



PENGARUH PERBEDAAN WAKTU EKSTRAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK KALSIUM *Halimeda opuntia*

Hisyam Pranata Daveza, Ima Wijayanti*, Apri Dwi Anggo

Program Studi Teknologi Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Diponegoro
Jalan Prof. Soedarto, SH, Tembalang, Semarang 50275

Diterima: 10 Juni 2024/Disetujui: 2 Januari 2025

*Korespondensi: imawijayanti@lecturer.undip.ac.id

Cara sitasi (APA Style 7th): Daveza, H. P., Wijayanti, I., & Anggo, A. D. (2025). Pengaruh perbedaan waktu ekstraksi terhadap karakteristik kalsium rumput laut hijau *Halimeda opuntia*. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 28(1), 1-12. <http://dx.doi.org/10.17844/jphpi.v28i1.56126>

Abstrak

Halimeda opuntia adalah jenis alga hijau yang kaya akan kalsium karbonat. Metode ekstraksi kalsium dari *H. opuntia* terutama untuk durasi waktu ekstraksi masih belum optimal. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu ekstraksi terbaik kalsium dari *H. opuntia* melalui parameter kadar kalsium, warna, mikrostruktur, ukuran partikel, dan keberadaan gugus fungsi kimiawi. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah rancangan acak lengkap (RAL) satu faktor, yaitu waktu ekstraksi 1, 2 dan 3 jam. Ekstraksi yang digunakan, yaitu sol gel dalam larutan HCl 1 N pada suhu 90°C. Parameter yang dianalisis meliputi rendemen, kadar kalsium, air, abu, protein, warna, ukuran partikel, mikrostruktur (SEM), dan gugus fungsi kimiawi (FTIR). Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap rendemen, kadar kalsium, abu, *lightness* (L^*), *redness/greenness* (a^*), *yellowness/blueness* (b^*), ΔE , dan *whiteness index* (WI). Perlakuan terpilih pada waktu ekstraksi 1 jam dengan kadar kalsium tertinggi, yaitu $30,79 \pm 0,56\%$. Rendemen, kadar air, abu dan protein perlakuan terbaik, yaitu $24,11 \pm 0,57\%$, $3,36 \pm 0,56\%$, $81,76 \pm 0,36\%$, dan $0,90 \pm 0,10\%$. Nilai L^* , a^* , b^* , ΔE , dan WI berturut-turut adalah $83,83 \pm 0,65$; $0,34 \pm 0,05$; $8,84 \pm 0,21$; $13,01 \pm 0,48$; dan $84,29 \pm 0,65\%$. Waktu ekstraksi yang lebih lama meningkatkan rendemen kalsium namun terjadi degradasi serta warna yang makin menguning. Analisis mikrostruktur perlakuan ekstraksi 1 jam menunjukkan permukaan menyerupai bola yang terlihat kasar dan tidak menggumpal dengan ukuran partikel seragam 3,25 nm. Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan keberadaan kalsium karbonat dalam spektra FTIR *H. opuntia* teridentifikasi pada gelombang $1.407,1 \text{ cm}^{-1}$ dan $872,2 \text{ cm}^{-1}$. Waktu ekstraksi 1 jam dinilai optimal untuk mengekstrak kalsium dari *H. opuntia*.

Kata kunci: kalsium karbonat, optimalisasi, rendemen, SEM, warna

The Effect of Different Extraction Time on The Characteristics of Calcium from *Halimeda opuntia*

Abstract

Halimeda opuntia is a type of green algae that is abundant in calcium carbonate. The extraction process for calcium from *H. opuntia*, particularly regarding the extraction duration, has not yet been fully optimized. This study aims to determine the optimal extraction time for calcium from *H. opuntia* by evaluating parameters such as calcium content, color, microstructure, particle size, and the presence of chemical functional groups. The method used in this study was a completely randomized design (CRD) with a single factor: extraction time with three treatments (1, 2, and 3 hours). The sol-gel method was used for extraction. The parameters were analyzed for yield, calcium content, moisture, ash, protein, color, particle size, microstructure (SEM), and chemical functional groups (FTIR). The results indicated that extraction time significantly affected yield, calcium content, ash content, lightness (L^*), redness/greenness (a^*), yellowness/blueness (b^*), ΔE , and whiteness index (WI). The optimal extraction time was determined

to be 1 hour, producing the highest calcium content of $30.79 \pm 0.56\%$. The best treatment also yielded values of $24.11 \pm 0.57\%$ for yield, $3.36 \pm 0.56\%$ for moisture, $81.76 \pm 0.36\%$ for ash, and $0.90 \pm 0.10\%$ for protein. The color parameters L^* , a^* , b^* , ΔE , and WI were recorded as 83.83 ± 0.65 , 0.34 ± 0.05 , 8.84 ± 0.21 , 13.01 ± 0.48 , and 84.29 ± 0.65 , respectively. Prolonged extraction times increased the yield but caused a decline in calcium content and resulted in a more pronounced yellowish coloration. The sample that was extracted for one hour had a rough, spherical surface with particles that were not clumped together and were all the same size, 3.25 nm. FTIR analysis showed that calcium carbonate was present, with signature absorption peaks found at $1,407.1\text{ cm}^{-1}$ and 872.2 cm^{-1} . We concluded that an extraction time of 1 hour is sufficient for efficient calcium extraction from *H. opuntia*.

Keywords: calcium carbonate, color, optimization, SEM, yield

PENDAHULUAN

Halimeda opuntia merupakan jenis alga hijau yang kaya akan kalsium karbonat dan tersebar luas di perairan tropis serta subtropis. Alga ini ditemukan di berbagai daerah di Indonesia, yaitu Pulau Banda, Birakeke, Elat (Kei), Lombok, Sulawesi, Sumbawa serta Ambon (Litaay *et al.*, 2022). Alga ini tersebar di Jepang, Singapura, Malaysia, Thailand, India, Sri Lanka, Bangladesh, dan Filipina (Kandati *et al.*, 2021). Struktur talus *H. opuntia* memiliki kemampuan mengakumulasi kalsium karbonat (Mayakun *et al.*, 2012), sehingga berpotensi menjadi sumber kalsium alternatif. Nurhayati *et al.* (2017) melaporkan bahwa *H. opuntia* merupakan jenis rumput laut berkapur dari divisi *Chlorophyta* dan dikategorikan dalam ordo Bryopsidales. Organisme ini dikenal sebagai salah satu kontributor terbesar dalam produksi karbonat laut karena memiliki talus yang kaya akan kalsium aragonit ekstraseluler. *H. opuntia* mengandung sejumlah besar mineral penting, yaitu karbon dan kalsium. Nufus *et al.* (2017) juga melaporkan *H. opuntia* mengandung mineral Ca (124,39%), Na (21,16%), Mg (2,63%), K (2,29%), dan Fe (0,13%). Rumput laut *Halimeda* juga memiliki aktivitas biologis sebagai antibakteri dan antioksidan (Basir *et al.*, 2017) serta bahan pangan fungsional dan sumber pigmen (Sanger *et al.*, 2018).

