



Identifikasi Kalsium Karbonat Dari Limbah Cangkang Siput Gong-Gong (Strombus Turturella) Dengan Metode Wd-Xrf Fussion

Suci Fitriani Sammulia¹⁾, Suhaera^{2)*}, Merry Ardin³

Program Studi Sarjana Farmasi, Institut Kesehatan Mitra Bunda, Jl. Budi Kemuliaan No. 1 Seraya, Kota Batam

Detail Artikel

Diterima : 25 Juni 2020
Direvisi : 09 Agustus 2020
Diterbitkan : 28 Oktober 2020

Kata Kunci

kalsium karbonat
tepung cangkang gong-gong
WD-XRF Fussi

Penulis Korespondensi

Name : Suhaera
Affiliation : Program Studi Sarjana Farmasi, Institut Kesehatan Mitra Bunda, Jl. Budi Kemuliaan No. 1 Seraya, Kota Batam
Email
heraemilsalim1691@gmail.com

ABSTRAK

Provinsi Kepulauan Riau memiliki hasil laut yang berlimpah, begitujuga dengan hewan lautnya. Siput gong-gong yang diolah menjadi masakan, merupakan wisata kuliner yang khas Kepulauan Riau. Banyaknya peminat siput gong-gong menyebabkan meningkatnya limbah cangkang siput gong-gong. Telah banyak penelitian yang dilakukan sebelumnya, tentang limbah cangkang kerang, telur dan bekicot, ternyata mengandung kalsium karbonat yang tinggi. Namun hampir belum ada yang meneliti limbah cangkang Siput Gong-gong. Tujuan penelitian ini adalah mengidentifikasi kandungan kimia kalsium karbonat yang terkandung di dalam limbah cangkang siput gong-gong (Strombus turturella). Metode yang digunakan adalah metode X-Ray Fluorescence (XRF). Hasil identifikasi sampel cangkang siput gong-gong menunjukkan bahwa sebagian besar komposisi yang terkandung dalam cangkang siput gong-gong adalah CaO sebesar 55,51% dan SiO₂ sebesar 0,21%, sedangkan sisanya adalah besi, aluminium, potassium dan elemen-elemen lainnya. Berdasarkan hasil identifikasi kandungan kimia dengan metode WD-XRF Fussion yang diperoleh, menunjukkan bahwa cangkang siput gong-gong memiliki kandungan tertinggi yakni Ca sebagai elemen penyusun utama CaCO₃ yang dapat dijadikan sebagai bahan baku sediaan farmasi.

ABSTRACT

Riau Islands Province has abundant marine products, including marine animals. Snail-gong is a typical culinary tour of the Riau Islands. The great number of snail-gong enthusiasts causes increased waste of the snail-shell gong. Based on previous studies, waste shells, eggs and snails contain high calcium carbonate. The purpose of this study was to determine the level and chemical content of calcium carbonate contained in the waste of the snails' shells (Strombus turturella). The method used X-Ray Fluorescence (XRF). The results of identification of the sample of the snail shells of the gongs indicate that most of the composition contained in the snail shells of the gongs is CaO of 55.51% and SiO₂ of 0.21%, while the rest are iron, aluminum, potassium and other elements. Based on the results of the determination of levels by complexometry and identification by the WD-XRF Fussion method

obtained, it shows that the snail shell has the highest content of Ca as the main constituent element of CaCO₃ which can be used as a pharmaceutical pharmaceutical raw material.

PENDAHULUAN

Provinsi Kepulauan Riau memiliki wilayah perairan yang lebih mendominasi dari wilayah daratan, dengan hasil laut yang melimpah seperti ikan, kepiting dan kerang. Potensi ini akan menunjang untuk dilakukan pengelolaan dan pemanfaatan sumberdaya dibidang tersebut (Dody, 2011). Kerang merupakan hewan laut yang mengandung banyak kalsium dan bersifat basah, yang kini banyak dimanfaatkan dagingnya saja, sedangkan cangkang kerang belum dimanfaatkan secara optimal. Tercatat hanya 20% dari limbah cangkang kerang yang diproduksi sebagai pakan, kerajinan dan produk lain. Siput gong-gong merupakan biota laut yang termasuk dalam jenis kerang-kerangan yang menjadi makanan khas masyarakat pesisir di daerah Kepulauan Riau. Tidak hanya penduduk lokal, kini siput gong-gong juga diburu para wisatawan internasional sehingga secara ekonomis siput gong-gong ini sangat menarik perhatian para nelayan karena tingginya tuntutan pasar untuk menyuplai ke restoran-restoran makanan laut (Rosady et al., 2016).

