

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Osteoporosis merupakan pengeroposan tulang, dengan ciri massa tulang yang sedikit, terganggunya bentuk susunan tulang dan kualitas jaringan tulang yang menurun sehingga meningkatkan risiko tulang patah. *International Osteoporosis Foundations* (IOF) mencatat tiap wanita mempunyai risiko patah tulang akibat osteoporosis sebesar 40% dalam hidupnya dan pria sebesar 13%. Disebutkan bahwa satu dari dua wanita dan satu dari delapan pria usia di atas 50 tahun akan mengalami patah tulang yang diakibatkan oleh osteoporosis sepanjang hidupnya (Dimiyati., 2017). Selain itu, masyarakat di Indonesia memiliki nilai rata-rata asupan kalsium yang masih rendah kurang lebih 254 mg per hari sehingga menjadi faktor tingginya resiko terkena penyakit osteoporosis. Standar internasional dengan jumlah kebutuhan kalsium per hari mencapai 1000-1200 mg (Situmorang, 2020).

Sumber kalsium terdapat pada beberapa makanan dan minuman diantaranya susu dan produk pengolahan susu yaitu yogurt, daging, telur, buah-buahan, sayuran, ikan dan beberapa jenis *seafood* (Harismah, 2017; Rofik dkk., 2020). Salah satu sumber kalsium yang sering dikonsumsi oleh masyarakat di Indonesia berasal dari ikan dikarenakan dapat menjadi sumber kalsium dengan kualitas tinggi.

Kandungan gizi yang terdapat dalam ikan, sangat baik untuk pertumbuhan dan perkembangan tulang dan gigi. Namun, mayoritas pengolahan ikan hanya memanfaatkan dagingnya sebagai sumber kalsium. Mayoritas pemanfaatan ikan hanya pada daging ikan saja, kemudian menjadikan tulang ikan sebagai limbah.

Sementara itu, terdapat kandungan kalsium dalam tulang ikan sehingga dengan pengolahan yang tepat tulang ikan tersebut bisa menjadi sumber kalsium juga selain dagingnya. Tulang ikan merupakan komponen yang keras, sehingga hal inilah yang menyebabkan tulang tidak mudah diuraikan oleh dekomposer, sehingga tulang tersebut menjadi limbah padat yang lebih dikenal sebagai sampah yang tidak memiliki nilai ekonomis (Husna dkk., 2020).

Beberapa metode yang dilakukan untuk mengekstrak kalsium dari tulang ikan tongkol dan gurame yaitu karbonasi, deproteinasi dan kalsinasi. Metode karbonasi yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya menghasilkan beberapa senyawa kalsium, sedangkan dengan metode deproteinasi menghasilkan kalsium dengan rendemen yang rendah yaitu 17,23%. Metode kalsinasi pada suhu tinggi dapat mengubah struktur dan komposisi senyawa kalsium, pemanasan pada suhu lebih dari 500°C dapat mengubah senyawa kalsium karbonat (CaCO_3) menjadi senyawa kalsium oksida (CaO) (Firdaus dkk., 2018; Natasha dkk., 2019; Rofik dkk., 2020).

Sebelumnya, telah dilakukan penelitian kadar kalsium pada ikan tongkol, ikan gurame, dan ikan nila dengan metode kalsinasi. Hasil yang didapatkan adalah kadar ikan tongkol 26,3%, ikan gurame 27,56% (Amalia dkk., 2017). Sedangkan kadar kalsium untuk ikan nila sebesar 10,58% (Novalina dkk., 2020). Ikan gurame cukup umum, dikenal luas (Pratama., 2018). Ikan gurame disukai oleh masyarakat karena memiliki rasa daging yang enak dan harganya yang relatif stabil (Ramadhan., 2016).