Kalsium dari *H. opuntia* dapat diperoleh melalui beberapa metode, yaitu distilasi, filtrasi, dan sentrifugasi. Namun, metode tersebut masih kurang efektif untuk memisahkan kalsium. Distilasi hanya berfungsi untuk memurnikan cairan, filtrasi memisahkan partikel tersuspensi, dan sentrifugasi memisahkan partikel berdasarkan densitas dalam cairan. Namun, ketiga metode

tersebut tidak dapat memisahkan kalsium yang terikat kuat dalam matriks mineral. Metode ekstraksi lebih cocok digunakan karena dapat melepaskan kalsium melalui reaksi kimia atau pelarutan selektif sehingga lebih efektif dibandingkan metode lainnya (Cahyono & Suzery, 2018). Teknik ekstraksi dinilai tepat untuk memisahkan kalsium dari suatu bahan karena memiliki selektivitas tinggi.

Ekstraksi kalsium dari *H. opuntia* bukanlah proses yang sederhana. Faktor-faktor yang perlu diperhatikan mencakup variabilitas kandungan kalsium, keberadaan komponen organik lain yang dapat mengganggu proses ekstraksi, serta kebutuhan metode yang mampu memaksimalkan perolehan kalsium dengan efisiensi tinggi (Prayudo *et al.*, 2015). Metode ekstraksi yang umum digunakan melibatkan pelarut asam, tetapi efektivitasnya sangat bergantung pada parameter-parameter ekstraksi yang tepat, di antaranya suhu, konsentrasi pelarut, dan durasi waktu ekstraksi (Lee *et al.*, 2016). Pemilihan metode ekstraksi yang tepat sangat penting karena hasil ekstraksi mencerminkan tingkat keberhasilan metode tersebut dalam mengeluarkan senyawa dari matriks bahan ke dalam media pelarut melalui pengujian kuantitatif ekstrak (Salas *et al.*, 2010).

Kalsium dari *H. opuntia* dapat diekstraksi menggunakan HCl. Ratnawati *et al.* (2018) melaporkan bahwa lama waktu ekstraksi sangat memengaruhi jumlah kalsium yang dihasilkan. Ekstraksi kalsium pada tulang ikan lele dengan pelarut HCl 10% selama 60 menit menghasilkan jumlah kalsium tertinggi, yaitu 16,48%. Lee *et al.* (2016) menyatakan bahwa penentuan durasi ekstraksi yang optimal sangat penting untuk memaksimalkan efisiensi proses ekstraksi.



Namun, waktu ekstraksi yang terlalu lama dapat menyebabkan kerusakan pada senyawa-senyawa yang sensitif terhadap panas dan oksidasi. Penelitian terkait waktu ekstraksi yang optimal untuk ekstraksi kalsium dari *H. opuntia* belum dilaporkan. Oleh karena itu, optimalisasi waktu ekstraksi perlu dilakukan untuk memungkinkan pelarut bereaksi dengan bahan baku secara efektif dan mengekstraksi kalsium secara maksimal tanpa menyebabkan degradasi produk. Pemahaman tentang hubungan antara waktu ekstraksi dan karakteristik kalsium diharapkan dapat menemukan kondisi optimal yang menghasilkan kalsium dengan kualitas terbaik. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu ekstraksi terbaik kalsium dari *H. opuntia* melalui parameter kadar kalsium, warna, mikrostruktur, ukuran partikel, dan keberadaan gugus fungsi kimiawi.

BAHAN DAN METODE Ekstraksi *H. opuntia*

Rumput laut *H. opuntia* segar diperoleh dari Perairan Rembang, Jawa Tengah. Rumput laut dikeringkan menggunakan metode pengeringan matahari selama tiga hari dan disimpan pada suhu ruang, yaitu 25-27°C. Ekstraksi kalsium mengacu pada Habte *et al.* (2019) dan Sunardi *et al.* (2020) dengan modifikasi. Kadar air *H. opuntia* kering sebesar 33,5%, dihaluskan menggunakan *chopper* (Cosmos FP32), dan diekstraksi dengan variasi waktu 1, 2, dan 3 jam dalam larutan HCl 1 N pada suhu 90°C. Perbandingan antara massa bahan dan volume pelarut adalah 1:20 (b/v). Filtrat rumput laut disaring menggunakan kain blacu dan diendapkan menggunakan larutan NaOH 3 N. Proporsi antara filtrat dan NaOH adalah 1:1 (v/v). Endapan yang terbentuk dinetralkan dengan air hingga mencapai pH 7 dan dikeringkan menggunakan oven (Memmert UN110, Jerman) suhu 50-60°C selama 48 jam. Hasil pengeringan dihaluskan dengan *high-speed grinder* (Gorlde EP200, Indonesia) selama 60 detik dan disaring menggunakan saringan berukuran 100 mesh. Kalsium *H. opuntia* dianalisis untuk menentukan rendemen, komposisi kimia (kadar kalsium, protein,

air dan abu), warna, mikrostruktur, ukuran partikel, dan gugus fungsi kimiawi.

Analisis Rendemen

Rendemen dihitung berdasarkan perbandingan berat ekstrak kalsium dengan berat *H. opuntia* kering. Metode ini mengacu pada AOAC (2005). Perhitungan rendemen kalsium ekstrak *H. opuntia* menggunakan rumus:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat ekstrak (g)}}{\text{Berat rumput laut kering (g)}} \times 100$$

Uji Proksimat dan Kadar Kalsium (AOAC, 2005)

Analisis proksimat yang dilakukan, yaitu kadar air dan abu menggunakan metode gravimetri, dan protein menggunakan Kjeldahl. Kadar kalsium menggunakan teknik analisis dengan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS).

