

**PENGARUH PROSENTASE ABSORBEN YANG BERBEDA TERHADAP
KARAKTERISTIK HASIL EKSTRAK
TULANG HIU (*Prionace glauca*)**

***THE EFFECT OF DIFFERENT PROCENTAGE OF ABSORBEN ON THE
CHARACTERISTICS OF EXTRACT RESULTS BONE SHARK (*Prionace glauca*)***

Hidayatus Solihah ¹, Titiek Indhira Agustin ^{2*}, Wahyu Sulistyowati ³

Jurusan Perikanan, Fakultas Teknik dan Ilmu Kelautan
Universitas Hang Tuah, Surabaya.

Jl. Arief Rahman Hakim 150, Surabaya 60111

hidayatus20@gmail.com ¹, titiek.indhira@hangtuah.ac.id ^{2*}, suliswahyu@gmail.com ³

* Penulis Korespondensi : titiek.indhira@hangtuah.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pemberian prosentase absorben yang berbeda terhadap karakteristik hasil ekstrak tulang hiu. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen dengan melakukan studi kasus. Karakterisasi ekstrak tulang hiu menggunakan uji organoleptik, uji gugus fungsi menggunakan *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR), uji sifat fisik kristal menggunakan *x-ray diffraction* (X-RD), dan uji sifat *thermal* menggunakan *differential scanning calorimetry* (DSC). Hasil perlakuan terbaik berdasarkan uji organoleptik adalah perlakuan A yaitu dengan penambahan Avicel (90%), Cab osil (12,5%), dan *Hydroxypropyl methylcellulose* (HPMC) (1%) dengan karakteristik hasil ekstrak pada gugus fungsi yang identik dengan gugus fungsi glukosamin dan kondroitin standar, sifat fisik kristal yang sama dengan glukosamin standar dan titik lebur yang sama dengan glukosamin dan kondroitin standar.

Kata kunci : Ekstrak Tulang Hiu , Glukosamin, Khondroitin

ABSTRACT

This study aims to determine the effect of giving different percentages of absorbent on the characteristics of shark bone extract results. The method used in this study is the experimental method by conducting a case study. Characterization of shark bone extract using organoleptic test, functional group test using fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), crystal physical properties test using x-ray diffraction (X-RD), and thermal properties test using differential scanning calorimetry (DSC). The best treatment results based on organoleptic tests are treatment A, namely by adding Avicel (90%), Cab osil (12.5%), and Hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) (1%) with the characteristics of extracts on functional groups that are identical to standard glucosamine and chondroitin functional groups. The same physical properties of crystals as standard glucosamine, and the same melting point with standard glucosamine and chondroitin.

Keywords: *Shark Bone Extract, Glucosamine, Chondroitin*

PENDAHULUAN

Ikan hiu termasuk hewan bertulang belakang yang seluruhnya terdiri dari tulang rawan. Tulang rawan ikan mengandung protein, kalsium, fosfor, karbohidrat, air, serat, lemak, energi, serta komponen alamiah lainnya sebagai nutrisi Felzenszwalb, Pelielo, Bernardo (2000) dalam Kasfo (2011).

Tulang rawan hiu terdiri dari kolagen, asam amino, mineral, dan glikosaminoglikan. Ini mengandung lebih dari 40% protein kolagen murni ditambah asam amino esensial dan asam amino non esensial. Collalagen dan asam amino diperlukan untuk elastisitas jaringan, kulit fissured, ligamentum, dan penyembuhan tendon, dan pertumbuhan dan peremajaan kulit dan jaringan ikat. Penelitian sebelumnya mengungkapkan bahwa tulang rawan ikan hiu memiliki 30,74% protein dan 10.673,59 ppm kalsium. Kandungan total asam amino adalah 23,66% protein, tetapi komposisi asam aminonya lebih tinggi daripada PAP (Pola Asam Amino Provisional). Glucosamine dan chondroitin adalah glukosa amino sebagai komponen utama tulang rawan ikan hiu. Kedua senyawa bertindak untuk menstimulasi pembentukan glikosaminoglikan, proteoglikan, dan asam hialuronat. Studi klinis telah menunjukkan bahwa glukosamin membantu mengurangi gejala radang sendi dalam waktu singkat, glukosamin telah diuji dan menunjukkan gejala-gejala efektif pasien osteoarthritis. Glukosamin juga bisa mengambil peran protektif terhadap penyakit modifikasi dalam kasus osteoarthritis dengan memberikan efek anti-katabolik dan aktivitas anti-inflamasi pada kondrosit (Agustin, Wahyu, dan Yatmasari, 2016).

