktan dan mengurangi kemungkinan terjadinya pertumbuhan kristal secara berlebihan (Khairunisa, 2019). Analisis ANOVA terhadap diameter hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Uji ANOVA Diameter

Source	*Sum of Squares*	*df*	*F-value*	*p-value*	*Result*
Model	581.35	5	2490.97	< 0.0001	*significant*
A	395.38	1	8470.72	< 0.0001	*significant*
B	0.1294	1	2.77	0.1398	*significant*
AB	41.68	1	892.95	< 0.0001	*significant*
A^2	137.04	1	2935.98	< 0.0001	*significant*
B^2	0.1107	1	2.37	0.1674	*significant*
Residual	0.3267	7			
Lack of Fit	0.3067	5	6.13	0.1461	*not significant*
Pure Error	0.0200	2			
Cor Total	581.68	12			

Keterangan:
A : Suhu Pengadukan
B : Kecepatan Pengadukan

Analisis ANOVA menunjukkan bahwa model *quadratic* yang diperoleh signifikan dengan *p-value*<0,0001. Suhu menjadi variabel yang memberikan pengaruh terbesar terhadap diameter kristal, ditunjukkan oleh *F-value* 8.470,72 dan *p-value*<0,0001. Kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap respon dengan *p-value* 0,01398. Selain pengaruh masing-masing faktor, interaksi suhu dan kecepatan pengadukan menunjukkan pengaruh signifikan (*p-value*<0,0001), demikian pula komponen kuadratik suhu (A^2) dengan *p-value* <0,0001. Nilai *Lack of Fit* sebesar 0,1461 dengan *F-value* 6,13 menunjukkan hasil yang tidak signifikan, sehingga model *quadratic* dinilai memadai dalam menggambarkan hubungan suhu dan kecepatan pengadukan terhadap diameter kristal HAp. Grafik kontur dan 3D *surface* kristalinitas hidroksiapatit ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Grafik Kontur dan 3D *Surface* Diameter Hidroksiapatit

Berdasarkan grafik kontur dan 3D *surface* pada Gambar 3, diameter kristal hidroksiapatit cenderung menurun pada peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan. Diameter kristal yang lebih besar ditunjukkan oleh warna hijau hingga biru, sedangkan warna merah menunjukkan diameter yang lebih kecil. Nilai diameter terbesar terdapat pada wilayah dengan suhu dan kecepatan pengadukan rendah, sementara diameter terkecil berada pada kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan tinggi.

3. Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan terhadap Kemurnian

Kemurnian hidroksiapatit menunjukkan tingkat kesesuaian fase yang terbentuk dengan fase hidroksiapatit standar. Berdasarkan hasil analisis *Match*!, fase hidroksiapatit menjadi fase dominan pada seluruh sampel dengan nilai FoM antara 78,06–88,62%.

Peningkatan suhu cenderung meningkatkan kemurnian HAp karena peningkatan energi sistem mendukung berlangsungnya reaksi antara ion kalsium dan fosfat secara lebih sempurna (Kinanti, 2026). Kondisi tersebut dapat meningkatkan pembentukan fase hidroksiapatit dan mengurangi terbentuknya fase lain.

Kecepatan pengadukan juga berperan terhadap kemurnian karena proses pengadukan yang lebih tinggi menghasilkan pencampuran reaktan yang lebih homogen (Khairunisa, 2019). Distribusi reaktan yang merata dapat meningkatkan kemungkinan terbentuknya hidroksiapatit sebagai fase utama.

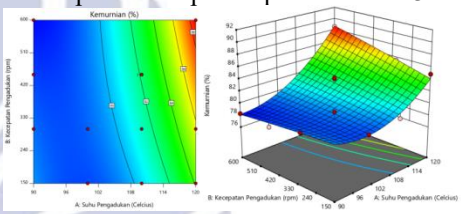
Kemurnian tertinggi diperoleh pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm sebesar 88,62%. Kondisi tersebut menunjukkan kombinasi suhu tinggi dan pengadukan tinggi menghasilkan pembentukan fase hidroksiapatit yang lebih dominan dibandingkan kondisi lainnya. Analisis ANOVA terhadap kemurnian hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil Uji ANOVA Kemurnian

