

Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi terhadap Struktur Kristal dan Sifat Mekanik Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Mutiara

Susi Rahayu¹, Dian W. Kurniawidi¹, Siti Rubi'ah¹, Hurnah¹, Abdul Gani¹, Siti Alaa¹, Arif Budianto^{1*}

¹Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram, Indonesia.

Received: 13 November 2025

Revised: 14 Desember 2025

Accepted: 16 Desember 2025

Corresponding Author:

Susi Rahayu

abudianto@unram.ac.id

© 2025 Kappa Journal is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License



DOI:

<https://doi.org/10.29408/kpj.v9i3.33013>

Abstract: Hydroxyapatite (HAp) is widely known as a promising biomaterial because its chemical composition closely resembles that of human bone and teeth, making it suitable for biomedical uses such as bone tissue engineering and implant materials. This study explores how variations in calcination temperature (750–950 °C) affect the crystal structure and mechanical properties of HAp synthesized from *Pinctada maxima* shells—a calcium-rich biogenic waste. The crystal structure was analyzed using X-ray Diffraction (XRD), while mechanical properties were evaluated using a Tensilon testing machine. The XRD results showed a phase shift from the dominance of tricalcium phosphate (TCP) at low temperatures towards the dominant HAp phase at high calcination temperatures with improved crystallinity from 33.94% to 45.89%. The mechanical tests showed compressive strength values of 0.1981 to 0.3148 MPa and the elastic modulus of 14.941 to 26.721 MPa. The higher calcination temperature tends to increase the crystallinity, density, and compressive strength, but reduced elasticity due to a stiffer internal structure. These results indicate that changes in crystal structure have a direct effect on increasing the compressive strength and stiffness of the material. This study confirms the potential of *Pinctada maxima* shells as a sustainable calcium source for producing high-quality hydroxyapatite suitable for biomedical applications.

Keywords: Hydroxyapatite; *Pinctada maxima*; Compressive strength.

Pendahuluan

Biomaterial merupakan material yang mampu berinteraksi dengan jaringan biologis untuk tujuan memperbaiki, mengganti, atau memperkuat fungsi jaringan tubuh, baik secara permanen maupun sementara. Salah satu biomaterial yang paling banyak diteliti adalah hidroksiapatit (HAp, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), karena memiliki struktur kimia dan mineral yang sangat mirip dengan tulang dan gigi manusia (Wisesa et al., 2023). HAp banyak diaplikasikan dalam bidang kedokteran tulang karena biokompatibilitas yang baik, bioaktivitas, serta kemampuannya mendukung proses osteokonduksi dan osteoinduksi (Kurniawan et al., 2025). Struktur kristal HAp berbentuk heksagonal

dengan kandungan kalsium sebesar 39,9% dan fosfor sebesar 18%, serta rasio kalsium-fosfat (Ca/P) sebesar 1,67 yang sesuai dengan kebutuhan untuk aplikasi implan tulang (Purnaning et al., 2025). Walaupun demikian, salah satu kelemahan utama HAp adalah sifat mekaniknya yang rendah. Kekuatan tekan tulang trabekular manusia berkisar antara 2–15 MPa, sementara HAp sintesis hanya sekitar 2–7,1 MPa (Twinprai et al., 2024). Keterbatasan ini menjadi kendala dalam pengembangan HAp sebagai bahan implan tulang yang mampu menahan beban.

Produksi HAp dapat dilakukan melalui berbagai metode sintesis, salah satunya adalah metode presipitasi basah yang relatif sederhana dan ekonomis. Untuk memperoleh HAp dengan kualitas baik,

How to Cite:

Rahayu, S., Kurniawidi D. W., Rubi'ah, S., Hurnah, H., Gani, A., Alaa, S., & Budianto, A. (2025). Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi terhadap Struktur Kristal dan Sifat Mekanik Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Mutiara. *Kappa Journal*, 9(3), 352-359. <https://doi.org/10.29408/kpj.v9i3.33013>

diperlukan sumber kalsium yang memadai. Sumber kalsium dapat berasal dari tulang hewan maupun bahan biogenik seperti cangkang telur dan kerang-kerangan (bivalvia) (Irhamni et al., 2024). Salah satu sumber potensial adalah limbah cangkang kerang mutiara (*Pinctada maxima*), yang diketahui mengandung sekitar 98% kalsium karbonat (CaCO_3) (Budianto et al., 2025). Material ini berpotensi besar sebagai sumber kalsium untuk sintesis HAp, mengingat ketersediaannya yang melimpah serta nilai tambah dalam upaya pemanfaatan limbah biogenik. Namun, meskipun HAp memiliki biokompatibilitas tinggi, keterbatasan kekuatan mekanik masih menjadi permasalahan utama dalam penggunaannya sebagai biomaterial pengganti tulang. Salah satu cara yang dapat ditempuh untuk meningkatkan kualitas HAp adalah dengan mengendalikan parameter proses sintesis, terutama suhu kalsinasi yang berpengaruh signifikan terhadap fase kristal, ukuran kristalit, serta sifat mekanik material (Kamal et al., 2024).