Dalam penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kandungan kalsium dalam tulang ikan agar nantinya tulang ikan dapat dimanfaatkan sebagai bahan sumber kalsium. Ada dua jenis ikan, yaitu ikan air tawar dan ikan air laut. Penelitian menggunakan ikan tongkol yang termasuk dalam golongan ikan air laut sebagai bahan utama dikarenakan ikan laut punya potensi kandungan kalsium yang lebih tinggi dari ikan air tawar. Menurut Andhikawati (2021), ikan air laut memiliki kadar kalsium 10-200 mg/100 gram, sedangkan ikan air tawar kadar kalsium yang dimiliki adalah 53,65 mg/100 gram.

Berdasarkan uraian yang telah dijelaskan di atas, bahwa pentingnya asupan kalsium untuk kesehatan, peneliti merasa perlu untuk melakukan analisis kalsium menggunakan metode kalsinasi pada tulang ikan tongkol dan ikan gurame agar tulang ikan dapat lebih bermanfaat.

1.2 Rumusan Masalah

Berapakah kadar kalsium (Ca) yang diperoleh dari tulang ikan tongkol dan gurame menggunakan metode kalsinasi?

1.3 Tujuan Penelitian

1.3.1 Tujuan Umum

Mengetahui hasil ekstraksi kalsium dari tulang ikan tongkol (*euthynnus alternatus*) dan ikan gurame (*osphronemus gouramy*) dengan menggunakan metode kalsinasi.

1.3.2 Tujuan Khusus

- a. Mengetahui hasil ekstraksi kalsium dari tulang ikan tongkol (*euthynnus alternatus*) dengan menggunakan metode kalsinasi.

- b. Mengetahui hasil ekstraksi kalsium dari tulang ikan gurame (*osphronemus gouramy*) dengan menggunakan metode kalsinasi.
- c. Membandingkan kadar kalsium antara tulang ikan tongkol (*euthynnus alternatus*) dan ikan gurame (*osphronemus gouramy*) dengan menggunakan metode kalsinasi.

1.4 Manfaat Penelitian

1.4.1 Bagi Peneliti

Penelitian ini diharapkan dapat memperkaya ilmu pengetahuan bagi peneliti khususnya yang berkaitan tentang kadar kalsium yang terkandung dalam ikan tongkol.

1.4.2 Bagi Institusi

Penelitian ini diharapkan dapat menjadi referensi bagi penelitian selanjutnya untuk meneliti lebih lanjut tentang kandungan lain yang ada pada ikan tongkol.

1.4.3 Bagi Masyarakat

Memberikan informasi tentang manfaat dan kandungan kalsium dari ikan tongkol dan ikan gurame sekaligus dapat menjadi motivasi kepada masyarakat agar kedepannya tulang ikan tidak hanya menjadi limbah, namun dapat dimanfaatkan sehingga memiliki nilai jual dari segi ekonomi.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ikan Tongkol

Ikan tongkol adalah sejenis ikan laut dari suku *Scrombidae*. Ikan yang memiliki nama latin *Euthynnus alternatus* ini banyak membentuk koloni besar di perairan Indonesia. Dengan melimpahnya ketersediaan ikan ini juga menjadi faktor untuk upaya memperbaiki taraf hidup dan gizi bagi masyarakat Indonesia. Harga yang murah dan mempunyai nilai gizi melimpah menjadi kelebihan tersendiri dari ikan tongkol (Widayani, 2016).

Ikan tongkol mempunyai kandungan protein, vitamin A, vitamin E, dan kandungan mineral yang terdiri dari kalsium, fosfor serta magnesium. Jumlah kandungan protein ikan tongkol $\pm 23,2$ gram, lemak tak jenuh sebesar $\pm 2,7$ gram, ikan ini juga mengandung omega-3 yang bermanfaat untuk proses pencernaan dan perkembangan sel-sel dalam otak yang dapat membuat anak lebih cerdas (Widayani, 2016).

