

Analisis Fasa Kristalin Pada Tulang Sapi Timor Dengan Variasi Waktu Dan Temperatur Pemanasan Dengan Pengujian XRD

Raymundus Soko¹, Erich U.K. Maliwemu², Dominggus G.H. Adoe³

¹⁻³) Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Sains dan Teknik Universitas Nusa Cendana
Jl. Adisucipto, Penfui-Kupang, NTT 85001, Tlp. (0380)881597

*Corresponding author: erich.umbu@staf.undana.ac.id

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi fasa kristalin dari serbuk tulang sapi Timor dan mengkarakterisasi dengan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*). Penelitian ini menggunakan metode analisis hasil XRD (*X-Ray Diffraction*) tulang sapi timor dengan variasi waktu pemanasan. Setelah tulang sapi telah dihaluskan Setelah itu sampel tersebut dioven selama 1 dan 2 jam pada suhu 100°C, lalu sampel diambil 5 gr untuk dilakukan pengujian menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Hasil penelitian menunjukkan variasi waktu 1 jam pada temperatur 100 °C memiliki tingkat kemurnian sebesar 84,07% dengan diameter 32,81 nm, dan *crystallinity* sebesar 85,1%. Dan variasi waktu 2 jam pada temperatur 100°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 76,68% dengan diameter 31,97 nm, dan *crystallinity* sebesar 98,0%.

ABSTRACT

The aim of this research is to identify the crystalline phase of Timor cattle bone powder and characterize it using XRD (X-Ray Diffraction) testing. This research uses a method of analyzing the results of XRD (X-Ray Diffraction) of Timor beef bones with variations in heating time and temperature. After the beef bones have been ground, the sample is oven-treated for 1 and 2 hours at a temperature of 100°C, then 5 grams of the sample is taken for testing using XRD (X-Ray Diffraction). The research results show that a 1-hour time variation at a temperature of 100 °C has a purity level of 84.07% with a diameter of 32.81 nm, and a crystallinity of 85.1%. And a time variation of 2 hours at a temperature of 100°C has a purity level of 76.68% with a diameter of 31.97 nm, and a crystallinity of 98.0%.

Keywords: XRD, Timor Beef Bone, Heating Time Variations,

PENDAHULUAN

Sapi merupakan hewan yang menjadi komoditas pangan utama khususnya di Indonesia. salah satunya wilayah tertinggi pemotongan sapi adalah NTT (Ditjen PKH 2016). Pulau Timor dengan penyebaran populasi sapi potong adalah 65,97% dari total keseluruhan sapi di NTT sejumlah 899.577 ekor (Disnak NTT 2016). Tulang sendiri memiliki sifat dinamis karena secara konstan memperbaharui dirinya sendiri, sebuah proses yang disebut *remodeling*.

Remodeling tulang adalah proses kompleks yang melibatkan resorpsi tulang diikuti dengan pembentukan tulang baru. tujuan remodeling tulang adalah untuk mengatur homeostasis kalsium, memperbaiki kerusakan yang disebabkan oleh olahraga atau

cedera stres ringan, dan membentuk struktur rangka selama pertumbuhan dengan memahami peran dan pentingnya tulang sapi serta proses pengolahan yang tepat di harapkan dapat meningkatkan kualitas dan keamanan produk yang menggunakan tulang sapi sebagai bahan baku. salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kualitas tulang sapi adalah analisis hasil pengujian XRD (*X-Ray-Diffraction*) tulang sapi dengan variasi waktu pemanasan. variasi waktu pemanasan tulang sapi dapat mempengaruhi sifat- sifat kimia dan fisika dari tulang sapi.

Untuk mengidentifikasi perubahan sifat kimiadari tulang sapi akibat perubahan variasi waktu pemanasan adalah dengan uji XRD (*X-Ray Diffraction*). XRD (*X-Ray- Diffraction*) merupakan suatu metode analisis spektroskopi yang menggunakan radiasi inframerah untuk mengukur interaksi molekuler pada bahan.

Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) dapat memberikan informasi tentang perubahan struktur molekul pada tulang sapi akibat perubahan variasi waktu pemanasan. Penelitian mengenai analisis hasil pengujian XRD (*X-Ray -Diffraction*) tulang sapi Timor dengan variasi waktu pemanasan dapat memberikan informasi yang berguna dalam pengembangan produk-produk yang menggunakan tulang sapi timor sebagai bahan dasar. Informasi ini dapat digunakan untuk mengoptimalkan penggunaan tulang sapi timor sehingga produk yang di hasilkan memiliki kualitas yang baik dan aman untuk digunakan.

