

KARAKTERISASI NANOKALSIMUM TULANG IKAN KAKAP MERAH (*Lutjanus malabaricus*) DENGAN VARIASI WAKTU EKSTRAKSI

Novia Anggraeni^{1*}, Eko Nurcahya Dewi², AB Susanto³, Putut Har Riyadi²

¹Program Studi Manajemen Sumber Daya Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Diponegoro Jalan Prof. Jacub Rais, Tembalang, Semarang, Jawa Tengah 50275 Indonesia

²Program Studi Teknologi Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Diponegoro Jalan Prof. Jacub Rais, Tembalang, Semarang, Jawa Tengah 50275 Indonesia

³Program Studi Ilmu Kelautan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Diponegoro Jalan Prof. Jacub Rais, Tembalang, Semarang, Jawa Tengah 50275 Indonesia

Diterima: 17 September 2023/Disetujui: 26 Februari 2024

*Korespondensi: nanggraeni9@gmail.com

Cara sitasi (APA Style 7th): Anggraeni, N., Dewi, E. N., Susanto, A. B., & Riyadi, P. H. (2024). Karakterisasi nanokalsium tulang ikan kakap merah (*Lutjanus malabaricus*) dengan variasi waktu ekstraksi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 27(3), 197-207. <http://dx.doi.org/10.17844/jphphi.v27i3.50268>

Abstrak

Kalsium merupakan salah satu mineral makro yang sangat dibutuhkan oleh tubuh. Kekurangan asupan kalsium di dalam tubuh dapat menyebabkan gangguan kesehatan tulang. Limbah tulang ikan kakap merah merupakan salah satu sumber kalsium. Penyerapan kalsium dalam tubuh akan maksimal apabila memiliki ukuran yang kecil (nanokalsium). Penelitian ini bertujuan menentukan waktu ekstraksi terbaik dalam menghasilkan nanokalsium tulang ikan kakap merah berdasarkan parameter kadar air, ukuran partikel, dan rendemen. Ekstraksi nanokalsium tepung tulang ikan kakap merah menggunakan larutan NaOH 1 N (1:3) dengan variasi waktu ekstraksi 30, 60, dan 90 menit. Tepung tulang ikan kakap merah dianalisis rendemen, ukuran partikel, komposisi kimia, mineral kalsium, dan fosfor. Nanokalsium tulang ikan kakap merah dianalisis kadar air, ukuran partikel, rendemen, dan struktur nanokalsium. Ukuran partikel diukur menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) dan struktur nanokalsium dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil penelitian menunjukkan bahwa tepung tulang ikan kakap merah memiliki rendemen 85,57%, ukuran partikel 1.029,69 nm, kadar air 5,52%, abu 78,82%, protein 18,11%, lemak 2,02%, kalsium 20,07%, dan fosfor 9,95%. Perlakuan ekstraksi selama 90 menit merupakan perlakuan terbaik dalam menghasilkan nanokalsium tulang ikan kakap merah dengan kadar air 3,63%, rendemen 6,94%, dan ukuran partikel 440,3 nm.

Kata kunci: fosfor, PSA, SEM, tepung, ukuran partikel

Characterization of Red Snapper (*Lutjanus malabaricus*) Bone Nanocalcium with Variations in Extraction Time

Abstract

Calcium (Ca) is a vital macronutrient required by the body. An inadequate calcium intake may result in bone health issues. One source of calcium is the red snapper fish bone waste. The optimal absorption of calcium in the body occurs when it is present in a minute form, especially in the form of nanocalcium. The primary objective of this study was to establish the optimal extraction time for generating nanocalcium from red snapper fishbone flour, taking into account the moisture content, particle size, and yield. The extraction of nanocalcium from red snapper fish bone flour was accomplished using a solution of NaOH 1N (1:3) with extraction times of 30, 60, and 90 min. The chemical composition, yield, particle size, calcium, and phosphorus content of red snapper fish bone flour were assessed. The analysis of red snapper fish bone nanocalcium included evaluations of moisture content, particle size, yield, and nanocalcium structure. The particle size was determined using a Particle Size Analyzer (PSA), whereas the nanocalcium structure was examined using a Scanning Electron Microscope (SEM). The data obtained from the research revealed that

the red snapper fish bone flour had a yield of 85.57%, particle size of 1,029.69 nm, moisture content of 5.52%, ash content of 78.82%, protein content of 18.11%, fat content of 2.02%, calcium content of 20.07%, and phosphorus content of 9.95%. The most effective treatment for producing nanocalcium from red snapper fish bones with a moisture content of 3.63%, yield of 6.94%, and particle size of 440.3 nm is the 90-minute extraction process.

Keyword: particle size, phosphorus, powder, PSA, SEM

PENDAHULUAN

Permasalahan gizi berkaitan dengan ketahanan pangan, aspek pengetahuan, dan pola hidup tidak sehat. Kekurangan gizi mikro dan makro merupakan dua permasalahan utama gizi di Indonesia. Kurang gizi makro pada dasarnya merupakan gangguan kesehatan yang disebabkan oleh ketidakseimbangan antara kebutuhan, asupan energi, dan protein. Kekurangan gizi mikro disebabkan karena kekurangan asupan vitamin dan mineral (Darmanto *et al.*, 2022). Kalsium merupakan salah satu mineral penting pada masa pramenstruasi remaja, ibu hamil, dan untuk mencegah tengkes (*stunting*) pada anak. Kurangnya asupan kalsium mengakibatkan peluang 3,41 kali lebih besar mengalami sindrom pramenstruasi dibandingkan dengan siswi yang mendapat asupan kalsium yang cukup (Mujjah & Safitri, 2019). Gangguan kesehatan janin dapat terjadi akibat dari kekurangan gizi seperti kalsium dan besi pada ibu selama hamil dan menyusui yang dapat menyebabkan tengkes pada anak (Media & Elfemi, 2021).