Ikan tongkol umumnya mempunyai panjang maksimum sekitar 100cm, namun umumnya hanya sekitar 60 cm. Punggung berwarna biru gelap metalik, dengan pola coret-coret miring yang rumit mulai dari pertengahan sirip punggung pertama ke belakang; sisi badan dan perut putih keperakan, dengan bercak-bercak khas berwarna gelap di antara sirip dada dan sirip perut, yang tidak selalu ada. Tanpa sisik, kecuali di wilayah corselet dan gurat sisi. Gigi-gigi kecil dan mengerucut, dalam satu baris. Sisir saring berjumlah 29 - 34 pada lengkung insang yang pertama. Sirip punggung pertama dengan XI hingga XIV jari-jari keras (duri),

terpisahkan dari sirip punggung kedua hanya oleh suatu celah sempit, yang lebih sempit daripada lebar mata. Duri-duri di awal sirip punggung pertama jauh lebih panjang daripada duri-duri di belakangnya, membuat tepi atas sirip depan ini melengkung dalam. Sirip dada pendek, ujungnya tidak mencapai celah di antara kedua sirip punggung. Terdapat dua tonjolan (*flaps*) di antara kedua sirip perut. Sirip-sirip kecil (*finlet*) 8-10 buah di belakang sirip punggung kedua, dan 6-8 buah di belakang sirip dubur (FAO, 2015)

Menurut Kementerian Kesehatan Republik Indonesia (2017), komposisi zat gizi makanan per 100 gram BDD (Berat bahan yang Dapat Dimakan)

Tabel 2.1 Komposisi Zat Gizi dalam Ikan Tongkol

Komposisi	Ikan Tongkol
Air (g)	74,7
Energi (kal)	100
Protein (g)	13,7
Lemak (g)	1,5
Kalsium (mg)	92
Fosfor (mg)	606
Besi (mg)	1,7
Natrium (mg)	202
Kalium (mg)	227,0
Tembaga (mg)	0,2
Seng (mg)	1,6
Thiamin (mg)	0,35
Riboflavin (mg)	0,03
Niasin (mg)	6,6

(Kemkes RI tahun 2017)

2.1.1 Taksonomi

Dari segi taksonomi ikan tongkol :

Kingdom : Animalia

Phylum : Chordata

Subphylum : Vertebrata

Class	: Pisces
Ordo	: Percomorphy
Familia	: Scrombidae
Genus	: Euthynnus
Species	: <i>Euthynnus alternatus</i> (Widayani, 2016).

2.1.2 Morfologi

Secara morfologi ikan tongkol masih tergolong pada ikan Scrombidae, bentuk tubuhnya membulat dengan sisik-sisik kecil dan kulit luarnya licin. Gurat sisi (*Linea lateralis*) tersusun dari sederetan sisik yang kecil dan keras pada kulit yang mempunyai fungsi untuk merubah gerakan dan tekanan air serta mengetahui ada benda-benda disekeliling ikan tongkol (Widayani, 2016).

2.2 Ikan Gurame

Gurame adalah ikan yang termasuk jenis ikan yang mendiami daerah tenang dan tergenang. Gurame adalah ikan yang mampu berkembang biak pada tempat yang tidak memungkinkan bagi ikan lain (Susanto, 1989). Karena gurame mempunyai labirin yang berfungsi sebagai alat untuk mengambil oksigen dari udara, oleh sebab itu gurame dapat bertahan hidup di perairan yang minim oksigen (Kordi, 2010).

Menurut Kementerian Kesehatan Republik Indonesia (2017), komposisi zat gizi makanan per 100 gram BDD (Berat bahan yang Dapat Dimakan)

Tabel 2.2 Komposisi Zat Gizi dalam Ikan Gurame

Komposisi	Ikan Gurame
Air (g)	63,1
Energi (kal)	192
Protein (g)	12,7
Lemak (g)	10,1
Kalsium (mg)	283
Fosfor (mg)	169
Besi (mg)	1,1
Natrium (mg)	-
Kalium (mg)	-
Tembaga (mg)	-
Seng (mg)	-
Thiamin (mg)	-
Riboflavin (mg)	-
Niasin (mg)	-