limbah pengolahan perikanan, saat ini banyak dimanfaatkan sebagai upaya mengurangi pencemaran lingkungan dan meningkatkan nilai tambah. berbagai macam penelitian pun telah dilakukan, dengan mengolah cangkang sebagai sumber kalsium, kitin dan kitosan dalam limbah rajunga (Handayani & Faisal, 2017). Kalsium dalam limbah cangkang rajungan, bermanfaat sebagai bahan alternatif untuk menguatkan gigi dan tulang dalam bidang farmasi dan kesehatan (Arbia et al., 2013). Kalsium karbonat atau CaCO₃ merupakan zat yang umumnya ditemukan pada batuan di seluruh bagian dunia, dan menjadi komponen utama cangkang organisme laut, siput mutiara dan kulit telur (Rusdi, 2013).

Para peneliti yakin, penggunaan kadar kalsium karbonat (CaCO₃) dalam cangkang seperti limbah cangkang keong mas, kepiting, kerang darah dan bekicot, bisa digunakan sebagai sumber CaO alami dengan metode XRF senilai 86,86 persen (Nurlaela et al., 2014). CaO alami yang diperoleh dari limbah cangkang menunjukkan potensi yang baik karena selain ramah lingkungan, juga berbiaya rendah (Kurniawan et al., 2019). Dalam penelitian ini peneliti memanfaatkan limbah cangkang siput gong-gong (*Strombus turturella*) sebagai sumber kalsium karbonat yang alami.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu XRF (X-Ray Fluorecence) (PANalytical Epsilon 3), neraca analitik (Kenko), oven (Drying Oven), ayakan mesh 100, buret asam (Pyrex) 50 mL, lumpang dan alu, statif dan klem, labu takar (Iwaki) 500 mL, 250 mL, 100 mL dan 25 mL, gelas kimia (Iwaki) 1000 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL, Erlenmeyer (Pyrex) 250 mL, pipet volume (Iwaki) 25 mL, pipet skala (Iwaki) 10 mL dan 5 mL, batang pengaduk (Iwaki), bulp (D&N) dan botol semprot.

Bahan

Bahan yang digunakan pada percobaan ini adalah tepung cangkang siput gong-gong, kalsium karbonat (Merck), ammonium klorida (NH_4Cl) (Brataco chemica), ammonia (NH_3) (Brataco chemica), aquades, asam klorida (HCl) 2N (Merck), Dinatrium Etilen Diamine Tetra Asetat (Na_2EDTA) (Brataco chemica), indikator Eriochrom Black T (EBT) (Merck) dan kertas pH indikator universal (NESCO).

Prosedur Penelitian

1. Uji Kualitatif Kalsium

- Uji Nyala Kalsium

Tepung cangkang siput gong-gong diletakkan dijarum ose lalu di bakar diatas bunsen, sampel positif mengandung kalsium karena menunjukkan warna nyala orange (Masfria et al., 2018).

- Uji dengan Larutan Ammonium Oksalat

Masukkan 2 ml larutan sampel kedalam tabung reaksi, ditambahkan 1 ml ammonium oksalat. Jika hasil perubahan warnanya berwarna endapan putih berarti sampel mengandung kalsium (Vogel, 1985).

2. Pembakuan Larutan Titer Na_2EDTA

Timbang saksama 100 mg kalsium karbonat, masukkan kedalam labu erlenmeyer 250 mL. Kemudian, larutkan dengan 2 mL larutan HCl 2 N, lalu tambahkan 25 mL aquades. Selanjutnya, tambahkan 15 mL larutan dapar NH_4Cl pH 10 dan 100 mg indikator EBT.