Kalsium merupakan salah satu mineral mikro yang memiliki peran penting dalam tubuh (Upadhyay, 2017). Kalsium dalam cairan tubuh berperan untuk kontraksi dan relaksasi otot, transmisi impuls saraf, pembekuan darah, mengatur sekresi hormon, serta faktor pendukung pada beberapa enzim. Kalsium juga berperan sebagai penguat struktur tulang dan sebagai bank kalsium yang akan mengambil cadangan dari tulang apabila kalsium dalam darah menurun (Noprisanti *et al.*, 2018). Kekurangan asupan kalsium dapat menyebabkan gangguan kesehatan tulang, misalnya osteoporosis. Asupan kalsium masyarakat Indonesia berdasarkan Data Departemen Kesehatan tahun 2019 hanya berkisar 300-350 mg per hari untuk orang dewasa dan 400-470 mg per hari untuk wanita

hamil. Asupan kalsium yang dianjurkan menurut standar internasional 1.000-1.200 mg per hari untuk orang dewasa dan 1.200-1.500 mg per hari untuk wanita hamil. Informasi tersebut menunjukkan bahwa asupan dan kebutuhan kalsium masyarakat Indonesia tidak seimbang, sehingga rawan terkena penyakit pada tulang (Husna *et al.*, 2020).

Sumber kalsium yang banyak dikonsumsi saat ini adalah produk susu dan turunannya. Kekurangan produk susu dan turunannya adalah tidak dapat dikonsumsi oleh konsumen yang *lactose intolerance* karena menyebabkan diare. Oleh karena itu, diperlukan alternatif sumber kalsium lain untuk memenuhi asupan kalsium harian. Salah satu sumber kalsium yang dapat dijadikan sebagai alternatif, yaitu limbah tulang ikan kakap merah (Anggraeni & Handayani, 2022). Pemanfaatan limbah tulang ikan kurang optimal sehingga ekstraksi nanokalsium dari tulang ikan kakap merah sangat berpotensi dimanfaatkan untuk alternatif sumber kalsium.

Ikan kakap merah memiliki potensi besar dalam mendukung pemenuhan kebutuhan pangan (Jampilek *et al.*, 2019). Produksi ikan kakap merah mengalami peningkatan 4,32%, yaitu menjadi 312.945 ton pada tahun 2021 dan diprediksi akan terus meningkat. Produksi filet ikan kakap merah dan surimi menghasilkan limbah di antaranya kepala, ekor, kulit, dan tulang. Ikan kakap merah telah banyak diteliti di antaranya kandungan asam lemak dan kolesterol (Jacob *et al.*, 2013), ekstraksi gelatin dari kulit (Trilaksani *et al.*, 2012), serta komponen asam amino dan aktivitas enzim tripsin dari usus (Arbajayanti *et al.*, 2021). Pemanfaatan limbah tulang ikan kakap merah tersebut kurang optimal, padahal memiliki potensi besar sebagai sumber kalsium yang dapat dibentuk menjadi nanokalsium (Anggraeni & Handayani, 2022).

Nanokalsium adalah kalsium yang berukuran sangat kecil (1-1.000 nm) karena dihasilkan dengan memanfaatkan teknologi nano. Ukuran nano diharapkan dapat meningkatkan bioavailabilitas kalsium ke dalam tubuh secara optimal. Bioavailabilitas kalsium diartikan sebagai jumlah kalsium yang diserap tubuh dikurangi kalsium yang keluar melalui usus dan feses (Anggraeni *et al.*, 2016). Metode yang digunakan untuk mendapatkan nanokalsium, salah satunya yaitu ekstraksi menggunakan NaOH yang bertujuan untuk menghilangkan protein dan lemak pada tulang sehingga memperpanjang umur simpan dan meningkatkan derajat putih pada tepung tulang, serta menyebabkan kalsium mengendap dalam tulang (Kusumaningrum *et al.*, 2016). Penentu ukuran dari nanokalsium tulang ikan kakap merah salah satunya adalah lama waktu ekstraksi. Waktu ekstraksi akan memengaruhi kontak antara pelarut dan bahan dalam proses pemecahan bahan untuk menghasilkan nanokalsium. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan waktu ekstraksi terbaik dalam menghasilkan nanokalsium tulang ikan kakap merah melalui parameter kadar air, ukuran partikel, dan rendemen.

BAHAN DAN METODE

Preparasi dan Pembuatan Bubuk Tulang Ikan Kakap Merah (Anggraeni *et al.*, 2016)

Tulang ikan kakap merah diperoleh dari PT Kelola Laut Nusantara, Pati. Tulang ikan kakap merah dicuci bersih menggunakan air mengalir. Tulang yang sudah bersih dilakukan proses perebusan selama 5 jam sebanyak 1 kali yang bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa daging yang menempel. Hasil perebusan lalu dikeringkan pada suhu 50°C selama 6 jam. Tulang yang sudah kering dikecilkan ukurannya menggunakan *hammer mill* tipe HMR-50 kapasitas 50 kg/jam, dengan jumlah pemukul 30. Bubuk tulang ikan kakap dianalisis rendemen, komposisi kimia, kadar kalsium dan fosfor serta ukuran partikel.

Ekstraksi Nanokalsium Tulang Ikan Kakap Merah (Anggraeni *et al.*, 2016)

Bubuk kasar tulang ikan kakap merah

diekstraksi menggunakan larutan NaOH (Merck) 1 N dengan rasio sampel:pelarut (1:3) pada suhu 100°C selama 30, 60, dan 90 menit. Hasil ekstraksi difiltrasi menggunakan kertas saring Whatman nomor 1 dan dinetralkan. Larutan sampel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C selama 12 jam hingga mencapai kadar air <8%, lalu dilakukan penggilingan dengan *ballmill* menggunakan bola jenis agate, kecepatan penggilingan 200 rpm. Kemudian dikeringkan kembali pada suhu 50°C selama 3 jam lalu diayak dengan ayakan 200 mesh.