(Kemkes RI tahun 2017)

2.2.1 Taksonomi

Dari segi taksonomi ikan gurame :

Kingdom : Animalia

Filum : Chordata

Kelas : Pisces

Ordo : Labirinthici

Sub ordo : Anabantoidae

Famili : Anabantidae

Genus : Osphronemus

Spesies : *Osphronemus gouramy* Lacepede (Susanto, 1989)

2.2.2 Morfologi

Gurame mempunyai tubuh tinggi dan pipih kesamping. Ikan yang tua dan muda dapat dibedakan dari dahinya. Ikan muda mempunyai dahi normal yang rata, sedangkan ikan yang tua dahinya terlihat menonjol. Gurame juga mempunyai mulut kecil yang bisa disembulkan, namun letaknya miring dan tidak tepat berada di ujung moncongnya (Susanto, 1989).

Gurame mempunyai sepasang sirip perut yang mengalami modifikasi menjadi sepasang benang yang berfungsi sebagai alat peraba. Sirip ekor membulat dan di daerah pangkal ekor terdapat titik-titik hitam bulat. Warna tubuh pada punggungnya merah kesawoan, sedangkan bagian perut kekuningan atau keperakan. Gurami dapat tumbuh hingga mencapai panjang 65 cm dan berat 12 kg (Kordi, 2010).

2.3 Kalsium

Kalsium termasuk golongan mineral dengan jumlah paling banyak dalam tubuh. Lebih dari 99% terdapat pada kerangka yang ditemukan pada tulang dan gigi. Kerangka merupakan cadangan fungsional yang mendukung mobilitas dan dapat diambil pada saat terjadi kekurangan diet kalsium (Sutiarti, 2017).

Pada masa pertumbuhan, ketersediaan kalsium penting dipertimbangkan sebagai tambahan, kekuatan, dan kesehatan tulang. Untuk mencapai puncak massa tulang yang baik secara genetik pada anak, menu yang disajikan harus mencukupi kebutuhan kalsium pada tulang sebagai upaya untuk mencegah osteoporosis pada usia lanjut.

2.3.1 Sifat Fisik

Kalsium adalah unsur kimia dengan simbol Ca dan nomor atom 20. Diklasifikasikan sebagai logam alkali tanah, kalsium berbentuk padat pada suhu kamar. Dan beberapa sifat fisik lain dari kalsium yang diambil dari sumber (NCBI) :

Tabel 2.3 Sifat Fisik Kalsium

Sifat Fisik	
Lambang Atom	Ca
Nomor Atom	20
Massa Atom	40.078
Titik Lebur (°C)	842°C
Titik Didih (°C)	1484°C
Kerapatan	1.54 g/cm ³
Warna	Putih Keperakan
Konfigurasi Elektron	[Ar]4s ²
Elektronegativitas	1,00

(NCBI)

2.3.2 Sifat Kimia

Secara kimia kalsium adalah salah satu unsur alkali tanah. Kalsium bereaksi lambat dengan air. Reaksi tersebut menghasilkan gas hidrogen (H₂) dan kalsium hidroksida (Ca(OH)₂). Hidrogen keluar sebagai gas dan kalsium hidroksida mengendap, jika dibakar menghasilkan api berwarna kuning-merah (NCBI).

2.3.3 Sumber Kalsium

Kalsium adalah unsur kelima dalam kelimpahan di kerak bumi yang membentuk lebih dari 3%. Kalsium adalah konstituen penting dari daun, tulang, gigi, dan cangkang. Kalsium tidak pernah ditemukan dalam bentuk utuh, unsur ini banyak terdapat pada batu gamping, gypsum, dan fluorit (NCBI).