Pasuma (2018) meneliti tentang ekstraksi dan karakterisasi hasil ekstrak tulang hiu (*Prionace glauca*) yang membandingkan antara ekstrak tulang hiu

tanpa absorben dan menambahkan absorben yaitu Avicel 90% dan HPMC 1%, dan cab osil 10%, dari penambahan bahan tersebut didapat hasil ekstrak tulang hiu yang mengalami peningkatan kestabilan, yaitu menyebabkan permukaan mikrostuktur hasil ekstrak tulang hiu yang lebih halus dan padat, namun kelemahannya yaitu masih terdapat kesulitan saat pemanenan dari labu *freeze dry*, oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh prosentase absorben yang berbeda terhadap karakteristik hasil ekstrak tulang hiu. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh prosentase absorben yang berbeda terhadap karakteristik hasil ekstrak tulang hiu (*Prionace glauca*).

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juni 2018 sampai Desember 2018. Tulang hiu yang digunakan diperoleh dari industri pembekuan ikan di Sidoarjo. Preparasi tulang hiu dan ekstraksi dilakukan di Laboratorium Pengolahan Hasil Perikanan, Progam Studi Perikanan, Fakultas Teknik dan Ilmu Kelautan Universitas Hang Tuah Surabaya. Uji karakteristik hasil ekstrak tulang hiu dilakukan di Laboratorium Material dan Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). Pengeringan dengan *freeze dry* di Unit Layanan Pengujian Universitas Airlangga.

Alat yang digunakan dalam penelitian terdiri dari 3 bagian yaitu preparasi tulang, ekstraksi dan karakterisasi. Peralatan yang digunakan dalam preparasi tulang antara lain : pisau, mesin pengering, loyang, timbangan shimadzu dengan ketelitian 0,01g, ayakan ukuran 80 mesh, blender, plastik klip dan *freezer* dengan suhu -20°C. Peralatan yang digunakan untuk ekstraksi antara lain : *beaker glass*, gelas ukur, termometer, batang pengaduk, aluminium foil,

erlenmeyer, hot plate magnetic stirrer, sentrifugator merk health made in RRC. Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi tulang hiu antara lain : X-Ray Diffraction (XRD), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bahan utama yaitu tulang hiu segar bagian punggung, aquades, hexan, bahan kimia uji penstabil hasil ekstrak tulang hiu antara lain : Avicel, Cab osil, dan Hydroxypropyl methylcellulose (HPMC).

Proses ekstraksi tulang hiu adalah sebagai berikut : tulang hiu dicuci dengan air mengalir dan ditiriskan \pm 1 jam setelah itu dipotong – potong, kemudian dikeringkan. Proses pengeringan dilakukan menggunakan mesin pengering pada suhu 50°C selama 2 hari (6 jam/hari). Tulang hiu yang telah kering selanjutnya ditepungkan dengan blender dan di ayak menggunakan ayakan ukuran 80 mesh. Tulang hiu yang telah ditepungkan ditampung dalam kantong plastik dan disimpan dalam freezer pada suhu -20°C sampai dilakukan ekstraksi. Sebelum proses ekstraksi tepung tulang hiu dicuci dengan hexan 1 : 2,5 (b/v) diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam. Tepung tulang dipisahkan dengan hexan dengan cara dekantasi. Tepung tulang hiu selanjutnya diangin angin selama semalam untuk menguapkan hexan. Tepung tulang yang telah di cuci dengan hexan selanjutnya di ekstraksi menggunakan aquades dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) dengan menggunakan hot plate magnetic stirrer selama 8 jam pada suhu 50°C selanjutnya disentrifuse pada kecepatan 4000 rpm selama 20 menit dan menghasilkan filtrat. Filtrat ditampung dalam erlenmeyer dan disimpan di freezer pada suhu -20°C sampai dilakukan pengeringan dengan freeze dry.