Analisis Rendemen (Anggraeni *et al.*, 2016)

Persentase rendemen dihitung dengan membandingkan berat akhir sampel dengan berat awal sampel kemudian dikalikan dengan 100%. Perhitungan rendemen menggunakan rumus berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{A}{B} \times 100$$

Keterangan:

A = berat akhir sampel

B = berat awal sampel

Analisis Ukuran Partikel (Li *et al.*, 2023)

Particle size analyzer (PSA) digunakan untuk mengetahui ukuran dari suatu sampel. Partikel didispersikan ke dalam media cair dan ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari partikel tunggal. Pengukuran ukuran partikel menggunakan PSA merek Vasco-PSA, refractometer Arago DL 135, Cordouan. Sampel diukur menggunakan metode *Low Angle Laser Light Scattering* (LALLS). Cara pengukurannya, yaitu dengan aplikasi hamburan cahaya yang menggunakan prinsip teknik kromatografi eksklusi ukuran. Eluen kolom SEC dibiarkan melewati detektor indeks bias (yang memberikan ukuran konsentrasi dalam larutan sebagai fungsi waktu) dan melalui sel hamburan laser. Intensitas hamburan diukur sebagai fungsi waktu pada sudut kecil terhadap sinar laser. Data hamburan cahaya sudut rendah dapat dianalisis jika diasumsikan bahwa data sudut rendah sama dengan hamburan sudut nol, yang dapat digunakan untuk ukuran

partikel 0,1-3.000 μm dengan sinar laser pada intensitas gas He-Ne ($\lambda=0,63\mu\text{m}$)

Analisis Proksimat, Kalsium, dan Fosfor (AOAC, 2005)

Analisis proksimat mengacu pada AOAC (2005) meliputi kadar air, abu, protein kasar, dan lemak. Analisis kalsium menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) (Perkin Elmer Analyst 100 *type flame*) dengan metode pengabuan basah pada $\lambda = 422$ nm (AOAC, 2005) dan fosfor menggunakan spektrofotometer UV-vis pada $\lambda = 660$ nm (AOAC, 2005).

Analisis Struktur Nanokalsium (Sumadiyasa & Manuaba, 2018)

Karakterisasi SEM menghasilkan mikrograf yang memperlihatkan morfologi permukaan sampel sehingga dapat diamati bentuk dan ukuran partikel (butiran). Berdasarkan skala pada mikrograf dapat diketahui ukuran partikelnya. Ukuran partikel ditentukan menggunakan perangkat lunak ImageJ sehingga diperoleh sejumlah N data ukuran partikel. Perangkat lunak Origin-8 digunakan untuk menghasilkan distribusi ukuran partikel dalam bentuk diagram batang. Diagram dianalisis dengan pendekatan Gaussian sehingga diperoleh nilai ukuran partikel. Penentuan ukuran partikel dilakukan dengan perhitungan rata-rata ukuran partikel dari seluruh titik xi data ukuran partikel secara langsung dengan persamaan $\Sigma xi/N$.

Analisis Data

Rancangan percobaan menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) dengan satu faktor, yaitu waktu ekstraksi nanokalsium. Data dianalisis dengan metode *one-way* ANOVA dengan uji lanjut Beda Nyata Jujur (BNJ) untuk data yang signifikan ($p<0,05$). Data non parametrik dilakukan analisis Kruskal-Wallis. Data diolah menggunakan perangkat lunak SPSS 16.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Kimia dan Fisik Bubuk Tulang Ikan Kakap

Karakterisasi bubuk tulang ikan kakap meliputi komposisi kimia, rendemen, kadar kalsium, fosfor, dan ukuran partikel. Analisis karakteristik kimia pada bubuk tulang ikan kakap ini dilakukan untuk memastikan bahwa penelitian ini menggunakan bahan baku dengan kualitas yang baik. Hasil analisis dapat dilihat pada *Table 1*.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen tepung 85,57%, lebih rendah dibandingkan penelitian Wijayanti *et al.* (2021a) yang menghasilkan rendemen tepung tulang ikan sebesar 85,91%. Perbedaan hasil rendemen kedua penelitian ini disebabkan oleh perbedaan metode penghancuran tulang ikan, yaitu metode kering dan metode basah. Menurut (Lekahena *et al.*, 2014) penggunaan metode basah menghasilkan rendemen yang lebih sedikit karena banyak bahan yang ikut larut dalam air.

Table 1 Chemical and physical characteristics of fish bone powder

Tabel 1 Karakteristik kimia dan fisik bubuk tulang ikan

Parameter	Red snapper	<i>Thunnus</i> sp. ^a	Asian sea bass ^b
Yield (%)	85.57	-	85.91
Particle size (nm)	1,029.69	-	-
Moisture (%)	5.52±0.17	5.60	43.44±0.06
Ash (%)	73.82±1.23	81.13	74.37±0.35
Protein (%)	18.11±0.02	0.76	12.93±0.29
Fat (%)	2.55±0.10	3.05	10.49±0.25
Calcium (%)	20.07±0.53	39.24	29.65±0.69
Phosphorus (%)	9.95±0.50	13.66	15.80±0.07

^aTrilaksani *et al.* (2006); ^bWijayanti *et al.* (2021a)

Ukuran partikel bubuk tulang ikan kakap merah hasil penelitian adalah 1.029,69 nm. Bubuk tulang ikan kakap hasil penelitian tidak masuk dalam kategori ukuran nano. Abo El-Maaty *et al.* (2021) melaporkan bahwa nanopartikel didefinisikan sebagai partikel yang berukuran 10-1.000 nm. Oleh karena itu, untuk memperoleh ukuran nano partikel tepung tulang ikan kakap merah tersebut dilakukan ekstraksi.