3. Penentuan Kadar CaCO_3 yang Terkandung dalam Cangkang Siput Gong-gong dengan Metode Kompleksometri

Sampel dipipet sebanyak 25 mL ke dalam erlenmeyer 250 mL. Lalu ditambahkan larutan buffer Ammonium klorida pH 10 sebanyak 10 mL dan beberapa tetes indikator EBT. Dimasukkan EDTA ke dalam buret 50 mL. Kemudian larutan cangkang dititrasasi dengan EDTA hingga terjadi perubahan warna dari ungu atau merah anggur menjadi biru. Lalu dicatat volume titran yang digunakan dan dihitung kadar kalsium yang terkandung dalam sampel (Syurgana et al., 2017).

4. Identifikasi Kandungan Kimia CaCO_3 dari Cangkang Siput Gong-gong dengan Metode WD-XRF Fussion

Tepung cangkang gong-gong ditimbang sebanyak 306 gram, kemudian tambahkan X-Ray Flux dan homogenkan. Campuran tersebut dimasukkan kedalam gelas sampel (bead), lalu tekan tombol on pada alat. Selanjutnya, lelehkan sampel dengan suhu 10000C - 12000C. Catat berat sampel sebelum dan sesudah dianalisis untuk menentukan nilai total LOI (Loss on ignition) (Brouwer, 2010)

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Uji Kualitatif Kalsium

Tabel 1. Hasil analisis kualitatif (Ca) pada cangkang siput gong-gong

Metode Uji	Sampel	Pereaksi	Hasil	Pustaka	Ket
Uji nyala	Tepung cangkang siput gong-gong	Nyala bunsen	Warna merah bata	Warna merah bata	+
Ammonium Oksalat	Larutan Tepung cangkang siput gong-gong	1 ml ammonium oksalat	Endapan putih kecoklatan	Endapan putih kecoklatan	+

Berdasarkan pengujian kualitatif yang telah dilakukan dengan menggunakan dua pereaksi yaitu; uji nyala dan ammonium oksalat. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada tabel 1 reaksi uji nyala sampel positif mengandung kalsium karena menunjukkan warna nyala merah bata. Warna nyala yang dihasilkan disebabkan oleh energi yang dibutuhkan untuk mengalami eksitasi. Energi ini akan berkorelasi dengan panjang gelombang radiasi suatu atom pada saat kembali ke keadaan dasar. Panjang gelombang yang dihasilkan ini menentukan warna apa yang dihasilkan. Hasil yang sama ditunjukkan pada penelitian Masfria et al., (2018) dengan sampel buah nangka (*Artocarpus eterophyllus* Lamm.).

Uji kualitatif selanjutnya yaitu uji dengan larutan Ammonium Oksalat. Hasil yang diperoleh terbentuk endapan putih, hal tersebut menandakan sampel positif mengandung kalsium (Vogel, 1985). Hasil yang sama juga diperoleh pada penelitian yang dilakukan oleh Mirna (2009) dengan sampel susu kambing dan susu sapi serta Agustina et al., (2017) dengan sampel bayam hijau (*Amaranthus tricolor* L).

2. Pembakuan Larutan Titer Na₂EDTA

Tabel 2. Volume Na₂EDTA 0,05 mmol/mL pada pembakuan EDTA dengan kalsium karbonat

No	Berat Kalsium Karbonat (g)	Volume Na ₂ EDTA 0,05 mmol/mL
1.	0,100	23,5
2.	0,103	21,2
3.	0,102	22,3
Rata-rata	0,102	22,3

Analisis kuantitatif yang dilakukan untuk mengetahui kandungan kalsium pada cangkang siput gong-gong, maka dilakukan penentuan kadar kalsium dengan metode titrasi kompleksometri menggunakan titran EDTA dengan bantuan indikator EBT. Metode titrasi

kompleksometri digunakan karena metode ini cocok untuk penentuan ion logam seperti kalsium. Pada metode ini digunakan titran EDTA karena pada titrasi kompleksometri yang memiliki prinsip pembentukan kompleks dengan ion logam memiliki syarat yaitu reaksi antara ion logam dengan ligan harus membentuk ion kompleks yang stabil. Ligan polidentat dibutuhkan untuk membentuk ikatan kompleks yang stabil karena mampu mencengkram atom logam dengan sangat kuat. Salah satu contoh ligan polidentat yaitu EDTA yang memiliki enam pasang elektron bebas, sehingga mampu mencengkram atom pusat dengan sangat kuat (Puspitasari, 2014).