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen dengan melakukan studi kasus, dengan pemberian perlakuan pada hasil ekstrak sebelum dilakukan freeze dry. Perlakuan yang diberikan adalah penambahan absorben yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perlakuan Penambahan Absorben

Perlakuan	Bahan Absorben		
	Cab osil	Avicel	HPMC
A	12,5%	90%	1%
B	15%	90%	1%
C	20%	90%	1%

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Rendemen Hasil Ekstrak Tulang Hiu

Rendemen dihitung berdasarkan hasil freeze dry dibandingkan dengan hasil perhitungan seharusnya dimana berat hasil freeze dry tanpa absorben dijumlah dengan berat absorben. Perhitungannya yaitu : sampel A freeze dry hasil ekstrak tanpa absorben + berat absorben (3,17g + 3,321g = 6,491g) kemudian dibandingkan dengan hasil freeze dry yang didapat dan dikalikan 100% (4,37g : 6,491g x 100% = 67,32%), sampel B freeze dry hasil ekstrak tanpa absorben + berat absorben (3,17g + 3,43g = 6,6g) kemudian dibandingkan dengan hasil freeze dry yang didapat dan dikalikan 100% (4,47g : 6,6g x 100% = 67,72%), dan sampel C freeze dry hasil ekstrak tanpa absorben + berat absorben (3,17g + 3,53g = 6,7g) kemudian dibandingkan dengan hasil freeze dry yang didapat dan dikalikan 100% (5,34g : 6,7g x 100% = 79,7%). Data rendemen dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data Rendemen Hasil Ekstrak

Sampel	Volume Filtrat (ml)	Hasil Freeze Dry (g)	Rendemen (%)
A	190	4,37	67,32
B	190	4,47	67,72
C	190	5,34	79,7

Dapat dilihat pada Table 2 bahwa nilai rendemen terbanyak terdapat pada perlakuan C dengan prosentase sebesar 79,7%. Menurut Salamah, *et al* (2008) dalam Prabowo, Henky dan Arief (2014) bahwa prosentase hasil rendemen yang berbeda dipengaruhi oleh pemberian pelarut yang berbeda. Damaiyanti (2015) menyatakan nilai rendemen berbanding terbalik dengan kualitas ekstrak yang dihasilkan, semakin kecil nilai rendemen semakin baik kualitas ekstraksi.

b. Organoleptik Hasil *Freeze dry*

Hasil *freeze dry* kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan berukuran 80-mesh, hasil ayakan memiliki karakteristik organoleptik yang dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Organoleptik Hasil *Freeze Dry*

Sampel	Warna	Aroma	Tekstur	Tingkat kelolosan (%)
A	Putih tulang	Sedikit amis	Serbuk halus	83
B	Putih tulang kecoklatan	Tidak berbau	Serbuk halus sedikit menggumpal	74
C	Putih tulang lebih cerah	Tengik	Serbuk halus menggumpal	44

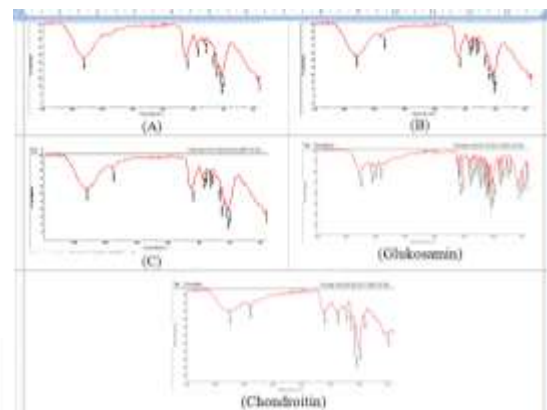
Tabel 3. menyatakan bahwa dilihat dari tingkat kelolosan paling banyak terdapat pada ekstrak tulang hiu yang ditambah dengan perlakuan A dengan tingkat kelolosan 83%, tingkat kelolosan dapat dipengaruhi oleh perbedaan prosentase penambahan cab osil karena menurut (Cabot Corp, 2015) dalam (Puspita, Sulaiman dan Mutmainah, 2017) Cab osil merupakan ekspien yang memiliki beberapa fungsi yaitu meningkatkan sifat alir, kompaktibilitas, dan mencegah perlekatan. Sifat cab osil yang dapat meningkatkan kompaktibilitas menyebabkan hasil ayakan berbeda karena semakin tinggi prosentase yang diberikan maka saat proses penghalusan akan susah untuk dihaluskan sehingga mendapatkan hasil ayakan semakin kecil.