Kadar air tepung tulang ikan kakap merah sebesar 5,52%. Hasil kadar air sesuai dengan standar *International Seafood of Alaska* (ISA) untuk tepung tulang ikan yaitu 3,6%. Hal ini disebabkan karena proses pengeringan hanya menggunakan suhu 50°C, sehingga masih terdapat gumpalan tepung tulang ikan. Namun, hasil selama 12 jam penelitian ini lebih rendah dari penelitian Wu *et al.* (2013) yaitu 4,34%. Perbedaan kadar air pada tepung tulang ikan dipengaruhi oleh cara pengeringan yang berbeda. Penelitian ini menggunakan pemanasan oven dengan suhu 50°C saat penepungan tulang ikan, sedangkan penelitian Wu *et al.* (2013) menggunakan sinar matahari selama 14 hari dalam pembuatan tepung tulang ikan.

Kadar abu tepung tulang ikan yang dihasilkan yaitu 73,82%. Kadar abu yang tinggi disebabkan oleh kandungan mineral yang ada pada tepung tulang ikan. Kadar abu tepung tulang ikan kakap merah pada penelitian Terzioğlu *et al.* (2018) yaitu 85,44% jauh lebih tinggi dibandingkan pada penelitian ini. Hal ini disebabkan lebih tingginya kandungan mineral pada hasil penelitian tersebut. Aenglong *et al.* (2023) melaporkan bahwa kandungan abu pada bahan pangan dipengaruhi oleh jumlah mineral yang ada di dalamnya.

Kadar mineral kalsium tepung tulang ikan kakap 20,07%, sedangkan kadar fosfor 9,95%. Kadar kalsium yang terdapat pada penelitian ini telah memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI 01-3158-1992) untuk tepung tulang ikan ditetapkan mutu I adalah 30% bb dan mutu II 20% bb. Kadar kalsium tepung tulang ikan kakap merah hasil penelitian ini termasuk ke dalam mutu I. Nemati *et al.* (2017) menyatakan bahwa jenis ikan yang berbeda berpengaruh terhadap

kadar kalsium yang dihasilkan. Proses perebusan juga berpengaruh terhadap nilai kalsium yang dihasilkan.

Kadar lemak pada penelitian ini adalah 2,55% sehingga termasuk dalam kategori rendah. Husna *et al.* (2020) menyatakan bahwa kadar lemak yang rendah membuat mutu relatif lebih stabil dan tidak mudah rusak. Kadar lemak yang tinggi dapat menyebabkan tepung mempunyai cita rasa ikan (*fish taste*) dan menyebabkan terjadinya *oxydative rancidity* sebagai akibat oksidasi lemak, cita rasa tepung tulang ikan mudah tengik dan ketampakan tepung berwarna kecokelatan.

Karakteristik Kimia dan Fisik Nanokalsium Tulang Ikan Kakap Merah

Kadar air

Perbedaan waktu ekstraksi tidak memberikan pengaruh nyata terhadap kadar air nanokalsium tulang ikan kakap merah. Kadar air nanokalsium tulang ikan kakap merah pada waktu ekstraksi 30 menit $3,67 \pm 0,56\%$, 60 menit $3,65 \pm 0,23\%$, dan 90 menit $3,63 \pm 0,02\%$. Lekahena *et al.* (2014) melaporkan bahwa kadar air nanokalsium tulang ikan nila dengan ekstraksi basa 4,67%. Benjakul & Karnjanapratum (2018) melaporkan bahwa kadar air biokalsium tulang ikan sebesar 7,35%. Perbedaan kadar air dapat dipengaruhi oleh waktu dan suhu pengeringan endapan nanokalsium. Faktor lain yang memengaruhi kadar air, yaitu sifat bahan pangan. Bahan makanan yang berkalsium bersifat higroskopis. Higroskopis merupakan kemampuan kalsium dalam menyerap air yang berasal dari lingkungan sekitar. Wijayanti *et al.* (2021b) melaporkan bahwa sifat higroskopis pada makanan dapat mempercepat terjadinya penggumpalan sehingga dapat mempersingkat waktu penyimpanan.

Proses penghalusan menggunakan *ball mill*, nanokalsium tulang ikan kakap merah juga dikeringkan dengan oven 50°C karena masih adanya kandungan air dalam sampel. Air menyebabkan menggumpalnya nanokalsium pada bola-bola besi dan dinding *ball mill* sehingga mengganggu proses penghalusan. Oleh karena itu, proses *milling* juga ikut

mengurangi sisa kadar air dari penjemuran. Kadar air juga ikut menurun dengan adanya proses pengayakan. Hal tersebut terjadi karena udara ikut menguapkan kadar air yang tersisa. Proses penguapan terjadi lebih cepat karena ukuran partikel nanokalsium yang sangat kecil, yaitu 200 mesh atau setara dengan 75 μm . Salah satu faktor yang memengaruhi laju reaksi adalah luas permukaan.

Rendemen nanokalsium tulang ikan kakap merah

Rendemen nanokalsium adalah persentase bahan baku utama (tulang ikan) yang diproses menjadi produk akhir (nanokalsium). Perbedaan waktu ekstraksi memberikan pengaruh nyata terhadap rendemen nanokalsium tulang ikan kakap merah. Makin lama waktu ekstraksi, maka rendemen nanokalsium yang dihasilkan makin meningkat. Kadar air nanokalsium tulang ikan kakap merah pada waktu ekstraksi berbeda menunjukkan bahwa kadar rendemen tertinggi pada perlakuan ekstraksi 90 menit adalah $6,94 \pm 0,21\%$, 60 menit $5,77 \pm 0,12\%$ dan terendah pada perlakuan ekstraksi 30 menit $4,55 \pm 0,11\%$.