Source	***Sum of Squares***	***df***	***F-value***	***p-value***	***Result***
Model	116.52	5	28.22	0.0002	*significant*
A	88.93	1	107.68	< 0.0001	*significant*
B	2.91	1	3.53	0.1024	*significant*
AB	6.69	1	8.11	0.0248	*significant*
A^2	13.26	1	16.06	0.0051	*significant*
B^2	0.0204	1	0.0247	0.8795	*significant*
Residual	5.78	7			
Lack of Fit	5.58	5	11.23	0.0838	*not significant*
Pure Error	0.1989	2			
Cor Total	122.31	12			

Keterangan:
A : Suhu Pengadukan
B : Kecepatan Pengadukan

Hasil ANOVA menunjukkan bahwa model *quadratic* signifikan dengan *p-value* 0,0002. Suhu dan kecepatan pengadukan berpengaruh signifikan terhadap kemurnian HAp, termasuk interaksi keduanya serta komponen *quadratic* suhu (A^2) dan kecepatan pengadukan (B^2) dengan *p-value*<0,05. Suhu menjadi faktor yang paling dominan dengan *F-value* 107,68, diikuti komponen *quadratic* suhu (A^2) sebesar 16,06. *Lack of Fit* tidak signifikan dengan *p-value* 0,0838 dan *F-value* 11,23, menunjukkan bahwa model sesuai untuk menjelaskan pengaruh suhu dan kecepatan pengadukan terhadap kemurnian hidroksiapatit. Grafik kontur dan *3D surface* kemurnian hidroksiapatit ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 4. Grafik Kontur dan 3D *Surface* Kemurnian Hidroksiapatit

Berdasarkan grafik kontur dan *3D surface* pada Gambar 4.74, kemurnian hidroksiapatit cenderung meningkat seiring dengan peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan. Nilai kemurnian yang lebih rendah ditunjukkan oleh warna biru hingga hijau, sedangkan warna kuning hingga merah menunjukkan nilai kemurnian yang lebih tinggi. Kemurnian terendah terdapat pada wilayah dengan suhu rendah dan kecepatan pengadukan tinggi, sementara nilai kemurnian tertinggi berada pada kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan yang lebih tinggi.

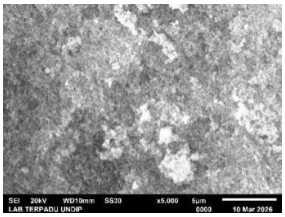
4. Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan terhadap Morfologi

Hasil SEM menunjukkan bahwa seluruh sampel memiliki morfologi granular hingga sub-spherical dengan adanya aglomerasi dan pori. Perbedaan kondisi sintesis menyebabkan perbedaan ukuran aglomerat dan distribusi partikel pada permukaan material.

Pada suhu yang lebih tinggi, partikel cenderung lebih merata dengan ukuran aglomerat yang lebih seragam. Peningkatan energi kinetik selama proses sintesis membantu proses difusi dan pencampuran sehingga pembentukan partikel berlangsung lebih merata (Yusuf, 2024).

Kecepatan pengadukan yang lebih tinggi juga meningkatkan homogenitas sistem. Reaktan

dapat terdistribusi lebih merata sehingga pembentukan aglomerat berukuran besar dapat dikurangi (Pu'ad, 2019). Kondisi tersebut terlihat pada Sampel VI yang disintesis pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm, dengan partikel lebih halus, distribusi lebih merata, aglomerasi relatif rendah, dan pori yang lebih kecil. Morfologi SEM Sampel VI ditampilkan dalam Gambar 5.



Gambar 5. Morfologi SEM Sampel VI

5. Kondisi Optimum Sintesis Hidroksiapatit

Optimasi dilakukan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) dengan fungsi *desirability* (Nurmiah, 2013). Kriteria optimasi yang digunakan adalah memaksimalkan kristalinitas dan kemurnian serta meminimalkan diameter kristalit. Kombinasi solusi optimum hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 6.