Uji Warna

Pengukuran warna dilakukan menggunakan kolorimeter mengacu pada metode Wijayanti *et al.* (2021). Simbol yang digunakan meliputi L^* (kecerahan), a^* (kemerahan/kehijauan), b^* (kekuningan/kebiruan), dan ΔE^* (selisih nilai warna). Nilai yang diukur dibandingkan dengan standar warna putih, yaitu $L^* = 93,63$, $a^* = -0,94$, dan $b^* = 0,40$. Intensitas warna ditentukan berdasarkan rumus berikut:

$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]}$$

Keterangan:

- ΔL^* : selisih nilai kecerahan sampel dengan standar
- Δa^* : selisih nilai kemerahan atau kehijauan sampel dengan standar
- Δb^* : selisih nilai kekuningan atau kebiruan sampel dengan standar

Whiteness Index (WI) juga dihitung untuk menentukan intensitas warna putih sampel. Metode analisis mengacu pada Mawarni & Widjanarko (2015). Perhitungan nilai WI ditentukan berdasarkan rumus berikut:

$$WI (\%) = 100 - \sqrt{(100-L^*)^2 + (a^{*2} + b^{*2})}$$

Keterangan:

WI : whiteness index

L^* : nilai kecerahan

a^* : nilai kemerah atau kehijauan

b^* : nilai kekuningan atau kebiruan

Analisis Mikrostruktur (Adhika *et al.*, 2018)

Analisis mikrostruktur dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Persiapan sampel meliputi penyesuaian ukuran, fiksasi menggunakan *glutaraldehyde*, *cacodylate buffer*, dan *osmium tetroxide*, serta dehidrasi dengan alkohol bertahap hingga mencapai konsentrasi 100%. Sampel dikeringkan menggunakan metode pengeringan kritis atau *hexamethyldisilazane* dan dilapisi emas untuk meningkatkan konduktivitas.

Analisis Ukuran Partikel (Prinaldi *et al.*, 2018)

Analisis ukuran partikel dimulai dengan pengenceran sampel dalam akuades, pemanasan untuk membentuk suspensi, dan pengukuran menggunakan *Laser Particle Size Analyzer* (Labtron LLPA-C10, UK). Prinsip kerja dari alat LPSA ini adalah menggunakan metode difraksi sinar laser yang ditembakkan pada sampel cair yang diuji.

Analisis Gugus Fungsi (Pambudi *et al.*, 2017)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) digunakan untuk menganalisis senyawa kimia melalui pengodean spektral di interferometer. Sinar inframerah dari sumber cahaya dipantulkan atau ditransmisikan

melalui sampel, diukur, didigitalkan, dan diubah menjadi spektrum inframerah menggunakan Fourier transformasi. Rentang spektrum inframerah yang digunakan adalah $4000-4.000 \text{ cm}^{-1}$ (2,5-25 mikron) sesuai dengan standar ASTM E1252.

Analisis Data

Data kuantitatif meliputi rendemen, kadar kalsium, proksimat, dan warna, sedangkan data kualitatif meliputi uji mikrostruktur (SEM) dan gugus fungsi kimiawi (FTIR). Model rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) dengan satu faktor yaitu perbedaan waktu proses ekstraksi (1, 2, dan 3 jam). Data dianalisis sebanyak tiga kali ulangan. Data yang berbeda nyata ($p<0,05$) dilakukan uji lanjut Beda Nyata Jujur (BNJ). Data diolah menggunakan perangkat lunak SPSS versi 27.0.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi memberikan pengaruh yang nyata ($p<0,05$) terhadap nilai rendemen. Hasil uji lanjut BNJ menunjukkan 3 perlakuan memiliki perbedaan nyata. Lama waktu ekstraksi 3 jam menghasilkan nilai rendemen tertinggi, yaitu 28,67%, sedangkan lama waktu 1 jam menghasilkan nilai rendemen terendah, yaitu 24,11%. Rendemen ekstrak kalsium *H. opuntia* dapat dilihat pada Table 1.

Rendemen yang meningkat dapat terjadi karena kalsium memiliki waktu yang lebih lama untuk berpindah ke dalam pelarut dengan lebih efisien. Sunardi & Krismawati (2021) menyatakan makin lama

Table 1 Yield, calcium content, and chemical composition of *H. opuntia* calcium extract (%)

Tabel 1 Rendemen, kadar kalsium, dan komposisi kimia ekstrak kalsium *H. opuntia* (%)

Sample treatments (hour)	Yield	Calcium	Moisture	Ash	Protein
1	24.11±0.57 ^a	30.79±0.56 ^c	3.36±0.56 ^a	81.76±0.36 ^a	0.90±0.10 ^a
2	26.33±0.54 ^b	27.99±0.53 ^b	3.24±0.37 ^a	82.07±0.22 ^a	0.93±0.02 ^a
3	28.67±0.54 ^c	26.60±0.11 ^a	4.11±0.84 ^a	82.48±0.25 ^b	0.98±0.06 ^a

Data followed by different lowercase letters indicate significant differences ($p<0.05$)



waktu ekstraksi dengan HCl, maka makin meningkatkan rendemen sintesis nanokalsium dari cangkang telur ayam. Makin lama waktu ekstraksi menghasilkan nilai rendemen yang makin tinggi karena adanya kesempatan kontak antara bahan dan pelarut yang makin besar.

Kadar Kalsium

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi memberikan pengaruh yang nyata ($p<0,05$) terhadap kadar kalsium. Hasil uji lanjut BNJ menunjukkan 3 perlakuan memiliki perbedaan nyata. Kadar kalsium tertinggi pada waktu ekstraksi 1 jam sebesar 30,79% dan terendah waktu ekstraksi 3 jam sebesar 26,60%. Kadar kalsium *H. opuntia* dapat dilihat pada *Table 1*.