Rendemen nanokalsium pada setiap perlakuan berbeda nyata. Rendemen hasil penelitian lebih rendah dibandingkan nanokalsium tulang ikan kakap merah ekstraksi basa hasil penelitian Han *et al.* (2023) 5,91% dan ekstraksi asam 4,41%. Lama waktu ekstraksi nanokalsium dari tulang ikan dapat memengaruhi hasil rendemen atau kuantitas nanokalsium yang diperoleh dari bahan baku tersebut. Hubungan antara waktu ekstraksi dan hasil rendemen dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, termasuk metode ekstraksi yang digunakan, suhu, tekanan, pelarut yang digunakan, dan karakteristik bahan baku.

Semakin lama waktu ekstraksi, semakin banyak waktu yang diberikan untuk zat yang diinginkan (nanokalsium) untuk terlepas dari bahan baku (tulang ikan) dan larut dalam pelarut atau media ekstraksi. Semakin lama waktu ekstraksi, semakin banyak energi dan sumber daya yang diperlukan, dan ekstraksi dapat mencapai titik jenuh. Yin & Park (2015) melaporkan bahwa proses penetralan dapat

mengurangi rendemen nanokalsium yang didapatkan karena banyak terjadi *loss on process*. Chandran *et al.* (2019) melaporkan bahwa makin lama waktu ekstraksi maka rendemen yang dihasilkan makin tinggi. Hal ini karena kesempatan kontak antara bahan dan pelarut semakin besar. Waktu ekstraksi yang terlalu lama juga dapat menyebabkan rendemen menjadi rendah karena larutan sudah mencapai titik jenuh.

Ukuran partikel nanokalsium tulang ikan kakap merah

Ukuran partikel nanokalsium tulang ikan kakap merah terendah pada perlakuan 90 menit 440,3 nm dan tertinggi pada perlakuan 30 menit 920,5 nm (*Figure 1*). Nanokalsium pada penelitian ini sudah termasuk dalam kategori nano karena ukuran partikelnya masih di bawah 1.000 nm. Hasil ini sesuai dengan pernyataan Mehmood *et al.* (2022) yang melaporkan bahwa ukuran nanopartikel berkisar antara 1-1.000 nm. Arooj *et al.* (2014) melaporkan bahwa nanopartikel memiliki ukuran partikel antara 200-400 nm. Makin lama waktu ekstraksi nanokalsium akan menghasilkan ukuran partikel yang makin kecil, karena saat proses ekstraksi terjadi pemecahan ukuran partikel nanokalsium. Makin kecil ukuran partikel maka tingkat bioavailabilitasnya semakin tinggi di dalam tubuh (Anggraeni *et al.*, 2016), sehingga penelitian ini menunjukkan lama ekstraksi 90 menit berpotensi menghasilkan nanokalsium dari tulang ikan nila dengan bioavailabilitas yang lebih tinggi.

Hasil analisis ukuran membuktikan bahwa metode ekstraksi kalsium menggunakan metode presipitasi (pengendapan) menghasilkan kalsium dengan ukuran nano. Ekstraksi mineral dengan NaOH 1 N dapat melarutkan mineral yang terdapat dalam bahan baku hingga terjadi nukleasi mineral dan terbentuk partikel dalam ukuran nano. Nanokalsium hasil penelitian mempunyai ukuran partikel lebih besar dibandingkan hasil penelitian Benjakul *et al.* (2017) 20,29 nm untuk biokalsium tulang ikan tuna. Hal ini disebabkan oleh jenis tulang ikan yang berbeda dan kecepatan *milling* pada saat