2.3.4 Fungsi Kalsium

Fungsi utama dari kalsium yaitu sebagai penggerak otot-otot, terutama yang ada pada tulang dan gigi, jika dibutuhkan, maka kalsium dapat berpindah ke dalam darah. Peran kalsium dalam tubuh yaitu sebagai pembentukan tulang dan gigi, pengukur proses biologis dalam tubuh, seperti membantu pembekuan darah, mempertahankan kepekaan normal saraf, jantung dan otot. Selain itu, kalsium dapat meringankan gejala sindrom pramenstruasi (Devi dkk., 2010). Oleh karena itu, ketersediaan kalsium dalam tubuh sangatlah penting.

Di dalam tulang, kalsium memiliki dua fungsi, pertama sebagai integral dari struktur tulang, kedua sebagai tempat untuk menyimpan kalsium. Kalsium terbentuk pertama kali oleh tubuh manusia pada awal perkembangan janin, tapi bentuknya masih lentur dan lunak, kemudian dengan terbentuknya matrix yang kuat, nantinya akan menjadi awal dari pertumbuhan tulang tubuh. Sedangkan saat pembentukan gigi, hidroksipatif akan membentuk dentin dan email yang merupakan gigi bagian tengah dan luar. Hidroksipatif merupakan mineral yang sama dengan pembentukan tulang (Sutiarti, 2017).

Selain itu, fungsi kalsium juga banyak dimanfaatkan baik di bidang kesehatan maupun non-kesehatan, antara lain: sebagai bahan campuran pembuatan cat putih, bedak pembersih, bahan makanan, dan pasta gigi.

2.3.4.1 Fungsi Kalsium di Bidang Kesehatan

Fungsi dari kalsium telah mendapat perhatian karena dapat diaplikasikan secara luas di bidang industri, sebagai salah satu bahan pembuat pasta gigi. Kandungan kalsium yang terdapat dalam pasta gigi berfungsi sebagai senyawa

pembersih yang dapat menurunkan intensitas lapisan berwarna coklat pada permukaan gigi (Sidoretno & Nasution, 2020).

Pemanfaatan kalsium di bidang kesehatan juga sering digunakan sebagai bahan aktif pembuatan obat-obatan. Jenis sediaan obat yang digunakan dengan berbahan aktif kalsium, antara lain: tablet kunyah, tablet effervescent, sediaan sirup, dan serbuk. Pembuatan berbagai bentuk sediaan obat berbahan aktif kalsium bertujuan untuk memudahkan seseorang yang mengalami defisiensi kalsium dalam memenuhi kadar kalsium dalam tubuh. Tablet kunyah yang mengandung kalsium dibuat untuk memudahkan konsumen saat mengkonsumsi dengan memberikan rasa yang enak dalam rongga mulut mudah ditelan, dan tidak meninggalkan rasa pahit atau tidak enak (Ningsih, 2017).

2.3.4.2 Fungsi Kalsium di Bidang Non-Kesehatan

Fungsi dari kalsium untuk merekatkan tulang dan gigi dapat dimanfaatkan sebagai penambah daya lekat cat tembok. Kandungan kalsium terdapat dalam cat tembok yang berfungsi menghasilkan daya lekat cat yang lebih baik sehingga dapat menjadikan cat menjadi awet dan tahan lama. Untuk mendapatkan cat tembok tersebut diperlukan perpaduan antara cat tembok dengan cangkang telur ayam yang mengandung kalsium yang tinggi (Arianto, 2016).

Penggunaan kalsium dapat dimanfaatkan sebagai bahan campuran pembuatan beton untuk meningkatkan daya kuat tekan dan sifat kohesif dari campuran beton. Dengan menambahkan kalsium sebagai material yang dapat

mengisi rongga kosong sehingga campuran tersebut dapat meningkatkan kepadatan, mengontrol *bleeding*, mengurangi sensitifitas beton (Anjani, 2020).

2.4 Metode Ekstraksi

Ekstraksi adalah suatu proses pemisahan dan isolasi zat dari suatu zat dengan penambahan pelarut tertentu untuk mengeluarkan komponen campuran dari zat padat atau zat cair. Ekstraksi bisa dilakukan dengan metode satu tahap maupun metode multi tahap (Rezki, 2015).