Setiap penggunaan metode titrasi selalu menggunakan indikator. Indikator yang digunakan pada analisis ini adalah Eriochrome Black T (EBT). Penggunaan EBT pada larutan sampel yang mengandung kalsium akan menunjukkan perubahan warna larutan sampel menjadi merah jambu pada kondisi pH 10. Metode ini sangat bergantung dengan perannya pH karena akan mempengaruhi selektivitas kompleks. Kondisi pH harus diatur pada kondisi tertentu karena jika pH terlalu basa maka dikhawatirkan akan terbentuk endapan senyawa hidroksida dari logamnya yaitu $\text{Ca}(\text{OH})_2$, sehingga hasil yang diperoleh tidak sesuai. Namun jika pH terlalu asam, maka EDTA akan mengikat H^+ terlebih dulu kemudian ion kalsium sehingga volume EDTA yang digunakan lebih banyak, oleh sebab itu hasil yang diperoleh tidak sesuai (Azis et al., 2019). Titik akhir titrasi telah tercapai ditandai dengan berubahnya warna larutan dari merah jambu menjadi biru. Hal ini juga dapat menunjukkan bahwa semua kalsium dalam sampel telah menjadi kompleks (Nielsen, 2010).

Sebelum digunakan, EDTA perlu dilakukan pembakuan terlebih dahulu karena EDTA merupakan larutan baku sekunder yaitu larutan baku yang konsentrasinya tidak diketahui secara pasti karena bahan yang digunakan untuk membuat larutan tersebut memiliki kemurnian yang rendah sehingga diperlukan pembakuan terlebih dahulu agar diketahui konsentrasi bakunya. Volume titran yang digunakan selama titrasi sebanding dengan kadar ion logam (kalsium) dalam sampel. Pembakuan EDTA ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Volume titran pada pembakuan EDTA sebanyak 22,3 mL dengan hasil perhitungan dapat dilihat pada lampiran 2 yaitu 0,05 M. Konsentrasi ini sesuai dengan konsentrasi yang ingin dibuat yaitu 0,05 M.

3. Penentuan Kadar CaCO_3 yang Terkandung dalam Cangkang Siput Gong-gong dengan Metode Kompleksometri

Tabel 3. Volume Na_2EDTA 0,05 mmol/mL pada penetapan kadar kalsium karbonat yang terkandung dalam limbah cangkang siput gong-gong

No	Berat sampel Tepung cangkang gong-gong (g)	Volume Na_2EDTA 0,05 mmol/mL
1.	0,101	21,5
2.	0,105	22,5
3.	0,105	22,2
Rata-rata	0,104	22,1

Berdasarkan data yang diperoleh pada tabel 3, kadar kalsium cangkang siput gong-gong sebesar 39,23%. Penelitian ini sejalan dengan penelitian sebelumnya, dengan hasil yang diperoleh kadar cangkang telur ayam kampung 35,2%, cangkang telur puyuh 38,1% dan cangkang telur bebek 46,8% (Azis et al., 2019), 7,53% (Syurgana et al., 2017).