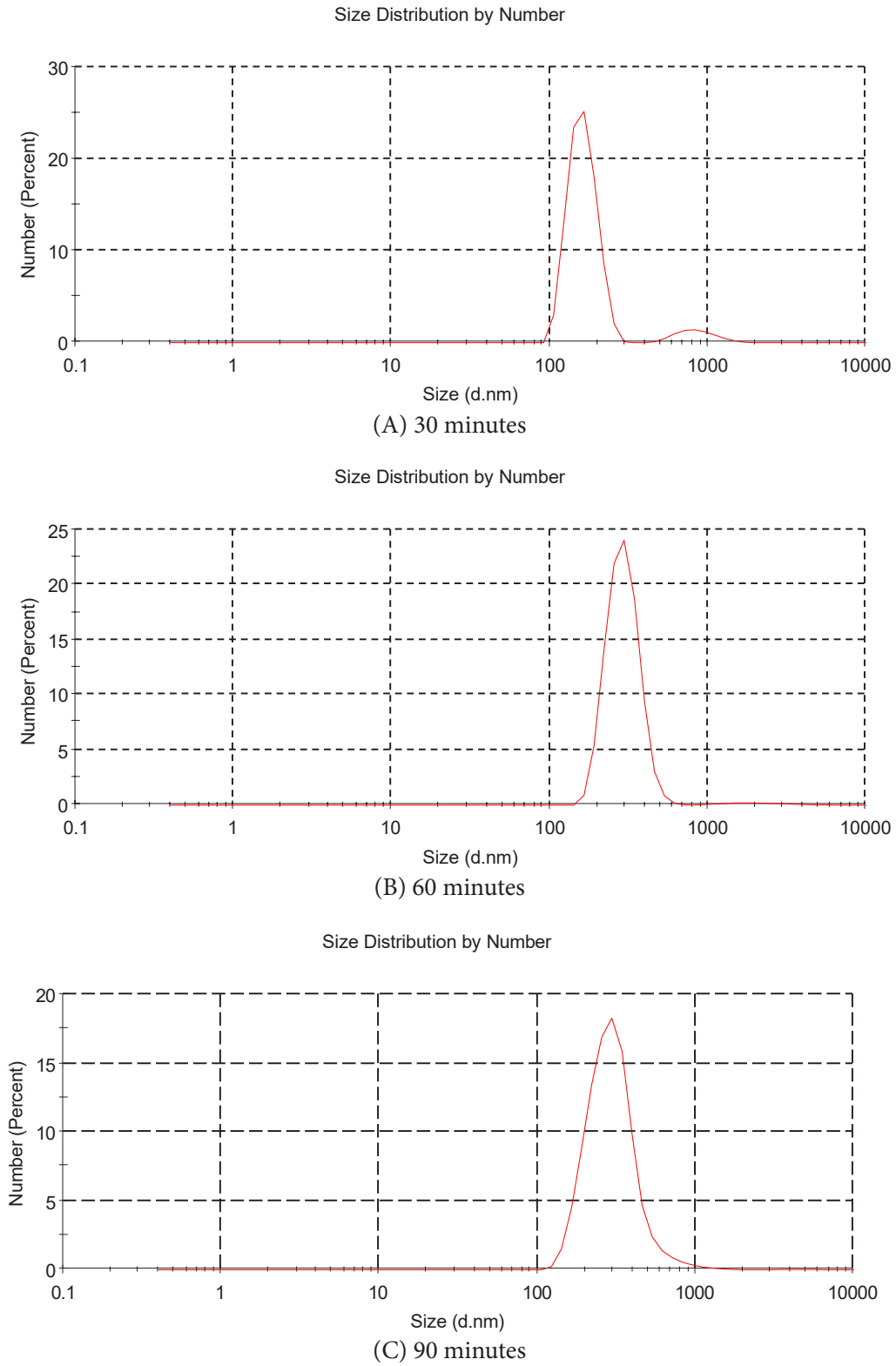


Figure 1 Particle size of red snapper fish bone nanocalcium with extraction times variation
 Gambar 1 Ukuran partikel nanokalsium tulang ikan kakap merah dengan variasi waktu ekstraksi

setelah proses ekstraksi. Hasil ukuran partikel nanokalsium tulang ikan kakap merah dapat dilihat pada *Figure 1 (a)*.

NaOH bereaksi dengan kalsium fosfat yang terdapat dalam tulang ikan untuk membentuk senyawa yang larut dalam air. Reaksi tersebut adalah sebagai berikut: $\text{NaOH} + \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \rightarrow 3\text{Ca}(\text{OH})_2 + 2\text{Na}_3\text{PO}_4$. NaOH (natrium hidroksida) bereaksi dengan kalsium fosfat ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) dari serbuk tulang ikan. Hasilnya adalah kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) yang larut dalam air dan natrium fosfat (Na_3PO_4) yang juga larut dalam air. Anggraeni *et al.* (2016) menyatakan bahwa kalsium hidroksida yang terlarut dalam larutan NaOH dapat dipisahkan dari residu serbuk tulang ikan dengan cara filtrasi atau penyaringan. Pada tahap ini, residu yang tersisa umumnya mengandung unsur-unsur yang tidak larut dalam NaOH atau kalsium hidroksida. Setelah filtrasi dilakukan, larutan yang mengandung kalsium hidroksida dapat dipisahkan dengan cara evaporasi atau pengeringan. Proses ini meninggalkan kalsium hidroksida dalam bentuk padat yang kemudian dapat dikumpulkan untuk digunakan atau diproses lebih lanjut.

Ekstraksi menggunakan pelarut NaOH, kalsium dalam bentuk kalsium hidroksida dapat dilepaskan dari serbuk tulang ikan. Proses ini memungkinkan penggunaan kalsium hidroksida tersebut dalam berbagai aplikasi industri atau penggunaan lainnya. Proses ini harus dilakukan dengan hati-hati dan sesuai dengan prosedur yang tepat untuk menghindari risiko kontaminasi atau kerusakan lingkungan.

Morfologi nanokalsium tulang ikan kakap merah

Analisis morfologi partikel nanokalsium dapat dilihat pada *Figure 2*. Hasil analisis menunjukkan bahwa makin lama waktu ekstraksi akan menghasilkan nanokalsium dengan ukuran yang lebih seragam. Berdasarkan gambar hasil uji SEM, nanokalsium terlihat sangat khas terdiri dari bentuk dan ukuran partikel yang homogen dengan bentuk kristal jenis vaterit dan sedikit aragonit. Kristal kalsium memiliki jenis fase yang berbeda-beda, yaitu kalsit, aragonit dan vaterit. Kalsit memiliki bentuk kubus padat, aragonit seperti kumpulan jarum dan vaterit seperti bunga (Li *et al.* 2023). Stepankova *et al.* (2023) menyatakan bahwa kalsit mempunyai bentuk kristal rombohedral, kubus *scalenohedral*, dan prismatic. Aragonit berbentuk *cluster* dan *discrete needle-like*, sedangkan vaterit berbentuk bulat (*sphere*). Morfologi nanokalsium yang dihasilkan berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Khoerunnisa (2011) yaitu morfologi nanokalsium dari cangkang kijing lokal yang diperoleh mempunyai bentuk seperti kumpulan jarum yang lebih teratur atau jenis aragonit. Nuarisma (2014) melaporkan morfologi nanokalsium dari cangkang rajungan seperti bunga atau jenis kristal vaterit. Perbedaan ini disebabkan oleh metode pembuatan nanokalsium yang berbeda. Menurut EL-Sokkary *et al.* (2012), kristal kalsit bersifat menempel kuat pada permukaan (paling stabil), aragonit bersifat mudah terlepas dari dinding, sedangkan vaterit bersifat tidak stabil dan dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut.