Sejumlah penelitian terdahulu menunjukkan bahwa suhu kalsinasi memainkan peran penting dalam menentukan sifat fasa dan kristalinitas hidroksiapatit. Kalsinasi pada suhu tinggi dapat meningkatkan kristalinitas HAp dan menurunkan kandungan fasa amorf, yang pada akhirnya berdampak pada peningkatan sifat mekanik material. Namun, suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan dekomposisi HAp menjadi fasa lain seperti trikalsium fosfat (TCP), yang dapat menurunkan kualitas material untuk aplikasi biomedis (Radulescu et al., 2022). Oleh karena itu, diperlukan penentuan suhu optimum yang mampu menghasilkan HAp dengan struktur kristal stabil serta sifat mekanik yang memadai untuk aplikasi medis. Selain itu, standar internasional ISO 13175 tahun 2015 menggarisbawahi bahwa rasio Ca/P ideal untuk hidroksiapatit adalah 1,67 dengan kristalinitas minimum 95% (Nurrahmi et al., 2024). Parameter tersebut menjadi acuan penting dalam menentukan kualitas HAp yang sesuai untuk aplikasi biomedis. Dalam konteks ini, penggunaan limbah *Pinctada maxima* sebagai prekursor kalsium yang kemudian dikalsinasi dan diolah melalui metode presipitasi basah diharapkan mampu menghasilkan HAp dengan struktur dan sifat mekanik mendekati standar internasional.

Meskipun telah banyak dilakukan penelitian mengenai sintesis hidroksiapatit dari berbagai sumber kalsium, studi mengenai pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap sifat kristal dan mekanik HAp dari limbah *Pinctada maxima* masih terbatas. Sebagian besar penelitian sebelumnya berfokus pada penggunaan tulang hewan atau cangkang telur sebagai sumber kalsium, sementara potensi besar dari limbah cangkang kerang mutiara belum banyak dieksplorasi. Hal ini membuka peluang untuk mengembangkan material

biomimetik baru berbasis limbah laut yang berkelanjutan. Selain itu, banyak penelitian terdahulu lebih menitikberatkan pada karakterisasi struktur kristal tanpa mengaitkannya secara mendalam dengan sifat mekanik yang relevan untuk aplikasi biomedis (Oladele et al., 2025). Padahal, pemahaman mengenai hubungan antara suhu kalsinasi, kristalinitas, rasio Ca/P, dan kekuatan tekan HAp sangat penting dalam menentukan kelayakan material sebagai biomaterial substitusi tulang.

Berdasarkan kondisi tersebut, masih belum terdapat kajian yang komprehensif membahas hubungan antara variasi suhu kalsinasi dengan perubahan struktur kristal dan sifat mekanik HAp yang disintesis dari limbah cangkang kerang mutiara (*Pinctada maxima*). Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi suhu kalsinasi (750–950 °C) terhadap struktur kristal dan sifat mekanik hidroksiapatit yang disintesis dari limbah cangkang *Pinctada maxima*. Kebaruan penelitian ini terletak pada pemanfaatan limbah biogenik laut sebagai sumber kalsium yang berkelanjutan, sekaligus evaluasi hubungan antara kondisi kalsinasi dengan kualitas struktural dan mekanik HAp sesuai standar ISO untuk aplikasi biomedis. Ruang lingkup penelitian meliputi proses sintesis HAp melalui metode presipitasi basah dengan prekursor kalsium dari *Pinctada maxima*, karakterisasi fasa kristal menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), serta evaluasi sifat mekanik melalui uji tekan.

Metode

Alat dan Bahan

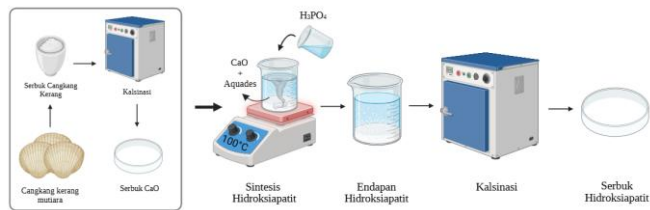
Penelitian ini menggunakan beberapa alat di laboratorium seperti hot plate (IKA C-MAG HS 7, Indonesia), timbangan analitik (Oshima, China), kertas saring whatman 42 (Whatman, United Kingdom), pH meter universal (Merck, Germany), dan oven (Mito, Indonesia). Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang kerang mutiara (*Pinctada maxima*), asam fosfat (H_3PO_4 , UNIVAR, Australia), dan ammonium hidroksida (NH_4OH , 25%, Merck, Germany).

Prosedur Penelitian

Sintesis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit disintesis dari limbah cangkang kerang mutiara dengan metode presipitasi. Cangkang kerang mutiara dipreparasi menjadi ukuran yang lebih kecil dan dikalsinasi lalu dihaluskan untuk mendapatkan serbuk CaO. Serbuk CaO yang diperoleh digunakan untuk sintesis hidroksiapatit. Sintesis dilakukan dengan melarutkan serbuk CaO menggunakan senyawa H_3PO_4 pada suhu 100°C. Larutan yang telah disintesis didiamkan selama 24 jam

untuk memperoleh endapan hidroksiapatit. Hasil endapan dikalsinasi dengan variasi suhu 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, dan 950°C untuk menghasilkan serbuk hidroksiapatit yang dikarakterisasi menggunakan XRD dan tensilon.