Makin lama waktu ekstraksi, maka makin rendah kadar kalsium *H. opuntia*. Hal ini terjadi karena reaksi antara HCl dan kalsium mencapai keseimbangan sehingga kalsium yang diekstrak tidak lagi meningkat secara signifikan. Chairunnisa *et al.* (2019) menyatakan bahwa makin lama waktu ekstraksi, makin besar efek pemanasan dan kesempatan kontak antara bahan dan pelarut sehingga hasil ekstraksi akan terus meningkat hingga mencapai titik jenuh pelarut. Ramdja *et al.* (2009) juga menyatakan bahwa waktu ekstraksi yang terlalu lama tidak memberikan pengaruh karena pelarut dalam zat terlarut telah mencapai kejemuhan, dan hal ini dapat merusak senyawa bioaktif yang terlarut. Ekstrak kalsium *H. opuntia* lebih rendah dibandingkan ekstrak nanokalsium tulang sotong yang berkisar 33,13-38,41% (Sufiani *et al.*, 2022) namun masih lebih tinggi dibandingkan ekstrak HCl nanokalsium tulang ikan nila, yaitu 21,48% (Lekahena *et al.*, 2014). *H. opuntia* mengandung kalsium aragonite dengan kerapatan lebih rendah. Tulang sotong mengandung 75-90% unsur anorganik, yang sebagian besar berupa kalsium karbonat (Rohmah *et al.*, 2022), sedangkan tulang ikan mengandung 60-70% mineral anorganik seperti kalsium fosfat dan hidroksiapatit. Kalsium fosfat dan hidroksiapatit pada tulang ikan lebih mudah dipisahkan dengan metode ekstraksi sehingga

kadar kalsium yang diperoleh menjadi lebih tinggi (Lekahena *et al.*, 2014).

Kadar Air

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi tidak memberikan pengaruh yang nyata ($p>0,05$) terhadap kadar air. Kadar air ekstrak *H. opuntia* dapat dilihat pada *Table 1*. Kadar air hasil penelitian ini tidak jauh berbeda dengan penelitian Wijayanti *et al.* (2020) pada kalsium tulang ikan kakap putih (*Lates calcalifer*) melalui proses autoklaf dan *bleaching*, yaitu sebesar 3-4%. Kadar air ekstrak kalsium *H. opuntia* sesuai dengan standar yang ditetapkan oleh SNI 2715:2013 untuk kadar air tepung tulang, yaitu maksimum 10%. Perbedaan kadar air dapat dipengaruhi oleh waktu dan suhu pengeringan kalsium. Kalsium memiliki sifat higroskopis atau mudah mengikat air sehingga kadar air yang tinggi dapat mempersingkat umur penyimpanan dan merusak kualitas produk akibat pertumbuhan mikroorganisme, khususnya kapang (Zuhra *et al.*, 2012). Wijayanti *et al.* (2021) menyatakan bahwa sifat higroskopis pada makanan dapat mempercepat penggumpalan, yang pada akhirnya mempersingkat waktu penyimpanan.

Kadar Abu

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi memberikan pengaruh yang nyata ($p<0,05$) terhadap kadar abu. Hasil uji lanjut BNJ menunjukkan perlakuan waktu ekstraksi 1 dan 2 jam tidak berbeda nyata, namun perlakuan waktu ekstraksi 3 jam berbeda nyata. Kadar abu tertinggi pada waktu ekstraksi 3 jam sebesar 82,48%. Kadar abu ekstrak kalsium *H. opuntia* dapat dilihat pada *Table 1*.

Kadar abu *H. opuntia* segar pada penelitian Premarathna *et al.* (2022) sebesar 47,36%. Kenaikan kadar abu berhubungan dengan kesempatan kontak bahan baku dengan pelarut. Makin lama waktu ekstraksi cenderung makin meningkatkan kadar abu karena makin lama bahan kontak dengan pelarut. Akibatnya, banyak komponen organik yang terlarut sehingga lebih banyak mineral yang diperoleh. Lamanya waktu ekstraksi

cenderung meningkatkan kadar abu karena makin lama waktu ekstraksi makin lama produk berhubungan dengan pelarut dan akibatnya banyak komponen non-mineral yang terlarut sehingga lebih banyak mineral yang didapatkan (Basmal & Suprapto, 2017).

Kadar Protein

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi tidak memberikan pengaruh yang nyata ($p>0,05$) terhadap kadar protein. Kadar protein ekstrak kalsium *H. opuntia* dapat dilihat pada Table 1. Kadar protein ekstrak kalsium *H. opuntia* berkisar 0,90-0,98% lebih rendah dibandingkan hasil penelitian Sufiani *et al.* (2022), yang melaporkan kadar protein nanokalsium tulang sotong berkisar antara 1,17-2,21%. Premarathna *et al.* (2022) melaporkan bahwa kadar protein *H. opuntia* segar sebesar 16,72%. Kadar protein yang rendah pada hasil penelitian disebabkan proses ekstraksi menggunakan HCl, yang merupakan asam dengan pH yang sangat rendah. Xue *et al.* (2021) menyatakan bahwa pH merupakan salah satu faktor yang menyebabkan denaturasi protein. Kalsium yang diekstraksi secara optimal dapat menurunkan kadar protein pada bahan.

Warna

Hasil analisis ragam menunjukkan bahwa perbedaan waktu ekstraksi memberikan pengaruh yang nyata ($p<0,05$) terhadap warna L^* , a^* , b^* , ΔE , dan *whiteness index*. Hasil uji lanjut BNJ nilai L^* , a^* , b^* , ΔE dan *whiteness index* menunjukkan waktu ekstraksi 1 dan 2 jam tidak berbeda nyata, namun waktu

ekstraksi 3 jam berbeda nyata. Hasil analisis warna dan WI dapat dilihat pada Table 2.

Warna merupakan komponen yang sangat penting dalam menentukan kualitas atau derajat penerimaan dari suatu bahan pangan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa makin lama waktu ekstraksi makin menurunkan nilai L^* . Makin lama kontak antara pelarut HCl dengan bahan baku, dapat memicu pembentukan melanin, yang pada akhirnya menurunkan kecerahan (Lekahena *et al.*, 2014). Pemicu terbentuknya melanin adalah terjadinya reaksi pada aldehid karbohidrat karena proses ekstraksi menggunakan asam. Terbentuknya melanin pada reaksi asam mengakibatkan terbentuknya pigmen berwarna gelap sehingga menurunkan kecerahan.