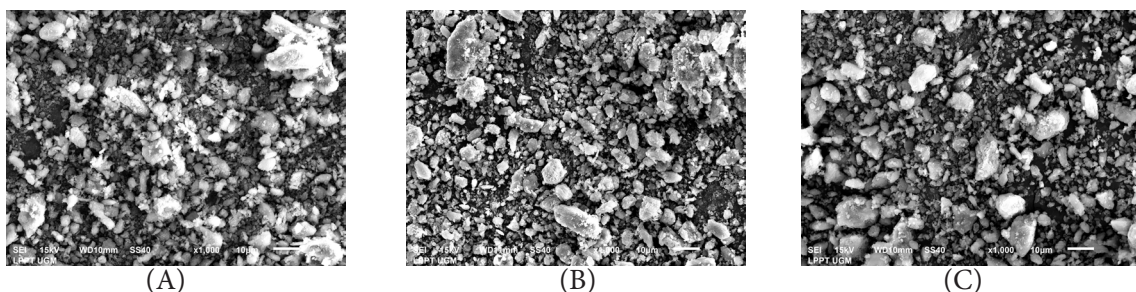


Figure 2 Morphology of red snapper fish bone nanocalcium with extraction times variation; (A) 30 minutes, (B) 60 minutes, (C) 90 minutes

Gambar 2 Morfologi nanokalsium tulang ikan kakap merah dengan variasi waktu ekstraksi; (A) 30 menit, (B) 60 menit, (C) 90 menit

KESIMPULAN

Perbedaan waktu ekstraksi tidak memengaruhi parameter kadar air, namun memengaruhi rendemen dan ukuran partikel nanokalsium tulang ikan kakap merah. Perlakuan ekstraksi 90 menit merupakan perlakuan terbaik dalam menghasilkan nanokalsium dengan hasil ukuran partikel 440,3 nm, kadar air 3,63%, rendemen 6,94%, serta gambaran morfologi yang seragam.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Kementerian Pendidikan, Kebudayaan, Riset, dan Teknologi melalui pendanaan Disertasi Beasiswa Pendidikan Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

- Abo El-Maaty, H. A., EL-Khateeb, A. Y., Al-Khalaifah, H., El-Sayed, E. S. A., Hamed, S., El-Said, E. A., Mahrose, K. M., Metwally, K., & Mansour, A. M. (2021). Effects of eco-friendly synthesized calcium nanoparticles with biocompatible *Sargassum latifolium* algae extract supplementation on egg quality and scanning electron microscopy images of the eggshell of aged laying hens. *Poultry Science*, 100(2), 675–684. <https://doi.org/10.1016/j.psj.2020.10.043>
- Aenglong, C., Ngasakul, N., Limpawattana, M., Sukketsiri, W., Chockchaisawasdee, S., Stathopoulos, C., Tanasawet, S., & Klaypradit, W. (2023). Characterization of novel calcium compounds from tilapia (*Oreochromis niloticus*) by-products and their effects on proliferation and differentiation of MC3T3-E1 cells. *Journal of Functional Foods*, 10(5), 70–85. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2022.105361>
- Anggraeni, N., & Handayani, H. T. (2022). Penerimaan konsumen dan nilai gizi cendol ikan lele (*Claria batracus*) dengan penambahan serbuk kopi. *Agromix*, 13(1), 1–8. <https://doi.org/10.35891/agx.v13i1.2655>
- Anggraeni, N. (2020). Pemanfaatan belut (*Monopterus albus*) pada pembuatan cendol kaya protein. *Jurnal Agercolere*, 2(2), 47–52. <https://doi.org/10.37195/jac.v2i2.118>
- Anggraeni, N., Sastro D. Y., & Riyadi, P. H. (2016). Pemanfaatan nanokalsium tulang ikan nila (*Oreochromis niloticus*) pada beras analog dari berbagai macam ubi jalar (*Ipomoea batatas* L.). *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 5(4), 112–120. <https://doi.org/10.17728/jatp.187>
- Arbajayanti, R. D., Nurhayati, T., & Nurilmala, M. (2021). Komponen asam amino dan aktivitas enzim tripsin dari usus tuna sirip kuning (*Thunnus albacares*, Bonnaterre 1788) dan kakap merah (*Lutjanus campechanus*, Poey 1860). *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 24(1), 97–106. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v24i1.33878>
- Arooj, N., Dar, N., & Samra, Z. Q. (2014). Stable silver nanoparticles synthesis by citrus sinensis (orange) and assessing activity against food poisoning microbes. In *Biomedical and Environmental Sciences*, 27(10), 815–818. <https://doi.org/10.3967/bes2014.118>
- Benjakul, S., Mad-Ali, S., Senphan, T., & Sookchoo, P. (2017). Biocalcium powder from precooked skipjack tuna bone: production and its characteristics. *Journal of Food Biochemistry*, 41(6), 20–30. <https://doi.org/10.1111/jfbc.12412>
- Benjakul, S., & Karnjanapratum, S. (2018). Characteristics and nutritional value of whole wheat cracker fortified with tuna bone bio-calcium powder. *Food Chemistry*, 259, 181–187. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.03.124>
- Chandran, K., Song, S., & Yun, S. Il. (2019). Effect of size and shape controlled biogenic synthesis of gold nanoparticles and their mode of interactions against food borne bacterial pathogens. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(8), 1994–2006. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.11.041>
- Darmanto, Y. S., Kurniasih, R. A., Romadhon, R., Riyadi, P. H., & Anggraeni, N. (2022). Characteristic of analog rice made from arrowroot (*Maranta arundinacease*) and seaweed (*Gracilaria verrucosa*) flour fortified with fish collagen. *Food Research*, 6(5), 370–379. <https://doi.org/10.37195/jac.v2i2.118>