Gambar 1. Metode sintesis senyawa hidroksiapatit

Analisis Struktur Kristal

Struktur kristal hidroksiapatit dianalisis menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) tipe PANalytical X’pertama PRO dengan sumber sinar Cu Kα (λ = 1,5406 Å) untuk mengetahui fase kristal yang terbentuk serta tingkat keteraturan strukturnya. Pola difraksi yang dihasilkan dibandingkan dengan standar HAp dari JCPDS No. 09-0432 dan JCPDS No. 09-0169 untuk fasa TCP (Tricalcium Phosphate) sebagai dasar penentuan fasa untuk memastikan kemurnian fasa. Analisis ini membantu menentukan tingkat kristalinitas dan kestabilan struktur HAp, di mana semakin tajam puncak difraksi menunjukkan struktur kristal yang semakin baik dan teratur. Dari data XRD, nilai parameter kisi (a, b, c) dan ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan Bragg dan rumus Scherrer (Kamal et al., 2024), yaitu:

$$n\lambda = 2d\sin \theta \tag{1}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \tag{2}$$

dengan keterangan:

- n = orde difraksi,
- λ = panjang gelombang sinar-X,
- d = jarak antar bidang kristal,
- θ = sudut difraksi,
- D = ukuran kristalit,
- β = lebar puncak setengah tinggi (FWHM),
- K = konstanta Scherrer (biasanya 0,9).

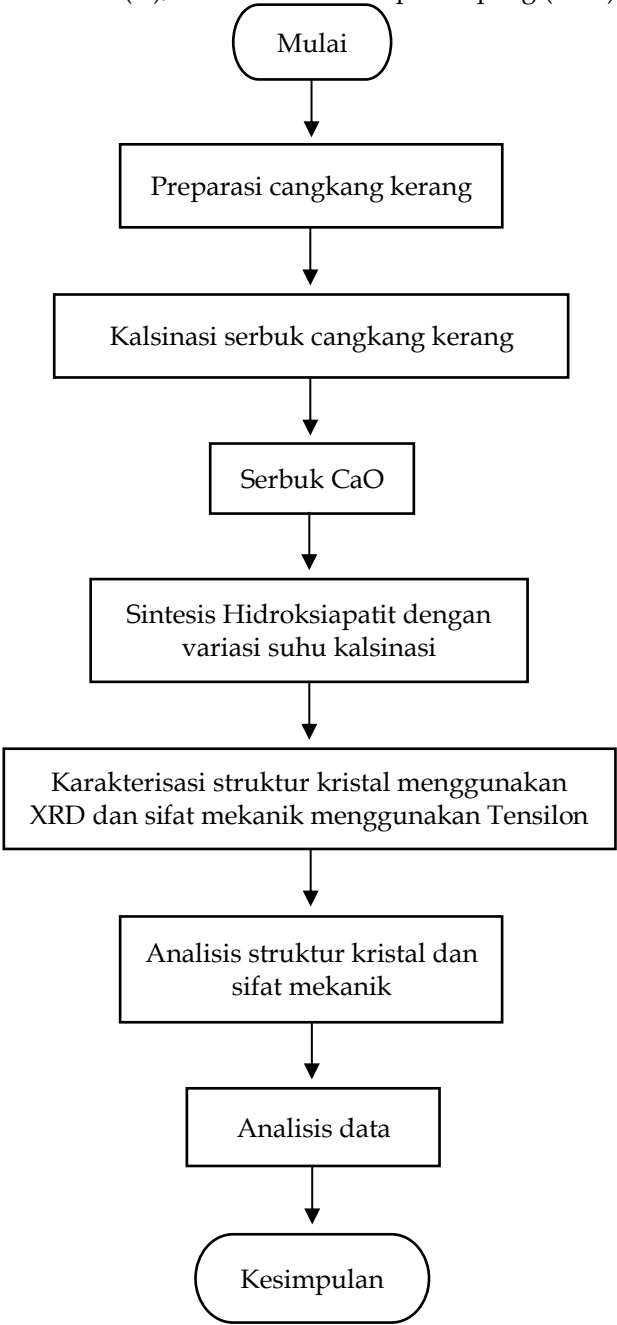
Analisis Sifat Mekanik

Sifat mekanik yang diuji adalah kuat tekan dari senyawa hidroksiapatit menggunakan alat *Tensilon Universal Testing Machine* (UTM) tipe Tensilon dengan metode uji tekan. Pengujian dilakukan pada kecepatan *crosshead* konstan sebesar 0,5 mm/menit. Senyawa hidroksiapatit dibuat dalam bentuk komposit berukuran 5×5 cm. Serbuk HAp awal dilarutkan dengan aquades hingga membentuk pasta, kemudian dicetak dan dikeringkan untuk menghasilkan sampel padat yang siap diuji. Uji kuat tekan dilakukan dengan memberikan beban secara bertahap hingga sampel

mengalami keretakan. Nilai kuat tekan dihitung menggunakan persamaan:

$$\sigma = \frac{F}{A} \tag{3}$$

dengan σ adalah kuat tekan (MPa), F adalah gaya maksimum (N), dan A adalah luas penampang (mm²).