2.4.1 Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses penghilangan H_2O , CO_2 atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan biji atau serbuk sehingga akan didapat produk CaO (Meilianti, 2017). Kalsinasi dilakukan dengan alat *furnace* (Meilianti, 2017) pada suhu yang bermacam-macam, tergantung senyawa yang diinginkan (Wahyuningsih dkk., 2016).

Proses tahap awal kalsinasi yang berupa reaksi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida (Hairunisa dkk., 2019).

Prosedur awal untuk melakukan kalsinasi adalah memasukkan sampel ke dalam krusibel lalu dimasukkan ke *furnace* dan suhunya dinaikkan bertahap untuk menghindari terjadinya keretakan akibat kenaikan suhu secara tiba-tiba di dalam *furnace* (Wahyuningsih dkk., 2016). Selain kalsinasi, ada juga metode lain untuk ekstraksi kalsium, yaitu metode karbonasi dan metode deproteinase.

2.4.2 Karbonasi

Metode karbonasi merupakan proses pembentukan arang dari senyawa organik dalam bahan yang dominan mengandung selulosa. Proses karbonasi terjadi melalui pemutusan ikatan karbon dengan hidrogen, karbon tersebut tidak mengalami proses oksidasi (Natasha dkk., 2019).

2.4.3 Deproteinase

Metode deproteinase adalah proses penghilangan protein pada sampel dengan cara hidrolisis protein. Hidrolisis protein merupakan proses pemutusan ikatan peptida dari protein menjadi komponen-komponen yang lebih kecil seperti pepton, peptida dan asam amino dengan menggunakan asam kuat anorganik, seperti HCl atau H₂SO₄ pekat (4-8 normal), lalu dipanaskan pada suhu mendidih atau dapat dilakukan dengan tekanan di atas satu atmosfer, selama beberapa jam (Firdaus dkk., 2018).

Kelemahan dari metode karbonasi dan deproteinase adalah diperlukannya pelarut tambahan dan memiliki prosedur yang lebih banyak dibandingkan dengan metode kalsinasi. Sehingga metode kalsinasi dalam ekstraksi kalsium pada tulang ikan memiliki tingkat efisiensi lebih tinggi (Hairunisa dkk., 2019).

2.5 XRD (*X-Ray Diffraction*)

XRD merupakan metode yang dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada sampel. Sampel yang telah dikalsinasi dimasukkan dalam plat sampel yang terletak pada tempat sampel dalam alat XRD. Pengamatan intensitas yang dihamburkan akan dimulai dari sudut difraksi $\theta = 0-60$ derajat. Fungsi dari XRD adalah untuk mendeteksi senyawa kristal didalam bahan dengan

membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar.

Suatu bahan apabila terkena sinar-X, maka intensitas sinar-X akan ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang dikarenakan ada penyerapan bahan dan juga terjadi penghamburan atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang ditransmisikan tersebut ada yang saling menghilangkan karena perbedaan fase, ada juga yang saling menguatkan karena memiliki fase yang sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan tersebut dinamakan dengan berkas difraksi (Sari, 2016).

Sudut yang terbentuk antara sumber sinar-X dan detektor adalah 2θ . θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang kristal. Keberadaan fasa kristal ditandai dengan adanya puncak-puncak difraksi yang khas. Puncak intensitas tertinggi kalsium karbonat (CaCO_3) yaitu pada $2\theta = 29,5^\circ$ (Hariyati dkk., 2019). Ada tiga komponen dasar pada XRD, yaitu sinar-X, tempat sampel dan detektor yang letaknya pada suatu lingkaran sejajar dengan lingkaran fokus.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian yang dilakukan merupakan penelitian eksperimental laboratorium yaitu analisis kadar kalsium (Ca) dari tulang ikan tongkol dan ikan gurame limbah rumah makan menggunakan metode kalsinasi.