Rentang nilai a^* ekstrak kalsium *H. opuntia* sebesar 0,24-0,47. Nilai a^* tertinggi pada perlakuan ekstraksi 3 jam. Nilai a^* positif menunjukkan warna merah. Makin lama kontak antara bahan dan pelarut, makin tinggi kandungan karbonat yang terekstrak, menyebabkan nilai a^* menjadi lebih dominan pada spektrum warna merah (Liang *et al.*, 2023). Sun *et al.* (2011) menyatakan bahwa kandungan karbonat yang terdapat pada suatu bahan berpengaruh pada penurunan nilai kemerahan, sedangkan komponen organik tidak memiliki pengaruh yang signifikan terhadap tingkat kemerahan.

Rentang nilai b^* ekstrak kalsium *H. opuntia* sebesar 8,84-12,00. Nilai b^* tertinggi pada perlakuan ekstraksi 3 jam. Nilai b^* positif menunjukkan warna kuning. Peningkatan nilai b^* pada perlakuan ekstraksi 3 jam disebabkan oleh warna bubuk kalsium yang

Table 2 Color and whiteness index of *H. opuntia* calcium extract

Tabel 2 Warna dan derajat putih ekstrak kalsium *H. opuntia*

Parameters	Sample treatments (Hour)		
	1	2	3
L^*	83.83±0.65 ^b	82.27±1.03 ^b	76.28±0.58 ^a
a^*	0.34±0.05 ^a	0.24±0.03 ^a	0.47±0.06 ^b
b^*	8.84±0.21 ^a	9.30±0.76 ^a	12.00±0.27 ^b
ΔE	13.01±0.48 ^a	14.49±1.24 ^a	20.92±0.55 ^b
WI (%)	84.29±0.65 ^b	79.97±1.23 ^b	73.41±0.57 ^a

Data followed by different lowercase letters indicate significant differences ($p<0.05$)



menguning akibat bahan organik yang tidak larut selama proses ekstraksi (Kemperl & Macek, 2009). Wijayanti *et al.* (2020) melaporkan bahwa nilai b^* pada tulang ikan kakap putih (*Lates calcarifer*) sebesar 5-10, yang sedikit berbeda dengan penelitian ini. Warna kuning pada ekstrak kalsium *H. opuntia* disebabkan oleh adanya reaksi Maillard, yaitu reaksi antara gugus karbonil dengan amino bebas. Karbonil muncul karena hasil oksidasi lemak dan protein selama proses *bleaching* menggunakan bahan yang bersifat oksidator.

Perbedaan warna keseluruhan dievaluasi menggunakan ΔE yang menunjukkan perbedaan nyata ($p<0,05$) antar sampel dengan rentang nilai berkisar 13,01-20,92. Nilai ΔE terendah pada waktu ekstraksi 1 jam menghasilkan bubuk kalsium yang lebih cerah dan mendekati warna putih alami. Nilai ΔE tertinggi pada ekstraksi 3 jam menghasilkan bubuk kalsium yang lebih kekuningan akibat penurunan tingkat kecerahan dan penambahan intensitas kekuningan (b^*). Nilai WI (derajat putih) berkisar antara 73,41-84,29%. Nilai WI terendah pada perlakuan ekstraksi 3 jam. Nilai WI menurun seiring peningkatan waktu ekstraksi. Penurunan WI yang signifikan pada waktu ekstraksi 3 jam disebabkan oleh makin lamanya waktu kontak antara pelarut HCl dan bahan baku. Hal ini menghasilkan senyawa pengotor yang tidak larut sempurna selama proses ekstraksi dan memberikan kontribusi pada perubahan warna menjadi lebih gelap atau kekuningan. Hasil penelitian ini lebih rendah dibandingkan penelitian Sufiani *et al.* (2022) yang mencapai derajat putih nanokalsium sebesar 90,96-92,21%.

Perlakuan Terbaik

Durasi ekstraksi 1 jam dipilih sebagai perlakuan terbaik karena menghasilkan kadar kalsium tertinggi ($30,79\pm0,56\%$), warna dengan *lightness* (L^*), *redness* (a^*), *yellowness* (b^*), ΔE , dan WI yang lebih baik dibandingkan perlakuan lainnya. Perlakuan ekstraksi 2 dan 3 jam meningkatkan rendemen, tetapi menurunkan kadar kalsium dan mengubah warna menjadi lebih gelap. Warna yang lebih gelap pada waktu ekstraksi yang lebih lama disebabkan oleh pembentukan senyawa

melanin. Lekahena *et al.* (2014) pembentukan melanin dapat menyebabkan penurunan nilai kecerahan pada sampel. Pemicu dari terbentuknya melanin adalah terjadinya reaksi pada aldehid karbohidrat karena proses ekstraksi menggunakan asam.

Mikrostruktur

Hasil analisis menggunakan SEM dapat dilihat pada Figure 1. Morfologi permukaan struktur *H. opuntia* segar dan ekstrak kalsium perlakuan ekstraksi 1 jam memiliki bentuk kerangka yang berbeda. Hasil SEM pada perbesaran 2.500 \times pada *H. opuntia* segar menunjukkan permukaan yang tidak seragam dan tekstur yang berbeda. Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian Kepel *et al.* (2021) yang menyatakan bahwa *H. opuntia* memiliki persebaran partikel yang tidak seragam, ukuran yang bervariasi dan berpori pada bagian tengahnya.

Hasil SEM perbesaran 2.500 \times pada *H. opuntia* segar menunjukkan adanya kristal aragonite berbentuk seperti jarum yang berada di area *inner-uritricle* IUS. Kristal tersebut dikelilingi oleh dinding *uritricle* (U) yang terdiri dari senyawa organik dengan morfologi permukaan yang lebih halus dibandingkan dengan padatan berbentuk jarum dari aragonite. Hasil ekstrak kalsium *H. opuntia* menunjukkan persebaran padatan yang bentuknya menyerupai bola dengan morfologi permukaan terlihat kasar. Hasil SEM ekstrak kalsium *H. opuntia* menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk memiliki kemiripan dengan bentuk kristal tiga sumbu saling tegak lurus dengan panjang yang berbeda-beda (*orthorhombic*). Hasil ini sesuai dengan penelitian Wizemann *et al.* (2014) bahwa aragonite memiliki bentuk *orthorhombic*. Bentuk morfologi permukaan yang halus seperti yang ditunjukkan pada hasil SEM *H. opuntia* segar tidak ditunjukkan pada hasil ekstrak kalsium *H. opuntia* yang menandakan bahwa sebagian besar komponen organik pada dinding *uritricle* telah tereliminasi.