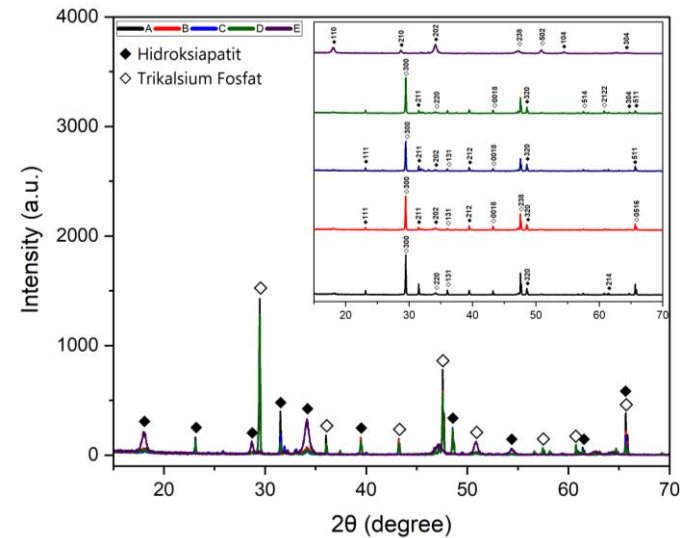
Gambar 2. Diagram Alir Penelitian

Hasil dan Pembahasan

Analisis Fasa Kristalin

Hidroksiapatit telah berhasil disintesis dengan variasi suhu kalsinasi 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, dan 950°C yang dikarakterisasi menggunakan XRD dan

Tensilon. Karakterisasi yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi (750 – 950 °C) terhadap fase kristal dan sifat mekanik hidroksiapatit (HAp). Dalam penelitian ini, analisis XRD dilakukan untuk mengetahui fase utama yang terbentuk pada material hidroksiapatit yang telah disintesis, sekaligus menganalisis pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap tingkat kristalinitas dan parameter struktur kristal.



Gambar 3. Grafik XRD Senyawa Hidroksiapatit dengan variasi suhu A (750°C), B (800°C), C (850°C), D (900°C), dan E (950°C)

Hasil difraksi sinar-X menunjukkan pergeseran fasa dari dominasi TCP pada suhu terendah menuju HAp dominan pada suhu tinggi (Gambar 3). Fasa kristal yang terbentuk pada suhu 750 – 950 °C disesuaikan dengan acuan JCPDS 09-0432 (HAp) dan 09-0169 (TCP). Pada suhu 750 °C, pola difraksi yang terbentuk menampilkan puncak-puncak yang dominan dari β-TCP (JCPDS 09-0169) dengan intensitas puncak HAp (JCPDS 09-0432) yang masih kecil. Dominasi puncak TCP menunjukkan bahwa parameter seperti suhu dan waktu kalsinasi perlu dioptimalkan untuk meningkatkan pembentukan HAp (Syam et al., 2025). Namun, pada suhu 800 – 900 °C terlihat penurunan intensitas puncak TCP dan munculnya puncak-puncak HAp yang lebih jelas sekitar $2\theta \approx 23,086 - 77,19^\circ$ (Tabel 1). Pola ini mengindikasikan awal transformasi menuju HAp yang lebih kristalin seiring dengan peningkatan suhu kalsinasi. Pada suhu 950 °C intensitas puncak HAp sudah menjadi fase dominan, akan tetapi yang terbentuk kurang tajam (Gambar 2) (Bakan, 2019). Pada suhu ini puncak TCP semakin melemah, menunjukkan bahwa pada suhu ini fase HAp lebih stabil. Oleh karena itu, peningkatan suhu kalsinasi memberikan pengaruh terhadap terbentuknya fasa HAp yang lebih stabil dibandingkan dengan fasa lain. Untuk lebih

lengkapnnya, analisis data kuantitatif dari XRD dapat dilihat pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Analisis XRD hidroksiapatit dengan variasi suhu kalsinasi 750 °C (A), 800 °C (B), 850 °C (C), 900 °C (D), dan 950 °C (E)

Parameter	A	B	C	D	E
Indeks miller	320; 214; 513	111; 211; 202; 212; 320; 513	111; 211; 202; 212; 320; 511; 513	211; 320; 304; 511 104; 304; 431	110; 210; 202; 104; 304; 431
Struktur kristal	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal
Parameter kisi (Å)	a = b = 9,07; c = 6,05	a = b = 9,81; c = 6,06	a = b = 9,7; c = 6,06	a = b = 9,78; c = 6,02	a = b = 9,09; c = 6,21
Gradient 2θ (°)	48,612; 61,46; 77,234	23,086; 31,561; 34,088; 39,453; 48,544; 77,175	23,078; 31,502; 34,121; 39,458; 48,552; 65,651; 77,19	31,667; 48,72; 64,851; 65,805	18,088; 28,735; 34,158; 54,424; 64,287; 71,772
FWHM (°)	0,0015; 0,0024; 0,0049	0,0032; 0,0099; 0,0133; 0,0015; 0,002; 0,0049	0,0024; 0,0015; 0,0099; 0,0024 0,0015; 0,0015; 0,0024	0,0015; 0,0011; 0,0024; 0,0024 0,0015; 0,0015; 0,0024	0,0099; 0,0066; 0,0082; 0,0099; 0,0133; 0,133
Densitas (kg/ m ³)	2580	2200	2246	2228	2505
Ukuran kristal (nm)	99,1; 68; 36,3	44,1; 14,5; 10,9; 95,9; 77,8; 36,3	59,6; 93,8; 14,6; 62,1; 99; 107,4; 74,7	93,8; 136,3; 69,2; 69,6	14,2; 21,8; 17,6; 15,7; 12,3; 12,9
Dislocation density (line/ m ²)	0,102; 0,217; 0,758	0,515; 4,734; 8,366; 0,109; 0,165; 0,759	0,281; 0,114; 4,672; 0,26; 0,102; 0,087; 0,179	0,114; 0,054; 0,209; 0,207	4,986; 2,102; 3,226; 4,043; 6,561; 6,007
Microstain	0,015; 0,017; 0,027	0,069; 0,153; 0,189; 0,019; 0,019; 0,027	0,051; 0,024; 0,141; 0,029; 0,015; 0,01; 0,013	0,024; 0,011; 0,016; 0,016	0,272; 0,112; 0,117; 0,084; 0,092; 0,079
Volume unit sel (m ³)	1,293 × 10 ⁻²⁷	1,516 × 10 ⁻²⁷	1,485 × 10 ⁻²⁷	1,497 × 10 ⁻²⁷	1,332 × 10 ⁻²⁷
Kristalinitas (%)	38,25	33,94	37,30	39,67	45,89