- org/10.26656/fr.2017.6(5).473
- EL-Sokkary, T. M., Khalil, K. A., & Ahmed, I. A. (2012). Preparation of β -dicalcium silicate (β -C2S) and calcium sulfoaluminate () phases using non-traditional nano-materials. *HBRC Journal*, 8(2), 91–98. <https://doi.org/10.1016/j.hbrj.2012.09.004>
- Han, F., Li, T., Li, M., Zhang, B., Wang, Y., Zhu, Y., & Wu, C. (2023). Nano-calcium silicate mineralized fish scale scaffolds for enhancing tendon-bone healing. *Bioactive Materials*, 20, 29–40. <https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2022.04.030>
- Hasan, L. A. (2021). Evaluation the properties of orthodontic adhesive incorporated with nano-hydroxyapatite particles. *The Saudi Dental Journal*, 33(8), 1190–1196. <https://doi.org/10.1016/j.sdentj.2021.01.001>
- Husna, A., Handayani, L., & Syahputra, F. (2020). Pemanfaatan tulang ikan kambing-kambing (*Abalistes stellaris*) sebagai sumber kalsium pada produk tepung tulang ikan. *Acta Aquatica: Aquatic Sciences Journal*, 7(1), 13-20. <https://doi.org/10.29103/aa.v7i1.1912>
- Jacobb, A. M., Nurjanah, & Saraswati, A. (2013). Kandungan asam lemak dan kolesterol kakap merah (*Lutjanus bohar*) setelah pengukusan. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 16(2), 168-176. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v16i2.8051>
- Jampilek, J., Kos, J., & Kralova, K. (2019). Potential of nanomaterial applications in dietary supplements and foods for special medical purposes. *In Nanomaterials*, 9(2), 11-20. <https://doi.org/10.3390/nano9020296>
- Kusumaningrum, I., Sustono, D., & Pamungkas. B. F. (2016). Pemanfaatan tulang ikan belida sebagai tepung sumber kalsium dengan metode alkali. *Journal of Fisheries and Marine Research*, 19(2), 148-155.
- Lekahena, V., Faridah, D.N., Syarief, R., & Peranginangin, R. (2014). Karakterisasi fisikokimia nanokalsium hasil ekstraksi tulang ikan nila menggunakan larutan basa dan asam. *Jurnal Teknologi Dan Industri Pangan*, 25(1), 57–64. <https://doi.org/10.6066/jtip.2014.25.1.57>
- Li, X., Heng, B. C., Bai, Y., Wang, Q., Gao, M., He, Y., Zhang, X., Deng, X., & Zhang, X. (2023). Electrical charge on ferroelectric nanocomposite membranes enhances SHED neural differentiation. *Bioactive Materials*, 20, 81–92. <https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2022.05.007>
- Media, Y., & Elfemi, N. (2021). Permasalahan sosial budaya dan alternatif kebijakan dalam upaya penanggulangan stunting pada balita di Kabupaten Solok, Provinsi Sumatera Barat. *Jurnal Ekologi Kesehatan*, 20(1), 56–68. <https://doi.org/10.22435/jek.v20i1.4130>
- Mehmood, S., Janjua, N.K., Tabassum, S., Faizi, S., & Fenniri, H. (2022). Cost effective synthesis approach for green food packaging coating by gallic acid conjugated gold nanoparticles from *Caesalpinia pulcherrima* extract. *Results in Chemistry*, 4(2), 20-27. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100437>
- Muijah, S., & Safitri, D. E. (2019). Nutritional status and micronutrient intake (thiamine, pyridoxine, calcium, magnesium) associated with premenstrual syndrome. *ARGIPA (Arsip Gizi Dan Pangan)*, 4(1), 45–53. <https://doi.org/10.22236/argipa.v4i1.3850>
- Nemati, M., Huda, N., & Arifin, F. (2017). Development of calcium supplement from fish bone wastes of yellowfin tuna (*Thunnus albacares*) and characterization of nutrition quality. *International Food Research Journal*, 24(6), 22-28.
- Noprisanti, Masrul, & Defrin. (2018). Hubungan asupan protein, kalsium, fosfor, dan magnesium dengan kepadatan tulang pada remaja putri di SMP Negeri 5 Padang. *Jurnal Kesehatan Andalas*, 7(3), 29–36.
- Stepankova, H., Michalkova, H., Splichal, Z., Richtera, L., Svec, P., Vaculovic, T., Pribyl, J., Kormunda, M., Rex, S., Adam, V., & Heger, Z. (2023). Unveiling the nanotoxicological aspects of Se nanomaterials differing in size and morphology. *Bioactive Materials*, 20, 489–500. <https://doi.org/10.1016/j>

- bioactmat.2022.06.014
- Trilaksani, W., Nurilmala, M., & Setiawati I. H. (2012). Ekstraksi gelatin kulit ikan kakap merah (*Lutjanus* sp.) dengan proses perlakuan asam. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 15(3), 240-251. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v15i3.21436>
- Trilaksani, W., Salamah, E., & Nabil, M. (2012). Pemanfaatan limbah tulang ikan tuna (*Thunnus* sp.) sebagai sumber kalsium dengan metode hidrolisis protein. *Buletin Teknologi Hasil Perikanan*, 9(2), 34-45. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v9i2.983>
- Upadhyay, R. K. (2017). Chronic kidney diseases and nanoparticle therapeutics. *Journal of Tissue Science & Engineering*, 8(3), 120-130. <https://doi.org/10.4172/2157-7552.1000209>
- Wijayanti, I., Benjakul, S., & Sookchoo, P. (2021a). Effect of high pressure heating on physical and chemical characteristics of Asian sea bass (*Lates calcarifer*) backbone. *Journal of Food Science and Technology*, 58(8), 3120–3129. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04815-6>
- Wijayanti, I., Sookchoo, P., Prodpran, T., Mohan, C. O., Aluko, R. E., & Benjakul, S. (2021b). Physical and chemical characteristics of Asian sea bass bio-calcium powders as affected by ultrasonication treatment and drying method. *Journal of Food Biochemistry*, 45(4), 78-85. <https://doi.org/10.1111/jfbc.13652>
- Yin, T., & Park, J. W. (2015). Textural and rheological properties of Pacific whiting surimi as affected by nano-scaled fish bone and heating rates. *Food Chemistry*, 180, 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.02.021>