Ukuran Partikel

Hasil pengujian menunjukkan bahwa ukuran partikel serbuk *H. opuntia* tanpa

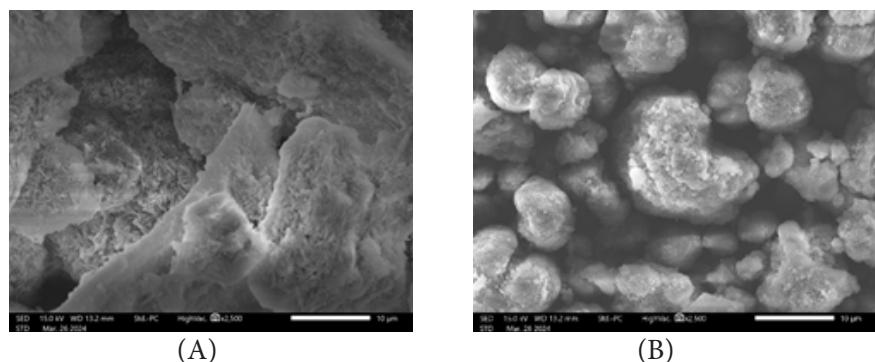


Figure 1 Scanning electron microscope (SEM) with 2,500 \times magnification of *H. opuntia* dry powder (A) and the best calcium extracted (B)

Gambar 1 Scanning electron microscope (SEM) dengan perbesaran 2.500 \times pada bubuk kering *H. opuntia* (A) dan ekstrak kalsium terbaik (B)

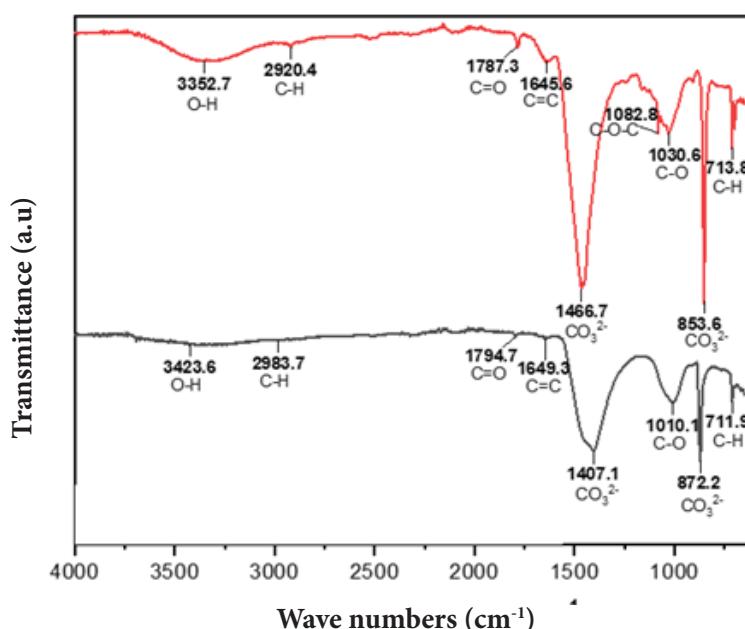
ekstraksi adalah 51,90 μm , sedangkan setelah ekstraksi menjadi 3,25 μm . Penyusutan ukuran ini disebabkan oleh proses presipitasi yang menghasilkan partikel mikro karena larutan menjadi jenuh, sehingga terjadi nukleasi, dan terbentuk endapan kalsium halus. Wijayanti *et al.* (2020) menyatakan bahwa ukuran partikel sangat penting untuk produk berbentuk serbuk karena memengaruhi atribut sensori produk makanan. Partikel yang lebih kecil mengurangi kekasaran produk yang diperkaya bio-kalsium. Ukuran partikel dalam penelitian ini lebih kecil dibandingkan dengan penelitian Nirwasita *et al.* (2023), yang memiliki ukuran 20,90 μm pada ekstrak *H. opuntia* dengan pelarut HCl selama 2 jam. Adanya perbedaan ukuran disebabkan oleh durasi ekstraksi yang lebih lama, sehingga menyebabkan penggumpalan partikel. Yuhao *et al.* (2023) menyatakan bahwa durasi ekstraksi memengaruhi ukuran partikel kalsium, makin lama ekstraksi cenderung menghasilkan partikel lebih besar akibat aglomerasi. Waktu ekstraksi yang lebih lama meningkatkan interaksi antar partikel, mempercepat aglomerasi, dan mengurangi stabilitas partikel kalsium.

Gugus Fungsi

Spektrum FTIR bubuk kering *H. opuntia* dan ekstrak kalsium dapat dilihat pada Figure 2. Hasil spektra FTIR menunjukkan perbedaan yang tidak signifikan antara serapan kalsium dari ekstrak kalsium *H.*

opuntia dan bubuk kering *H. opuntia*. Vibrasi stretching -OH dari fenol dan alkohol terlihat pada bilangan gelombang 3.423,6 cm^{-1} dan 3.352,7 cm^{-1} . Vibrasi stretching C-H terlihat pada 2.920,4 cm^{-1} dan bergeser ke 2.983,7 cm^{-1} . Vibrasi bending C-H muncul pada 713,8 cm^{-1} dan 711,9 cm^{-1} , sedangkan vibrasi stretching C=C terlihat pada 1.649,3 cm^{-1} dan 1.645,6 cm^{-1} . Gugus fungsi penyusun protein, yaitu O-H/N-H, Amida I (CONH), dan Amina (N-H) terdeteksi pada bilangan gelombang 3.352,7 cm^{-1} , 3.423 cm^{-1} , 1.787,3 cm^{-1} , 1.794 cm^{-1} , 1.645,6 cm^{-1} dan 1.649,3 cm^{-1} .