Analisis Kristalinitas dan Parameter Kisi

Berdasarkan Tabel 1 analisis data kuantitatif XRD diperoleh data parameter kisi, ukuran kristal, dan densitas kristal pada variasi suhu kalsinasi yang dilakukan. Hasil perhitungan parameter kristal (Tabel 1) memperlihatkan bahwa seluruh sampel memiliki struktur kristal heksagonal dengan nilai parameter kisi $a \approx b \approx 9,0\text{--}9,8 \text{ \AA}$ dan $c \approx 6,0\text{--}6,2 \text{ \AA}$, mendekati nilai standar HAp ($a = 9,42 \text{ \AA}$; $c = 6,88 \text{ \AA}$). Perubahan kecil pada parameter kisi disebabkan oleh perbedaan tingkat kristalinitas dan kemungkinan substitusi ion selama proses kalsinasi. Dapat dilihat bahwa tingkat kristalinitas sampel semakin meningkat seiring kenaikan suhu kalsinasi, yaitu dari 33,94% pada 800°C menjadi 45,89% pada 950°C. Nilai kristalinitas yang rendah pada sampel di bawah suhu 950 °C dapat disebabkan oleh keberadaan daerah amorf atau fasa TCP yang dominan dengan puncaknya yang tajam. Sedangkan nilai kristalinitas sampel yang meningkat pada suhu tinggi menunjukkan bahwa struktur HAp menjadi semakin teratur dan stabil pada suhu tinggi. Tingkat kristalinitas penting karena berpengaruh langsung terhadap sifat mekanik dan bioaktivitas HAp. Kristalinitas rendah meningkatkan kelarutan dan reaktivitas biologis, sedangkan kristalinitas tinggi meningkatkan kekuatan struktural tapi menurunkan resorpsi biologis (Trzaskowska et al., 2023).

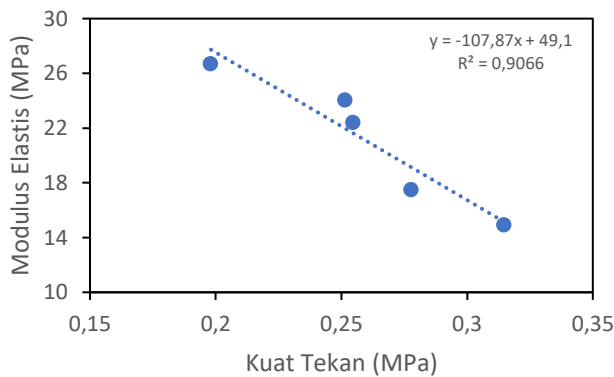
Peningkatan suhu kalsinasi dari 750 °C hingga 950 °C menghasilkan pergeseran nilai parameter kisi a dan c yang relatif kecil, menunjukkan bahwa HAp memiliki struktur heksagonal yang stabil meskipun terjadi pertumbuhan kristalit. Nilai densitas juga memperlihatkan peningkatan dari 2200 kg/m³ pada 800°C menjadi 2505 kg/m³ pada 950°C, seiring meningkatnya kerapatan butir dan menurunnya porositas akibat sintering. Sebaliknya, densitas dislokasi dan microstrain menurun signifikan pada suhu tinggi, yang menandakan berkurangnya cacat kisi dan tegangan internal akibat pertumbuhan kristal yang lebih sempurna (Kamal et al., 2024). Secara keseluruhan, hasil XRD menunjukkan bahwa suhu kalsinasi berpengaruh signifikan terhadap pembentukan fasa dan karakteristik kristal hidroksiapatit. Suhu optimum diperoleh pada 950°C, di mana kristalinitas tinggi dan fasa HAp masih dominan tanpa dekomposisi berlebih menjadi TCP.