3.2 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli 2022. Dilakukan di laboratorium DIII Farmasi STIKES Banyuwangi.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Neraca Analitik, Oven, Ayakan ukuran 60 mesh, Wadah, Mortar dan Stemper, Tanur (*muffle furnace*), *X-Ray Diffraction (XRD)*

3.3.2 Bahan

Bahan dalam penelitian ini adalah Tulang ikan Tongkol dan Tulang ikan Gurame yang sudah menjadi limbah dari rumah makan di daerah Banyuwangi.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Tulang Ikan

Pengumpulan bahan yang digunakan berasal dari limbah tulang ikan tongkol dan gurame yang diambil dari rumah makan di daerah Banyuwangi. Pembuatan serbuk tulang ikan yaitu, dengan mempersiapkan tulang yang sudah

dipersiapkan di dalam wadah. Tulang ikan dibersihkan dibawah air yang mengalir dan dibersihkan hingga kotoran dan sisa daging yang menempel hilang. Selanjutnya, tulang-tulang tersebut dijemur dibawah sinar matahari. Jika tulang tersebut sudah kering, langkah selanjutnya yaitu menumbuk dan menggerus tulang tersebut hingga hancur dan halus. Kemudian hasil tumbukan diayak dengan ayakan 60 mesh untuk memisahkan serbuk yang lebih halus dan yang masih kasar. Lalu hasil ayakan dipanaskan dengan oven pada suhu 100°C selama ± 5 jam untuk menghilangkan kadar air dan senyawa organik yang masuk kedalam serbuk tulang ikan.

3.4.2 Kalsinasi Serbuk Tulang Ikan

Serbuk tulang ikan masing-masing diambil sebanyak 100 gram, kemudian serbuk tulang yang sudah ditimbang diletakkan kedalam krusibel, lalu dimasukkan ke tanur (*muffle furnace*). Hidupkan tanur dan atur suhu di 900°C selama 4 jam (Rofik dkk., 2020). Setelah selesai, matikan tanur dan keluarkan krusibel, lalu diamkan serbuk tulang hingga dingin atau suhunya sama dengan suhu ruang. Serbuk tulang yang telah dingin ditimbang dan dihitung presentase penyusutan bobot dengan menggunakan rumus:

$$\frac{\sum \text{bobot awal} - \sum \text{bobot akhir}}{\sum \text{bobot awal}} \times 100\%$$

3.4.3 Analisis Ca dengan XRD

Serbuk tulang ikan yang sudah dikalsinasi, dianalisis dengan sinar X, yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD), untuk memastikan senyawa yang diperoleh dengan mencocokkannya dengan data difraktogram dari CaO pada ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

3.5 Analisis Data

Metode ini melakukan penelitian tentang analisis ekstraksi kalsium dari tulang ikan tongkol dan ikan gurame menggunakan kalsinasi. Analisis kuantitatif yang berasal dari kristal kalsium dengan cara penghalusan data (*Refinement*) menggunakan aplikasi Rietica dengan metode *Rietveld*, indikator keberhasilan *refinement* didasarkan pada data kecocokan *profil reabilitas* dengan nilai (R_p) $\leq 50\%$, kecocokan bobot reabilitas (R_{wp}) $\leq 50\%$, dan indeks pencocokan (χ^2) ≤ 4 . Analisis Data disajikan dalam dua tabel, berupa data parameter kisi kristal CaO hasil *refinement* dan data ukuran rata-rata partikel CaO :

Tabel 3.1 Parameter Keberhasilan *Refinement* dan Parameter Kisi Kristal CaO

Parameter	AMCSD No. 0001260	Tulang Ikan Tongkol	Tulang Ikan Gurame
A. <i>Refinement</i>			
R _p			
R _{wp}			
GOF			
B. Kisi kristal			
a			
b			
c			
α			
β			
γ			