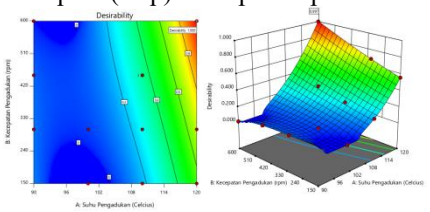
Tabel 6. Kombinasi solusi optimum hidroksiapatit (Hap)

A (^{0}C)	B (rpm)	C (%)	D (nm)	E (%)	F
120	600	92.94	28.97	88.72	0.997

Keterangan:
A : Suhu Pengadukan (^{0}C)
B : Kecepatan Pengadukan (rpm)
C : Kristalinitas (%)
D : Diameter (nm)
E : Kemurnian (%)
F : Desirability

Hasil optimasi menggunakan *Design Expert* 11 menunjukkan kondisi optimum pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm. Pada kondisi tersebut, nilai prediksi kristalinitas sebesar 92,94%, diameter kristalit sebesar 28,97 nm, dan kemurnian sebesar 88,72%, dengan nilai desirability sebesar 0,997.

Nilai *desirability* yang mendekati 1 menunjukkan bahwa kombinasi kondisi tersebut mampu memenuhi kriteria optimasi yang ditetapkan secara simultan. Kondisi tersebut menghasilkan kristalinitas yang tinggi, diameter kristalit yang relatif kecil, dan kemurnian yang tinggi. Grafik kontur dan *3D surface Desirability* hidroksiapatit (Hap) ditampilkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Grafik kontur dan *3D surface desirability* hidroksiapatit (Hap)

Berdasarkan grafik kontur dan *3D surface*, nilai *desirability* cenderung meningkat sejalan dengan peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan. Nilai *desirability* yang rendah ditunjukkan oleh warna biru hingga hijau, sedangkan warna kuning hingga oranye menunjukkan nilai yang lebih tinggi.

Daerah dengan nilai *desirability* tertinggi berada pada kombinasi suhu mendekati 120°C dan kecepatan pengadukan sekitar 500–600 rpm, sedangkan nilai terendah terdapat pada kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan yang rendah. Pola grafik menunjukkan peningkatan *desirability* menuju daerah optimum, yang sejalan dengan hasil optimasi *Design-Expert* 11 pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm. Kondisi tersebut menghasilkan nilai prediksi kristalinitas 92,94%, diameter kristal 28,97 nm, dan kemurnian 88,72% dengan nilai *desirability* sebesar 0,997.

6. Verifikasi Kondisi Optimum

Verifikasi model dilakukan dengan melihat nilai prediksi dan interval prediksi 95%. Verifikasi kondisi optimum ditampilkan pada Tabel 7.

Tabel 7. Verifikasi kondisi optimum hidroksiapatit

Type of Solution Response	*Std*	*95 % PI Low*	*Predicted*	*95 % PI High*
Kristalinitas	0.6818	90.70	92.94	95.19
Diameter	0.2160	28.26	28.97	29.68
Kemurnian	0.9088	85.73	88.72	91.71

Pada kondisi optimum, nilai prediksi kristalinitas sebesar 92,94% dengan interval prediksi 95% sebesar 90,70–95,18%. Diameter kristalit memiliki nilai prediksi sebesar 28,97 nm dengan interval prediksi 28,26–29,68 nm, sedangkan kemurnian memiliki nilai prediksi sebesar 88,72% dengan interval prediksi 85,73–91,71%.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa model mampu memberikan prediksi terhadap ketiga respon pada kondisi optimum. Dengan demikian, kondisi suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm merupakan kondisi yang direkomendasikan berdasarkan hasil optimasi RSM.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan mengenai pengaruh variasi suhu dan kecepatan pengadukan terhadap karakteristik hidroksiapatit (HAp) berbasis cangkang kerang hijau (*Perna viridis*) menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM), dapat disimpulkan bahwa:

1. Karakteristik hidroksiapatit terbaik diperoleh pada kombinasi suhu 120°C dan kecepatan pengadukan

600 rpm, dengan nilai kristalinitas sebesar 92,89%, diameter kristal sebesar 28,94 nm, dan kemurnian sebesar 88,62%. Kombinasi suhu dan kecepatan pengadukan memberikan pengaruh terhadap karakteristik HAp, dengan nilai kristalinitas sebesar 81,81–92,89%, diameter kristal sebesar 28,94–52,45 nm, dan kemurnian sebesar 78,06–88,62%.