c. Karakterisasi Hasil Ekstrak Tulang Hiu

Karakterisasi dilakukan pengamatan sebagai berikut:

• Hasil Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Uji *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada sampel A, B, dan C. Hasil uji FTIR dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Gugus fungsi hasil ekstrak : A = Cab osil 12,5%, B = Cab osil 15%, C = Cab osil 20%, D = Standar Glukosamin, E = Standar Kondroitin.

Gambar 1. menunjukkan bahwa ketiga sampel tersebut memiliki pita serapan yang sama dengan pembanding glukosamin dan khondroitin standar yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Gugus fungsi

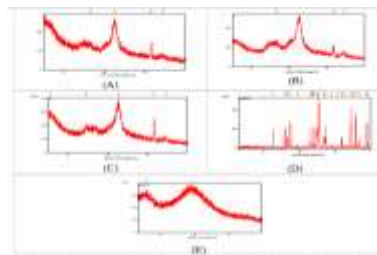
Sampel	Gugus Fungsi		
	O-H	C=C	C-H
A	3335.22 cm^{-1}	1623.91 cm^{-1}	1454.10 cm^{-1}
B	3336.48 cm^{-1}	1624.15 cm^{-1}	1454.52 cm^{-1}
C	3332.48 cm^{-1}	1623.98 cm^{-1}	1453.45 cm^{-1}
Standar D	3278.41 cm^{-1}	1582.36 cm^{-1}	2942.69 cm^{-1}
Standar E	3282.35 cm^{-1}	1631.94 cm^{-1}	2921.98 cm^{-1}

Tabel 4. menunjukkan bahwa gugus fungsi sampel dengan glukosamin dan kondroitin standar yang identik seperti menurut Creswell *et al.* (2005) dalam Pujiastuti (2013) yang menyatakan bahwa

rentang bilangan gelombang yang disebabkan oleh frekuensi regang O-H adalah $3750-3000\text{ cm}^{-1}$. Penelitian ekstraksi glikosaminoglikan dari tulang rawan ikan pari air laut (*Neotrygon Kuhlii*) dan pari air tawar (*Himantura Signifer*) menyatakan bahwa terdapat regang O-H pada bilangan gelombang $3.417,27\text{ cm}^{-1}$ dan $3.430,99\text{ cm}^{-1}$ (Pujiastuti, 2013). Menurut Anonim (2013) bahwa regang C=C terdapat pada gelombang $1640-1680\text{ cm}^{-1}$ dan $3000-2800\text{ cm}^{-1}$. Secara deskriptif hasil uji FTIR terdapat peak – peak yang terindikasi impuritis (pengotor) maka dapat dilakukan metode pemurnian glukosamin dan kondroitin untuk memperoleh kondisi yang optimum, seperti yang dilakukan oleh Suptijah, Bustami, dan Ernawati (2014) dalam penelitian Pemanfaatan Limbah Krustasea Dalam Pembuatan Glukosamin Hidroklorida Dengan Metode Autoklaf dengan cara Proses pembuatan glukosamin dilakukan dengan metode hidrolisis bertekanan menggunakan autoklaf dengan perlakuan variasi konsentrasi asam klorida, tekanan dan waktu proses. Proses diawali dengan penimbangan kitosan kemudian dimasukkan ke dalam larutan HCl dengan rasio sampel: HCl=1:9. Perlakuan konsentrasi HCl 0-22% (v/v) dengan interval konsentrasi 2%. Waktu pemanasan yang diberikan adalah 30, 60, 90, dan 120 menit pada tekanan vakum 0.50 dan 1 atm.

• Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Uji *x-ray diffraction* digunakan untuk mengetahui struktur kristal dari hasil ekstrak dengan perlakuan A, B, dan C dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektogram hasil ekstrak A = Cab osil 12,5%, B = Cab osil 15%, C = Cab osil 20%, D = Standar Glukosamin, E = Standar Kondroitin.

Gambar 2. menunjukan hasil *x-ray diffraction* dari perlakuan A, B dan, C memiliki puncak - puncak yang sama dengan glukosamin standar, dan hanya puncak perlakuan C yang sesuai dengan kondroitin. Hasil yang menyatakan pada posisi 2θ dengan suhu antara suhu $20^\circ - 30^\circ$ mendapatkan puncak yang sama atau mendekati puncak glukosamin standar dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil Spektogram Pada Posisi 2θ

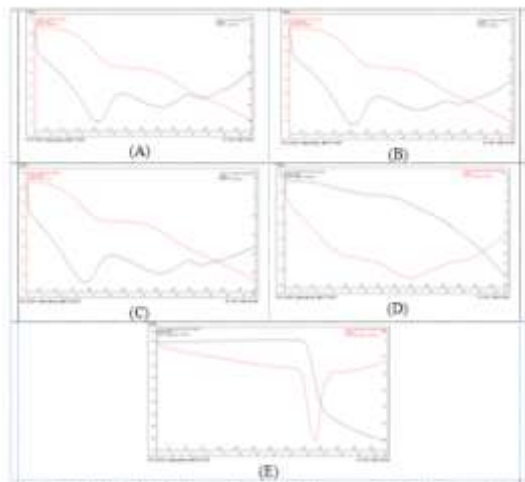
Titik Puncak Pada Posisi 2θ				
Sampel			Glukosamin Standar	Kondroitin Standar
A	B	C		
16.4196	16.5549	5.2892	15.8253	5.3870
22.4120	31.6719	14.5427	16.6740	19.8177
31.6276	34.6032	31.5098	30.5176	
34.4352		34.5617	31.7865	
			34.2646	
			34.3602	
			35.0403	

Hasil uji XRD pada Tabel 5. menunjukan bahwa puncak spektogram hasil ekstrak tulang hiu pada sampel A, dan B memiliki titik puncak sesuai dengan titik puncak yang dimiliki glukosamin standar, sedangkan pada sampel C memiliki titik puncak yang sesuai dengan glukosamin dan kondroitin standar.

• Hasil Uji Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Uji *differential scanning calorimetry* digunakan untuk mengukur energi yang diperlukan untuk mengetahui perbedaan atau persamaan temperatur antara sampel dan pembanding glukosamin dan

kondroitin standar. Dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Thermogram hasil ekstrak A = Cab osil 12,5%, B = Cab osil 15%, C = Cab osil 20%, D = Standar Glukosamin, E = Standar Kondroitin.

Gambar 3. hasil uji DSC antara perlakuan A, B, dan C dengan glukosamin dan kondroitin standar pada rentang suhu 25°C – 300°C dengan kecepatan 10°C/menit menghasilkan kesamaan pada puncak endotermik. Puncak - puncak yang didapat pada uji tersebut dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Puncak Endotermik Dan Eksotermik Pada Hasil Uji DSC

N o	Jenis Sampe l	Puncak Endotermi k	Puncak Eksotermi k
1	A	105°C, 190°C, 235°C	135°C, 2017°C
2	B	104°C, 183°C, 230°C	134°C, 215°C
3	C	95°C, 183°C, 233°C	125°C, 215°C
4	Standar D	180°C	-
5	Standar E	214°C	-

Tabel 6. menyatakan puncak endotermik dimana sampel berada pada fase menyerap panas, perlakuan A, B, dan C berada pada rentang suhu 180°C - 235°C. Umamah (2015) menyatakan terjadinya puncak endoterm ditandai dengan terjadi dekomposisi fasa yang diperlihatkan dengan adanya reaksi endotermal yang diikuti oleh perubahan massa pada temperatur sekitar 100°C terjadi gejala termal, kemungkinan terjadi penguapan air akibat sifat higroskopis material sebelum pemanasan (selama penyimpanan). Menurut Balfas (2012) pada proses pemanasan terjadi perubahan struktur yang mengakibatkan adanya perubahan dalam kapasitas termal bahan tersebut. Analisa termal ini digunakan untuk mendeteksi perubahan fisika (penguapan) dan perubahan kimia (dekomposisi) suatu bahan yang ditunjukkan dengan penyerapan panas (endoterm) untuk mencairkan bahan dan pelepasan panas (eksotermik) untuk menguapkan bahan.