El-Sheekh *et al.* (2024) dan Al-Ghamdi *et al.* (2023) mengidentifikasi gugus fungsi protein pada *H. opuntia* dalam rentang gelombang yang serupa. Keberadaan ion karbonat (CO_3^{2-}) dalam spektra FTIR *H. opuntia* teridentifikasi pada 1.468,89 cm^{-1} dan 852,72 cm^{-1} . Setelah ekstraksi, vibrasi stretching asimetrik CO_3^{2-} bergeser dari 1.466,7 cm^{-1} ke 1.407,1 cm^{-1} , dan vibrasi stretching simetrik CO_3^{2-} terlihat pada 853,6 cm^{-1} dan 872,2 cm^{-1} . Costa *et al.* (2023) menunjukkan adanya monosakarida dalam *H. opuntia* dengan vibrasi stretching C-O-C pada 1.082,8 cm^{-1} , yang hilang setelah ekstraksi kalsium. Perbandingan spektra menunjukkan intensitas yang lebih rendah pada ekstrak kalsium *H. opuntia*, membuktikan eliminasi gugus fungsi selain kalsium karbonat. Puncak ikatan C-O-C yang hilang pada ekstrak menunjukkan pemutusan ikatan C-O-C dari monosakarida yang ada pada *H. opuntia*.

Figure 2 FTIR spectra of calcium extract (—) and dry powder of *H. opuntia* (—)Gambar 2 Spektra FTIR ekstrak kalsium (—) dan bubuk kering *H. opuntia* (—)

KESIMPULAN

Waktu ekstraksi 1 jam merupakan perlakuan terbaik dengan kadar kalsium tertinggi dan karakteristik warna yang optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- [AOAC] Association of Official Analytical Chemists. (2005). Official Methods of Analysis of Association of Chemistry. Association of Official Analytical Chemists.
- Adhika, D. R., Anindya, A. L., Tanuwijaya, V. V., & Rachmawati, H. (2018, Desember 10-11). Teknik pengamatan sampel biologi dan non-konduktif menggunakan scanning electron microscope. Seminar Nasional Instrumentasi, Kontrol dan Otomasi (SNIKO). <https://doi.org/10.5614/sniko.2018.8>
- Al-Ghamdi, S. A., Darwish, A. A. A., Hamdalla, T. A., Pasha, A., Elnair, M. E., Al-Atawi, A., & Khasim, S. (2023). Biological synthesis of novel carbon quantum dots using *Halimeda opuntia* green algae with improved optical properties and electrochemical performance for possible energy storage applications. *International Journal of Electrochemical Science*, 18(5), 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.ijoes.2023.100102>
- Basir, A., Tarman, K., & Desniar. (2017). Aktivitas antibakteri dan antioksidan alga hijau *Halimeda gracilis* dari Kabupaten Kepulauan Seribu. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(2), 211–218. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i2.17507>
- Basmal, J., & Suprapto, R. H. (2017). Ekstraksi kalsium dari tulang ikan cakalang (*Katsuwonus pelamis* L.). *Jurnal Penelitian Perikanan Indonesia*, 6(1), 45–53.
- Cahyono, B., & Suzery, M. (2018). Metode pemisahan bahan alam: aspek teoritis dan eksperimen. UI-Press.
- Chairunnisa, S., Wartini, N. M., & Suhendra, L. (2019). Pengaruh suhu dan waktu maserasi terhadap karakteristik ekstrak daun bidara (*Ziziphus mauritiana* L.) sebagai sumber saponin. *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*, 7(4), 551–560. <https://doi.org/10.24843/JRMA.2019.v07.i04.p07>
- Costa, B. B., Gianelli, J. L., Moreira, T. A., Soares, A. R., Glauser, B. F., Mourão, P. A., & Cinelli, L. P. (2023). Partial characterization and anticoagulant

- activity of sulfated galactan from the green seaweed *Halimeda opuntia*. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 95(2), 1–16. <https://doi.org/10.1590/0001-3765202320211002>
- El-Sheekh, M. M., Alwaleed, E. A., Ibrahim, A., & Saber, H. (2024). Preparation and characterization of bioplastic film from the green seaweed *Halimeda opuntia*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 259(2), 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.129307>
- Habte, L., Shiferaw, N., Mulatu, D., Thenepalli, T., Chilakala, R., & Ahn, J. W. (2019). Synthesis of nano-calcium oxide from waste eggshell by sol-gel method. *Sustainability*, 11(11), 1–10. <https://doi.org/10.3390/su11113196>
- Kemperl, J., & Macek, J. (2009). Precipitation of calcium carbonate from hydrated lime of variable reactivity, granulation and optical properties. *International Journal of Mineral Processing*, 93(1), 84–88. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2009.05.006>
- Kepel, R. C., Lumingas, L. J., Tombokan, J. L., & Mantiri, D. M. (2021). Biomineral characterization and phytochemical profile of green algae *Halimeda macroloba* and *Halimeda opuntia* from coastal waters of Tanjung Merah, Bitung City, North Sulawesi, Indonesia. *Aquaculture, Aquarium, Conservation & Legislation*, 14(6), 3217–3230.
- Lee, J. W., Mo, E. J., Choi, J. E., Jo, Y. H., Jang, H., Jeong, J. Y., & Lee, M. K. (2016). Effect of Korean red ginseng extraction conditions on antioxidant activity, extraction yield, and ginsenoside Rg1 and phenolic content: optimization using response surface methodology. *Journal of Ginseng Research*, 40(3), 229–236. <https://doi.org/10.1016/j.jgr.2015.08.001>
- Lekahena, V., Faridah, D. N., Syarieff, R., & Peranganingin, 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>
- Liang, X., Wang, X., Zhai, X., Niu, Q., & L., J. (2023). Color changes in yardang strata sediment in the Dunhuang Yardang National Geopark, Northwest China: controlling factors and significance for sedimentary environments. *Frontiers in Earth Science*, 10, 1–15. <http://dx.doi.org/10.3389/feart.2022.1107213>
- Litaay, C., Arfah, H., & Pattipeilohy, F. (2022). Potensi sumber daya hayati rumput laut di Pantai Pulau Ambon sebagai bahan makanan. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 25(3), 405–417. <http://dx.doi.org/10.17844/jphpi.v25i3.41647>
- Mawarni, R. T., & Widjanarko, S. B. (2015). Penggilingan metode ball mill dengan pemurnian kimia terhadap penurunan oksalat tepung porang. *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, 3(2), 571–581.
- Mayakun, J., Kim, J. H., Lapointe, B. E., & Prathee, A. (2012). Gametangial characteristics in the sexual reproduction of *Halimeda macroloba* Decaisne (Chlorophyta: Halimedaceae). *Songklanakarin Journal of Science & Technology*, 34(2), 312–316.
- Nirwasita, R. S., Wijayanti, I., & Anggo, A. D. (2024). Physical and chemical characteristics of green algae *Halimeda opuntia* calcium powder extracted using hydrochloric acid. *Squalen Bulletin of Marine and Fisheries Postharvest and Biotechnology*, 19(1), 71–80. <http://dx.doi.org/10.15578/squalen.857>
- Nufus, C., Nurjanah, & Abdullah, A. (2017). Karakteristik rumput laut hijau dari perairan Kepulauan Seribu dan Sekotong Nusa Tenggara Barat sebagai antioksidan. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(3), 620–632. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i3.19819>
- Nurhayati, N., Apriani, S. N. K., Nurbayasari, R., & Murdinah, M. (2017). Komposisi nutrisi rumput laut calcareous *Halimeda opuntia* pada lingkungan perairan Indonesia. *Jurnal Pascapanen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*, 12(1), 13–22. <http://dx.doi.org/10.15578/jpbkp.v12i1.291>
- Pambudi, A., Farid, M., & Nurdiansah, H. (2017). Analisis morfologi dan