METODE PENELITIAN

Proses pengovenan dilakukan di Laboratorium Teknik Mesin dan spesimen sampel akan dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju, Fakultas Matematika dan Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Negeri Malang. Dalam penelitian di lab diperlukan alat-alat untuk memudahkan penelitian.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, antara lain: Timbangan digital, Ayakan 200 mesh, Gelas ukur, Gelas kimia, Pipet tetes, Mortar alu, Gerinda, Oven, Blender. Adapun alat yang digunakan untuk analisis fasa kristalin adalah XRD (*X-Ray Diffraction*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ; Tulang sapi Timor Tulang sapi Timor, Aquades(Aquadest), Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 3%

Prosedur Penelitian

Berikut ini adalah jalannya penelitian

- Persiapan alat dan bahan, pada tahap ini peneliti menyiapkan alat dan bahan
- Preparasi sampel, pada tahap ini peneliti melakukan proses preparasi pada sampel
- Pengovenan sampel, pada tahap ini proses pengovenan pada sampel dilakukan dengan variasi waktu 1 dan 2 jam dengan temperatur $100^{\circ}C$, $200^{\circ}C$.

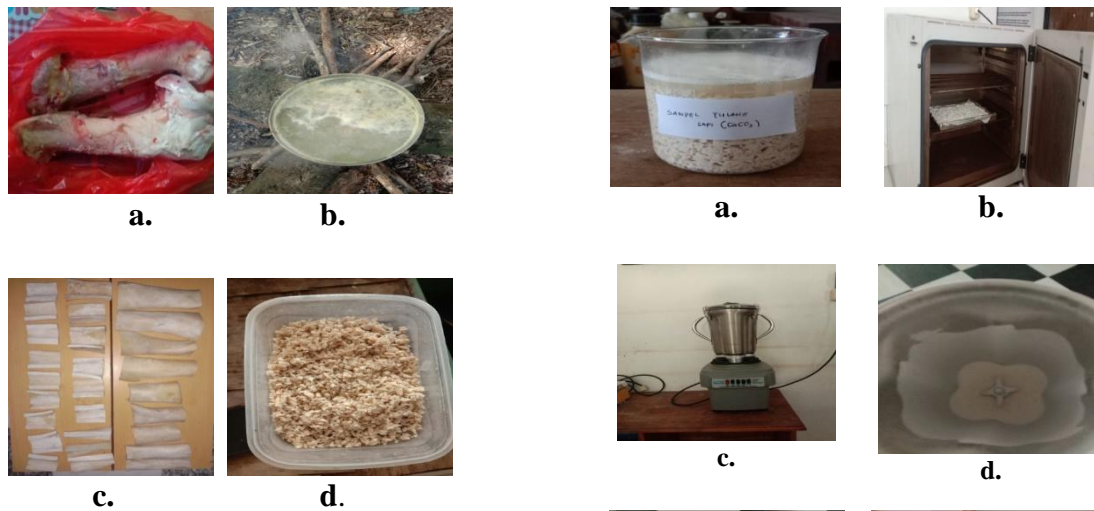
- Melakukan pengujian XRD, pada tahap ini peneliti melakukan pengujian pada sampel
- Analisis data, pada tahap ini peneliti melakukan analisis pada data hasil pengujian XRD sampel
- Hasil dan pembahasan, pada tahap ini peneliti membahas hasil dari penelitian ini
- Kesimpulan, pada tahap ini peneliti memberikan kesimpulan dari penelitian yang dilakukan.

X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah teknik analisis cepat non destruktif yang berfungsi untuk mengidentifikasi fase bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang dimensi unit sel. Bahan yang dianalisis adalah dapat berupa bahan padat (terutama yang mempunyai struktur kristal) berbentuk powder atau tepung. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk menganalisis fase dan mengetahui struktur kristal dan derajat kekristalan dari material yang dihasilkan. Analisis kristal menggunakan difraktometer sinar-X yang dilengkapi dengan pencacah radiasi untuk mencatat sudut dan intensitas difraksi. Sebuah recorder mencatat plot berkas difraksi pada rentang sudut 2-Theta. *X-ray diffraction* (XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Proses Pembersihan Tulang

Gambar 1 menunjukkan Tulang sapi yang mentah yang diambil dari rumah potong hewan (a), kemudian di rebus menggunakan air selama 2 jam fungsinya untuk menghilangkan lemak yang masih menempel pada tulang (b) setelah dibersihkan tulang kemudian di potong ukuran kecil (c), lalu di hancurkan menjadi cacahan kecil menggunakan palu (d).



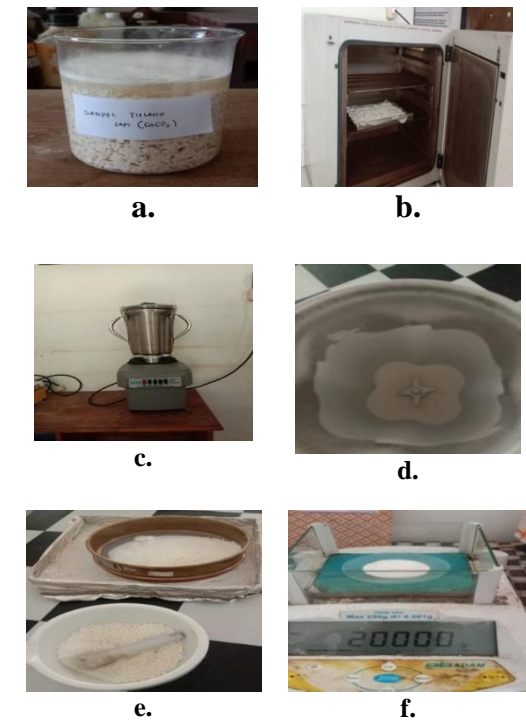
Gambar 1. Proses pemersihan tulang
(Sumber : dokumentasi pribadi)