KESIMPULAN

Hasil terbaik dimiliki oleh perlakuan A yaitu dengan penambahan Avicel (90%), Cab osil (12,5%), dan HPMC (1%) ditinjau dari hasil uji organoleptik dengan memiliki karakteristik yaitu gugus fungsi, sifat fisik kristal, dan sifat fisik thermal. Hasil uji organoleptik memiliki warna putih tulang, aroma normal, tekstur serbuk yang halus dan memiliki tingkat kelolos ayakan yang tinggi, yang memiliki gugus fungsi yang identik dengan gugus fungsi glukosamin dan kondroitin standar yaitu O-H, C=C, dan C-H, memiliki sifat fisik kristal yang sama dengan glukosamin standar yang dapat dilihat pada posisi 2θ, dan memiliki titik lebur yang sama dengan glukosamin dan kondroitin standar.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustin T.I, Wahyu S, dan Yatmasari E. 2016. Study on the Biactive Compounds of Shark (*Prionace glauca*) Cartilage and its Inflammatory Activity. . *International Journal of PharmTech Research*. vol.9, no. 1, pp. 171-178.
- Balfas, Aminah. 2012. *Analisis Termal Bionanokomposit Filler Serat Kulit Rotan*. [Skripsi]. Bogor : IPB.
- Damaiyanti, Dian Widya. 2015. Karakterisasi Ekstrak Air Teripang Emas (*Stichopus hermannii*). *Jurnal Kedokteran Gigi*. Vol. 9 No.1.
- Kasfo. 2011. *Kajian Tentang Tulang Rawan Ikan Hiu (Shark Cartilage) Sebagai Obat Rematik, Kanker, Dan Obat Untuk Mengurangi Efek Trauma*.
<http://kasfo.blogspot.com/2011/12/kajian-tulang-rawan-ikan-hiu-sebagai.html>. diakses 14 desember 2011.
- Pasuma. 2018. *Ekstraksi Dan Karakterisasi Hasil Ekstrak Tulang Hiu (Prionace glauca)*. [Skripsi]. Surabaya:UHT.
- Puspita R, Sulaiman T.N.S, dan Mutmainah. 2017. Optimasi Rasio Avicel PH 102 dengan Cab-O-Sil M-5P dan Konsentrasi Crospovidone pada Formula Tablet Piroksikam Sistem Likuisolid. *Majalah Farmaseutik*. vol. 13, no. 1 : 38 – 44
- Pujiastuti, Andri Dwi. 2013. *Ekstraksi Glikosaminoglikan Dari Tulang Rawan Ikan Pari Air Laut (Neotrygon Kuhlii) Dan Pari Air Tawar (Himantura signifer)*. [Skripsi]. Surabaya:IPB.
- Prabowo Y, Henky I, Arief Pratomo. 2014. *Ekstraksi Senyawa Metabolit Sekunder yang terdapat pada Daun Mangrove Xylocarpus granatum dengan Pelarut yang Berbeda*. Universitas Maritim Raja Ali Haji.
- Suptijah P, Bustami I, Ernawati. 2014. Pemanfaatan Limbah Krustasea Dalam Pembuatan Glukosamin Hidroklorida Dengan Metode Autoklaf. *Jurnal Teknologi Perikanan dan Kelautan* .Vol. 5 No. 2: 173-181.
- Umamah, Chairatul. 2015. Studi Analisis Fasa Dan Ukuran Kristal Spinel MgAl₂O₄ Dengan Metode Pencampuran Logam Terlarut Asam Klorida. *Jurnal Pemikiran Penelitian Pendidikan dan Sains*. Vol. 3, No. 6