4. Identifikasi Kandungan Kimia CaCO_3 dari Cangkang Siput Gong-gong dengan Metode WD-XRF Fussion

Tabel 4. Hasil Identifikasi Kandungan Kimia Kalsium Karbonat dengan Metode WD-XRF Fussion

Unsur	Senyawa	Kadar (%)
Silicon	SiO_2	0.21
Aluminium	Al_2O_3	<0.01
Sodium	Na_2O	0.05
Potassium	K_2O	0.01
Magnesium	MgO	0.03
Ferri	Fe_2O_3	0,04
Calcium	CaO	55.51
Nilai LOI		43.81

Berdasarkan tabel 4 hasil identifikasi sampel cangkang siput gong-gong menunjukkan bahwa komposisi yang terkandung dalam cangkang siput gong-gong adalah CaO sebesar 55,51%, SiO_2 0,21%, Na_2O 0,05%, Fe_2O_3 0,04%, MgO 0,03%, K_2O 0,01% dan Al_2O_3 <0,01% serta nilai LOI (senyawa oksida yang hilang) sebesar 43.81%. Hasil yang diperoleh dengan komposisi yang hampir sama pada penelitian identifikasi kandungan material perekat pada benteng purba kawasan aceh yang dilakukan oleh Fitri et al., (2016) menunjukkan bahwa adanya kecocokan hasil antara sampel batu kapur yang tersusun sebagian besar senyawa kalsit (CaCO_3) dengan sampel cangkang siput gong-gong. Penelitian ini sejalan dengan penelitian sebelumnya, tetapi menggunakan sampel yang berbeda seperti limbah tulang ikan tenggiri, cangkang keong mas, cangkang bekicot, cangkang kepiting dan cangkang kerang darah. Hasil penelitian menunjukkan kandungan CaO masing-masing cangkang berturut-turut yaitu 50,814% (Anggresani et al., 2019) 86,86% (Puspitasari et al., 2018), 98,629% (Kurniawan et al., 2019), 40-70% (Raya et al., 2015) dan 99,09% (b/b) (Nurhayati et al., 2016). Berdasarkan dari uraian tersebut cangkang siput gong-gong ini mengandung kadar CaO lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa lain yang terkandung didalamnya, dimana CaO merupakan senyawa oksida yang terbentuk dari hasil pemanasan CaCO_3 untuk membebaskan CO_2 dengan suhu tinggi.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian identifikasi kandungan kimia kalsium karbonat pada limbah cangkang siput gong-gong dengan metode WD-XRF Fussion, maka dapat disimpulkan komposisi kandungan kimia kalsium karbonat dalam cangkang siput gong-gong adalah CaO sebesar 55,51% dan SiO_2 sebesar 0,21%, sedangkan sisanya adalah besi, aluminium, potassium dan elemen-elemen lainnya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada KEMENTRISTEKDIKTI yang telah mendanai penelitian ini tahun Anggaran 2019.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, A. S., Choiril., & Hidayat, R. (2017). Pengaruh Perebusan Terhadap Kadar Kalsium Pada Bayam Hijau (*Amaranthus tricolor*, L) Dengan Metode Kompleksometri. *Motorik*, 12, 55.
- Anggresani, L., Perawati, S., & Juni Rahayu, I. (2019). Limbah Tulang Ikan Tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) Sebagai Sumber Kalsium Pada Pembuatan Hidroksiapatit. *Jurnal Katalisator*, 4(2), 133.
- Arbia, W., Leila, A., Lydia, A., Abdlatief, A. (2013). Chitin extraction from crustacean shell by biological methods – a review. *Food Technology and Biotechnology*, 51(1), 12–25.
- Azis, M. Y., Putri, T. R., Aprilia, F. R., Ayuliasari, Y., Hartini, O. A. D., & Putra, M. R. (2019). Eksplorasi Kadar Kalsium (Ca) dalam Limbah Cangkang Kulit Telur Bebek dan Burung Puyuh Menggunakan Metode Titrasi dan AAS. *Al-Kimiya*, 5(2), 74–77.
- Brouwer, P. (2010). *Theory of XRF*. Almelo: PANalytical BV (third). The Netherlands.
- Dody, S. (2011). Pola Sebaran, Kondisi Habitat dan Pemanfaatan Siput Gonggong (*Strombus turturella*) di Kepulauan Bangka Belitung. *Oseanologi Dan Limnologi Di Indonesia*, 37(2), 339–353.
- Fitri, N., Yusibani, E., Yufita, E. (2016). Identifikasi Kandungan Material Perekat pada Benteng Purba di Kawasan Aceh Besar Menggunakan XRF Identification of Adhesive Material Substance in Ancient Fortress Located at Aceh Besar using XRF. *Physics Sociesty*, 5(2), 14–18.
- Handayani, L., & Faisal, S. (2017). Isolasi dan Karakterisasi Nanokalsium dari Cangkang Tiram (*Crassostrea gigas*). *JPHPI*, 20(3).
- Kurniawan, E., Asril, A., & Ningsih, J. R. (2019). Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Oksida dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*), 01(2), 50–54.
- Masfria., Maulidar, N.P., Haro, G. (2018). Penetapan Kadar Kalium , Kalsium , Natrium Dan Magnesium Dalam Bunga Nangka (*Artocarpus eterophyllus* Lam .) Jantan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Determination Of Potassium , Calcium , Sodium And Magnesium In Male Jackfruit Flowers (*Artocarpus het*. *Media Farmasi*, 15(2), 81–87.
- Mirna, A. S. (2009). Penetapan Kadar Kalsium Dan Magnesium Pada Susu Kambing Dan Susu Sapi Secara Kompleksometri. *USU Repository*.
- Nielsen, S. . (2010). *Food Analysis* (4th ed). New York: Springer Science Bisnis Media, LLC.
- Nurhayati., Muhdarina., Linggawati, A., Anita, S., & Amri, T. A. (2016). Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from Anadara Granosa Shell for Biodiesel Synthesis. *KnE Engineering*, 1(2015), 1–8.