Analisis Sifat Mekanik

Tabel 2. Uji kuat tekan hidroksiapatit pada variasi suhu kalsinasi 750 °C hingga 950 °C

Kode Sampel	Kuat Tekan (MPa)	Regangan Patah (%)	Modulus Elastisitas (MPa)
A	0,2514	1,199	24,051
B	0,3148	-2,194	14,941
C	0,1981	0,998	26,721
D	0,2778	1,998	17,485
E	0,2546	0,998	22,432

Hasil uji mekanik (Tabel 2) menunjukkan bahwa nilai kuat tekan hidroksiapatit (HAp) berkisar antara 0,1981–0,3148 MPa dengan modulus elastisitas 14,941–26,721 MPa. Nilai ini belum optimal karena berada jauh di bawah kisaran kekuatan tekan tulang sebesar 7,5-41 MPa (Raflyani et al., 2021). Hasil uji tekan pada penelitian ini menunjukkan nilai kuat tekan yang rendah dapat disebabkan oleh tingginya porositas dan densifikasi yang belum optimal. Sebagaimana ditegaskan oleh Trzaskowska et al. (2023) bahwa sifat mekanik HAp meningkat seiring kenaikan suhu kalsinasi hingga titik optimum, namun dapat kembali menurun apabila suhu melebihi batas stabilitas termal HAp dan memicu degradasi fase menjadi β -TCP. Berdasarkan perbandingan dengan literatur tulang, kuat tekan HAp pada penelitian ini masih belum memenuhi syarat untuk aplikasi *load bearing* seperti implan tulang beban penuh. Meskipun demikian, HAp dengan kekuatan tekan rendah tetap memiliki peran penting di bidang medis, berpotensi digunakan untuk aplikasi *non-load bearing* seperti *bone filler*, pelapis implan gigi (*coating*), atau scaffold berpori yang memerlukan bioaktivitas tinggi namun tidak harus menahan beban mekanik signifikan (Trzaskowska et al., 2023). Dengan demikian, berdasarkan nilai kekuatan tekan yang diperoleh, hidroksiapatit pada penelitian ini lebih sesuai untuk diaplikasikan sebagai bahan pengisi tulang non-struktural (*non-load-bearing bone graft*) atau sebagai lapisan bioaktif pada implan gigi dan ortopedi, daripada sebagai material struktural utama pada implan beban penuh.

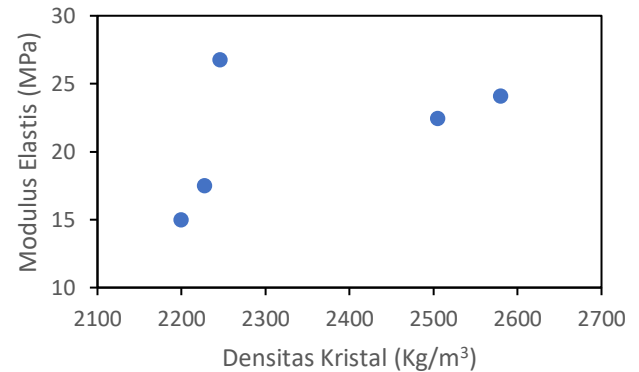


Gambar 4. Grafik hubungan antara modulus elastisitas dengan kuat tekan hidroksiapatit

Grafik hubungan antara modulus elastisitas dan kuat tekan hidroksiapatit (Gambar 3) menunjukkan adanya korelasi negatif yang cukup kuat ($R^2 = 0,9066$) antara kedua parameter, dengan persamaan regresi linear $y = -107,87x + 49,1$. Semakin tinggi nilai kuat tekan, maka modulus elastisitas cenderung menurun. Hal ini dapat terjadi karena peningkatan suhu kalsinasi yang menyebabkan perubahan pada mikrostruktur, seperti pertumbuhan butir kristal dan penurunan porositas yang meningkatkan kekuatan tekan. Namun, kondisi tersebut juga dapat menyebabkan material menjadi lebih rapuh sehingga terjadi penurunan modulus elastisitas (Wu et al., 2024). Selain itu, peningkatan suhu kalsinasi mengakibatkan perubahan ukuran pori dan tingkat kepadatan (densifikasi) material. Kondisi ini mengakibatkan partikel HAp lebih padat dan terikat kuat, sehingga material lebih tahan terhadap tekanan, namun kemampuan deformasi berkurang (Trzaskowska et al., 2023). Dengan kata lain, peningkatan densitas dan kristalinitas membuat material lebih kaku dan mudah retak, sejalan dengan hasil XRD yang menunjukkan kristalinitas lebih tinggi pada suhu kalsinasi yang besar.

Nilai kuat tekan hidroksiapatit pada penelitian ini masih berada di bawah rentang kuat tekan tulang trabekular (2–12 MPa) maupun tulang kortikal (100–230 MPa). Hal ini dapat disebabkan oleh suhu kalsinasi yang belum optimal serta masih adanya fase trikalsium fosfat (TCP) yang bersifat lebih rapuh dibandingkan fase HAp murni (Baino et al., 2022). Secara keseluruhan, hubungan antara kuat tekan dan modulus elastisitas ini menunjukkan bahwa peningkatan suhu kalsinasi dapat memperkuat material melalui peningkatan densitas dan kristalinitas, akan tetapi elastisitas menurun akibat berkurangnya kelenturan material. Hal ini sesuai dengan karakteristik umum dari material keramik bioaktif seperti hidroksiapatit yang cenderung bersifat getas pada kristalinitas tinggi (Ingole et al., 2021).