- spektroskopi infra merah serat bambu betung (*Dendrocalamus Asper*) hasil proses alkalisasi sebagai penguat komposit absorpsi suara. *Jurnal Teknik ITS*, 6(2), 435–440. <https://doi.org/10.12962/j23373539.v6i2.24808>
- Prayudo, A. N., Novian, O., Setyadi, & Antaresti. (2015). Koefisien transfer massa kurkumin dari temulawak. *Jurnal Ilmiah Widya Teknik*, 14(1), 26–31. <https://doi.org/10.33508/wt.v14i1.1739>
- Premarathna, A. D., Tuvikene, R., Fernando, P. H. P., Adhikari, R., Perera, M. C. N., Ranahewa, T. H., & Rajapakse, R. P. V. J. (2022). Comparative analysis of proximate compositions, mineral and functional chemical groups of 15 different seaweed species. *Scientific Reports*, 12(1), 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-23609-8>
- Prinaldi, W. V., Suptijah, P., & Uju, (2018). Karakteristik sifat fisikokimia nanokalsium ekstrak tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacares*). *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 21(3), 385–395.
- Ramdja, A. F., Aulia, R. M. A., & Mulya, P. (2009). Ekstraksi kurkumin dari temulawak dengan menggunakan etanol. *Jurnal Teknik Kimia*, 16(3), 52–58.
- Ratnawati, S. E., Ekantari, N., Pradipta, R. W., & Paramita, B. L. (2018). Aplikasi response surface methodology (RSM) pada optimasi ekstraksi kalsium tulang lele. *Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada*, 20(1), 41–48. <http://dx.doi.org/10.22146/jfs.35663>
- Rohmah, N., Kurniasih, R. A., & Sumardianto, S. (2022). Pengaruh perbedaan metode ekstraksi terhadap karakteristik tepung tulang sotong (*Sepia sp.*). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Perikanan*, 4(1), 1–8. [https://doi.org/10.14710/jitpi.2022.13097](http://dx.doi.org/10.14710/jitpi.2022.13097)
- Salas, G. P., Morales, S. A., Segura, C. A., & Fernández, G. A. (2010). Phenolic-compound-extraction systems for fruit and vegetable samples. *Molecules*, 15(12), 8813–8826. <https://doi.org/10.3390/molecules15128813>
- Sanger, G., Kaseger, B. E., Rarung, L. K., & Damonglala, L. (2018). Potensi beberapa jenis rumput laut sebagai bahan pangan fungsional, sumber pigmen dan antioksidan alami. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 21(2), 208–217. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v21i2.22841>
- Sufiani, N. L., Kurniasih, R. A., & Suharto, S. (2022). Pengaruh lama ekstraksi menggunakan NaOH terhadap karakteristik nanokalsium dari tulang sotong (*Sepia sp.*). *JFMR (Journal of Fisheries and Marine Research)*, 6(1), 130–141. <http://dx.doi.org/10.21776/ub.jfmr.2022.006.01.15>
- Sun, Y., He, L., Liang, L., & An, Z. (2011). Changing color of Chinese loess: Geochemical constraint and paleoclimatic significance. *Journal of Asian Earth Sciences*, 40, 735–746. <https://doi.org/10.1016/j.jseaes.2010.07.002>
- Sunardi & Krismawati, E. D. (2021, Oktober 06). Pengaruh waktu ekstraksi dan konsentrasi HCl terhadap rendemen dan kadar kalsium pada sintesis nanokalsium oksida dari cangkang telur ayam. *Seminar Nasional Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (SNPPKM)*.
- Wijayanti, I., S. Benjakul., & Sookchoo, P. (2020). 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., S. Benjakul., & Sookchoo, P. (2021). Preheat-treatment and bleaching agents affect characteristics of bio-calcium from asian sea bass (*Lates calcarifer*) backbone. *Waste and Biomass Valorization*. 12(6), 3371–3382. <https://doi.org/10.1007/s12649-020-01224-w>
- Wizemann, A., Meyer, F. W., & Westphal, H. (2014). A new model for the calcification of the green macro-alga *Halimeda opuntia* (Lamouroux). *Coral Reefs*, 33(4), 951–964. <https://doi.org/10.1007/s00338-014-1183-9>
- Xue, C., You, J. H., Zhang, S., Xiong, Yin, T., & Huang, Q. (2021). Capacity of myofibrillar protein to adsorb characteristic

- fishy-odor compounds: effects of concentration, temperature, ionic strength, pH and yeast glucan addition. *Food Chemistry*. 363, 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130304>
- Yuhao, F., Xu, Z., Zhang, X., Lu, Q., Sun, Z., & Wang, X. (2023). Synthesis and performance evaluation of nano-calcium carbonate-modified geopolymers incorporating fly ash and manganese slag: a comprehensive investigative study. *Processes*, 11(12), 1-13. <https://doi.org/10.3390/pr11123418>
- Zuhra, Z., Sofyana, S. & Erlina, C. (2012). Pengaruh kondisi operasi alat pengering semprot terhadap kualitas susu bubuk jagung. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*, 9(1), 36-44.