2. Kondisi optimum sintesis hidroksiapatit berdasarkan metode *Response Surface Methodology* (RSM) diperoleh pada suhu 120°C dan kecepatan pengadukan 600 rpm dengan nilai *desirability* sebesar 0,997. Kondisi optimum tersebut menghasilkan prediksi kristalinitas sebesar 92,94%, diameter kristal sebesar 28,97 nm, dan kemurnian sebesar 88,72%.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Dr. Mochamad Arif Irfa'i, S.Pd., M.T. selaku dosen pembimbing atas bimbingan, serta dukungan yang telah diberikan selama pelaksanaan penelitian. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam proses pelaksanaan penelitian, pengumpulan data, dan penyelesaian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Afifah, F., & Cahyaningrum, S. (2020). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari tulang sapi (*Bos taurus*) menggunakan teknik kalsinasi synthesis and characterization of hydroxyapatite from cow bones (Bos Taurus) using calcination techniques. *UNESA Journal of Chemistry*, 9(3); 189-196. doi:https://doi.org/10.26740/ujc.v9n3.p189-196

Amalia, V. (2025). Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe Fe2Zr2O7. *Jurnal Natural Scientiae*, 5(1).

Haryani, N., & Alamsyah, W. (2025). Pengaruh variasi kecepatan pengadukan dan rasio minyak dengan larutan natrium hidroksida terhadap volume dan sifat fisikokimia produk pembersih lantai. *Applicable Innovation of Engineering and Science Research (AVoER), 17(1)*, 591-598.

Jannah, F. (2021). Optimasi Kadar Ozon Dalam Proses Disinfeksi Bakteri Coliform Pada Pengolahan Air Minum. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(2), 59-65.

Khairunisa, L. F. (2019). Kajian Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Rendemen dan Mutu Kristal Patchouli Alcoholdengan Metode Cooling Crystallization. *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem*, 7(1), 55-66. doi:https://doi.org/10.21776/ub.jkptb.2019.007.01.6

Kinanti, D. (2026). Studi Kinetika Kristalisasi Nikel Sulfat Heksahidrat Dari MHP Baterai NMC dengan Metode Evaporative Crystallization. *SINERGI*, 1(1), 407-412.

Kolly, F. (2023). Biokeramik Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Kerapu Batik (*Epinephelus polyphekadion*) Menggunakan Metode Kopresipitasi untuk Tulang Tiruan. *(Doctoral dissertation, Universitas Hasanuddin)*.

Liemawan, A. E. (2015). Pemanfaatan limbah kerang hijau (*Perna Viridis*) sebagai bahan campuran kadar optimum agregat halus pada beton mix design dengan metode substitusi. *(Doctoral dissertation, Sepuluh Nopember Institute of Technology)*, 2301-9271. doi:10.12962/j23373539.v4i1.8927

Mikrianto, E. (2025). Studi Pengaruh Suhu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Fe2Zr2O7. *urnal Natural Scientiae*, 5(1).

Mubarak, F., & Fajril, F. (2016). Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Menggunakan Metode Presipitasi dengan Pencampuran Langsung. *(Doctoral dissertation, Riau University)*.

Nurmiah, S. (2013). Aplikasi response surface methodology pada optimalisasi kondisi proses pengolahan alkali treated cottonii (ATC). *Jurnal Pascapanen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*, 8(1), 9-22.

Pu'ad, M. (2019). Syntheses of hydroxyapatite from natural sources. *Heliyon*, 5(5). doi:10.1016/j.heliyon.2019.e01588

Siriprom, W. (2008). Water Absorption and Phase Transition of Calcium Carbonate in the Sea Water Mussel (*Anadara Granosa*). *Advanced Materials Research*, 55-57; 329-332. doi:https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.55-57.329

Sumadi, R. (2023). Sintesis Dan Karakterisasi Membran Komposit Dari Hidroksiapatit Kerang Dara-Kitosan Sebagai Aplikasi Biokomposit. *(Doctoral dissertation, UNIVERSITAS JAMBI)*.

Suwannasingha, N. (2022). Effect of calcination temperature on structure and characteristics of calcium oxide powder derived from marine shell waste. *Journal of Saudi Chemical Society*, 26(2), 101441. doi:https://doi.org/10.1016/j.jscs.2022.101441

Yusuf, Y. (2024). Hidroksiapatit berbahan dasar biogenik. *UGM PRESS*.