Hubungan Struktur Kristal dan Sifat Mekanik



Gambar 5. Grafik hubungan antara modulus elastisitas dengan densitas kristal hidroksiapatit

Grafik pada Gambar 4 memperlihatkan bahwa modulus elastisitas meningkat seiring dengan kenaikan densitas kristal hidroksiapatit. Hal ini menunjukkan bahwa semakin padat struktur kristal, semakin besar ketahanan material terhadap deformasi elastis. Densitas yang tinggi biasanya menandakan porositas yang rendah dan ikatan antarpartikel yang lebih kuat, sehingga mampu menahan gaya tekan dengan baik (Wu et al., 2024). Selain itu, peningkatan densitas juga menandakan kristalinitas yang lebih tinggi akibat suhu kalsinasi yang meningkat, di mana keteraturan atom dalam kisi kristal membuat transfer gaya lebih efisien dan meningkatkan kekakuan material (Trzaskowska et al., 2023).

Meskipun densitas meningkat pada suhu kalsinasi yang lebih tinggi, nilai modulus elastisitas tidak menunjukkan nilai yang berfluktuasi. Hal ini dapat disebabkan oleh terbentuknya fase sekunder seperti β -trikalsium fosfat (β -TCP) yang memiliki kekakuan lebih rendah dibandingkan HAp murni (Baino et al., 2022). Kehadiran fase ini menurunkan homogenitas dan keteraturan kristal, sehingga mengurangi kemampuan material dalam menahan deformasi. Secara keseluruhan, hasil ini menunjukkan bahwa densitas kristal berperan penting dalam menentukan modulus elastisitas hidroksiapatit, di mana peningkatan kepadatan struktur menghasilkan material yang lebih kaku namun juga lebih getas, sesuai dengan karakteristik umum material keramik bioaktif (Ingole et al., 2021).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, peningkatan suhu kalsinasi menyebabkan perubahan pada struktur kristal dan nilai kuat tekan hidroksiapatit dari limbah *P. maxima*. Suhu tinggi cenderung menghasilkan struktur yang lebih kristalin dan kuat tekan yang lebih baik. Hal ini menandakan bahwa proses kalsinasi memengaruhi keteraturan kristal dan kekompakan material. Dengan demikian, hidroksiapatit

hasil penelitian ini berpotensi digunakan sebagai bahan biokeramik, seperti pelapis atau pengisi tulang. Hasil penelitian ini konsisten dengan berbagai penelitian terdahulu yang melaporkan bahwa suhu tinggi cenderung menghasilkan struktur yang lebih kristalin dan kestabilan fase hidroksiapatit, baik yang disintesis dari sumber kalsium sintetis maupun limbah biogenik seperti cangkang telur dan tulang hewan (Baino et al., 2022; Bakan, 2019; Trzaskowska et al., 2023). Namun, sebagian besar penelitian tersebut umumnya hanya menitikberatkan pada identifikasi fasa kristal atau evaluasi sifat mekanik secara terpisah, tanpa mengaitkan perubahan struktur kristal secara kuantitatif dengan respon mekanik material.

Kesimpulan

Hidroksiapatit dari limbah cangkang kerang telah berhasil dibuat dengan memvariasikan suhu kalsinasi. Hasil XRD menunjukkan pergeseran fasa dari dominasi trikalsium fosfat (TCP) pada suhu kalsinasi yang lebih rendah menuju fase hidroksiapatit (HAp) dominan pada suhu tinggi. Pergeseran ini sejalan dengan kecenderungan peningkatan kristalinitas material dari 33,94% pada 800 °C menjadi 45,89% pada 950 °C, yang umumnya berpengaruh positif terhadap sifat mekanik. Sementara itu, uji tekan menunjukkan bahwa seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi menghasilkan nilai kuat tekan 0,1981 – 0,3148 MPa yang masih jauh di bawah kisaran kekuatan tekan tulang trabekular (2–12 MPa) maupun tulang kortikal (100–230 MPa). Rendahnya kekuatan tekan dapat disebabkan oleh suhu kalsinasi yang belum optimum. Secara keseluruhan, hasil ini menegaskan bahwa hubungan antara struktur kristal dan kuat tekan bersifat searah, di mana semakin tinggi kristalinitas dan kestabilan fasa hidroksiapatit, maka semakin baik pula sifat mekaniknya, meskipun masih diperlukan optimasi suhu kalsinasi untuk memperoleh fasa HAp murni dengan performa maksimal. Berdasarkan keterbatasan tersebut, penelitian selanjutnya disarankan untuk mengoptimalkan parameter sintesis, seperti waktu kalsinasi dan metode sintering untuk menekan pembentukan fase TCP.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada pihak-pihak yang memberikan dukungan terhadap penelitian ini. Penelitian ini didanai dari sumber dana DIPA BLU Universitas Mataram dengan nomor kontrak 1376.V/UN18.L1/PP/2018.

Daftar Pustaka

Baino, F., Schwenenwein, M., & Verné, E. (2022). Modelling the Mechanical Properties of Hydroxyapatite Scaffolds Produced by Digital

Light Processing-Based Vat Photopolymerization. *Ceramics*, 5(3), 593–600. <https://doi.org/10.3390/ceramics5030044>

Bakan, F. (2019). A systematic study of the effect of pH on the initialization of Ca-deficient hydroxyapatite to β -TCP nanoparticles. *Materials*, 12(3). <https://doi.org/10.3390/ma12030354>

Budianto, A., Rubi'ah, S., Kurniawidi, D. W., Alaydrus, A. T., & Rahayu, S. (2025). Sintesis Perovskite (CaTiO₃) dari Limbah Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada maxima*): Solusi Ramah Lingkungan untuk Teknologi Semikonduktor. *Jukung Jurnal Teknik Lingkungan*, 11(1), 58–68.