- Nurlaela, Dewi S. U., Dahlan, K., Soejoko, D. S. (2014). Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam dan Bebek sebagai Sumber Kalsium untuk Sintesis Mineral Tulang. *Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia*, 10(1), 81–85. <https://doi.org/10.15294/jpfi.v10i1.3054>
- Puspitasari, A., Raya, I., Anshar, A.M., M. (2018). Karakterisasi Keong Mas Sebagai Bahan Dasar Pembuatan Hidroksiapatit Menggunakan XRF. *Departemen Pengetahuan Alam, Fakultas Kimia Matematika*, 1–2.
- Puspitasari, I. D. (2014). *Kimia Analitik Dasar dengan Strategi Problem Solving dan Open-Ended Experiment*. Bandung: Alfabeta.
- Rahayu, S., Kurniawidi, W. D., Gani, A. (2018). Pemanfaatan Limbah Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada Maxima*) Sebagai Sumber Hidroksiapatit. *Jurnal Pendidikan Fisika Dan Teknologi*, 4(2), 226.
- Raya, I., Mayasari, E., Yahya, A., M. Syahrul., Latunra A. Ilham. (2015). Synthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite Derived from Crabs Shells (*Portunus pelagicus*) and Its Potency in Safeguard against to Dental Demineralizations. *International Journal of Biomaterials*, 2015.
- Rosady, P. V., Astuty, S., Prihadi, J. D. (2016). Kelimpahan Dan Kondisi Habitat Siput Gonggong (*Strombus Turturella*) Di Pesisir Kabupaten Bintan, Kepulauan Riau. *Jurnal Perikanan Kelautan*.
- Rusdi. (2013). Pembuatan Kalsium Karbonat Dari Batu Kapur Bukit Tui Kota Padang Panjang. *Pembuatan Kalsium Karbonat Dari Batu Kapur Bukit Tui Kota Padang Panjang*, 5(2).
- Syurgana, U. M., Febrina, L., Ramadhan, M. A. (2017). Formulasi Pasta Gigi dari Limbah Cangkang Telur Bebek. *Laboratorium Farmaka, Kefarmasian Farmasi, Fakultas Mulawarman*, (November), 7–8.
- Utari, P. W. (2018). Pembuatan Pasta Gigi Herbal Berbahan Dasar Kalsium Karbonat (CaCO_3) Dari Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada maksima*).
- Vogel. (1985). *Buku Teks Anorganik Kulitatif Makro dan Semimikro (Kedua)*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.