Ingole, V. H., Ghule, S. S., Vuherer, T., Kokol, V., & Ghule, A. V. (2021). Mechanical properties of differently nanostructured and high-pressure compressed hydroxyapatite-based materials for bone tissue regeneration. *Minerals*, 11(12). <https://doi.org/10.3390/min11121390>

Irhamni, Juliana, E., Zulfalina, Fauzi, Isa, M., & Jalil, Z. (2024). Pemanfaatan limbah cangkang tiram (*Crassostrea gigas*) sebagai sumber kalsium pada sintesis hidroksiapatit. *Jurnal Geutthë: Penelitian Multidisiplin (Multidisciplinary Research)*, 7(2), 96–104.

Kamal, M. M., Mahmud, S., Plabon, I. A., Kader, M. A., & Islam, M. N. (2024). Effects of sintering temperature on the physical, structural, mechanical and antimicrobial properties of extracted hydroxyapatite ceramics from Anabas testudineus bone and head skull for biomedical applications. *Results in Materials*, 22. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2024.100590>

Kurniawan, F. L., Amalia, F., Komala, O. N., & Octarina, O. (2025). Perbandingan Derajat Kristalinitas dan Konsentrasi Ion Kalsium Hidroksiapatit Tulang Sapi dengan Produk Komersial EthOss®. *E-GiGi*, 13(2), 406–410. <https://doi.org/10.35790/eg.v13i2.61290>

Nurrahmi, S., Jumardin, J., & Fuadi, N. (2024). Sintesis dan Karakterisasi Sifat Struktur Hidroksiapatit dari Cangkang Sotong dengan Metode X-Ray Diffraction. *JPF (Jurnal Pendidikan Fisika) Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar*, 12(2), 128–138. <https://doi.org/10.24252/jpf.v12i2.50635>

Oladele, I. O., Falana, S. O., Akpan, V. A., Adenle, S. A., & Onuh, L. N. (2025). Development of clam shell derived hydroxyapatite reinforced epoxy based biomedical implant. *Discover Chemistry*, 2(1). <https://doi.org/10.1007/s44371-025-00139-6>

- Purnaning, D., Hurnah, Taufik, A., Rahayu, S., Kurniawidi, D. W., & Al Hadi, K. (2025). Indonesian Physical Review Influence of Composition and Lyophilization Time on Physical Properties of HA/Cs/Coll/ Hydroxypropyl Methylcellulose Biocomposites for Bone Scaffolds. *Indonesian Physical Review*, 8(2), 616–628. <https://doi.org/10.29303/ip>
- Radulescu, D. E., Neacsu, I. A., Grumezescu, A. M., & Andronescu, E. (2022). Novel Trends into the Development of Natural Hydroxyapatite-Based Polymeric Composites for Bone Tissue Engineering. In *Polymers* (Vol. 14, Issue 5). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/polym14050899>
- Raflyani, F., Wibawa, T., & Sadi. (2021). Penentuan Komposisi Hidroksiapatit-Alginat-Zinc terhadap Kuat Tekan Bone Scaffold dengan Metode Taguchi. *Seminar Nasional Teknik Dan Manajemen Industri Dan Call for Paper*, 1.
- Syam, S., Mattulada, I. K., Asmah, N., Lauddin, T., Yasmin, Y., & Ilmu Kesehatan Gigi Masyarakat Fakultas Kedokteran Gigi, B. (2025). Karakterisasi Hidroksiapatit Tulang Ikan Cakalang (*Katsuwonus pelamis*) Kalsinasi 5 Jam dengan Analisis XRD (X-Ray Diffraction) Hydroxyapatite Characterization of Cakalang Fish Bone (*Katsuwonus pelamis*) with 5-hour Calcination and X-ray Diffraction Analysis. 13(2), 376–381. <https://doi.org/10.35790/eg.v13i2>
- Trzaskowska, M., Vivcharenko, V., & Przekora, A. (2023). The Impact of Hydroxyapatite Sintering Temperature on Its Microstructural, Mechanical, and Biological Properties. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 24, Issue 6). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/ijms24065083>
- Twinprai, N., Sutthi, R., Ngaonee, P., Chaikool, P., Sookto, T., Twinprai, P., Mutoh, Y., Chindaprasirt, P., & Laonapakul, T. (2024). Effects of hydroxyapatite content on cytotoxicity, bioactivity and strength of metakaolin/hydroxyapatite composites. *Arabian Journal of Chemistry*, 17(9). <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2024.105878>
- Wisesa, R. S., Ismail, R., & Bayuseno, A. P. (2023). Pengaruh Komposisi terhadap Karakterisasi Porous Hidroksiapatit yang disintesis menggunakan Metode Polyurethane Sponge Replication. In *Jurnal Teknik Mesin S-1* (Vol. 11, Issue 3).
- Wu, S. C., Hsu, H. C., Liu, M. Y., & Ho, W. F. (2024). Phase Transformation and Mechanical Optimization of Eggshell-Derived Hydroxyapatite across a Wide Sintering Temperature Range. *Materials*, 17(16). <https://doi.org/10.3390/ma17164062>