Proses Preparasi

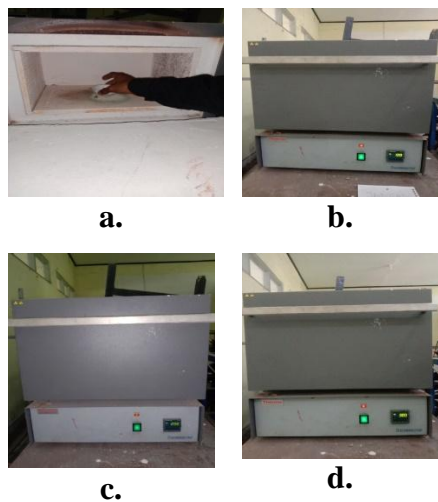
Setelah dihancurkan lalu di cuci menggunakan aquadest dan di rendam dengan larutan H_2O_2 3% selama 5 jam, tujuannya untuk mengubah warna yang kekuningan menjadi putih (a). kemudian setelah di rendam cacahan tulang dikeringkan (b), lalu cacahan tersebut haluskan menggunakan blender (c, d), setelah dihaluskan cacahan yang sudah menjadi serbuk diayak menggunakan ayakan 200 mesh (e), selanjutnya serbuk yang sudah menjadi sampel kemudian ditimbang 20 gr untuk di lakukan pengovenan (f). (Gambar 2).

Proses Pengovenan

Selanjutnya sampel tulang di masukan kedalam oven untuk dikalsinasi (a), pada tahap kalsinasi pertama yaitu menggunakan temperatur $100^{\circ}C$ (b), $200^{\circ}C$ (c), $300^{\circ}C$ (d) dengan variasi waktu 1 jam dan 2 jam. (Gambar 3)



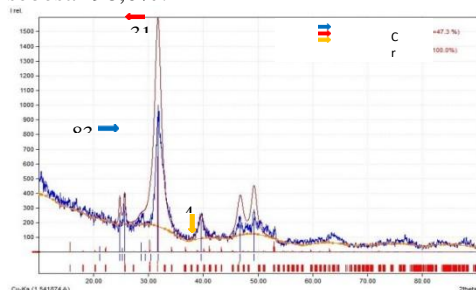
Gambar 2. Proses Preparasi
(Sumber : dokumentasi pribadi)



Gambar 3. Proses pengovenan
(Sumber : dokumentasi pribadi).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menunjukkan hasil uji XRD pada sampel tanpa perlakuan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sebesar 47,3%, dengan diameter 31,87%, dan *crystallinity* sebesar 83,42%. Pada sampel variasi waktu 1 jam dengan temperatur 100°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 84,07%, dengan diameter 32,81% dan *crystallinity* sebesar 85,1%. Kemudian pada temperatur 200°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 70,04%, dengan diameter 31,98 dan *crystallinity* sebesar 35,1%. Lalu pada temperatur 300°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 77,53%, dengan diameter 31,87 dan *crystallinity* sebesar 25,0%. Selanjutnya pada variasi waktu 2 jam dengan temperatur 100°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 76,68%, dengan diameter 31,97% dan *crystallinity* sebesar 98,0%.



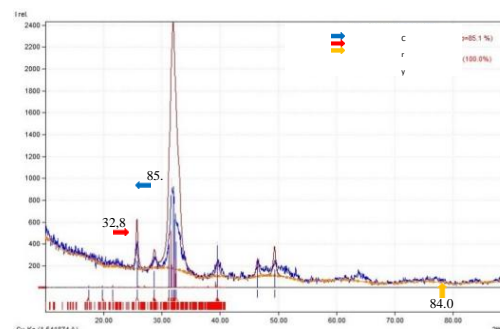
Gambar 4. Hasil uji XRD sampel tanpa perlakuan

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa serbuk tulang sapi yang mengalami kalsinasi pada sampel tanpa perlakuan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sebesar 47,3% dengan diameter 31,87 mm, dan *crystallinity* sebesar 83,42%.

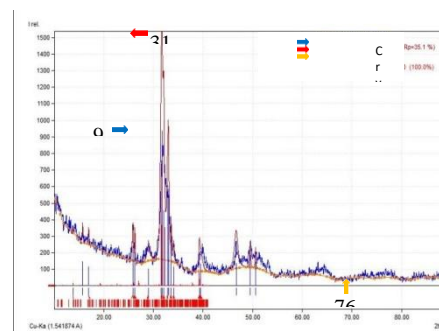
Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa hasil uji XRD pada sampel C261 dengan variasi waktu 1 jam dan temperatur 100°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 84,07% dengan diameter 32,81 mm, dan *crystallinity* sebesar 85,1%.

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa hasil uji XRD pada sampel C264 dengan variasi waktu 2 jam dan temperature 100°C memiliki tingkat kemurnian sebesar 76,68% dengan

diameter 31,97 mm, dan *crystallinity* sebesar 98,0%.



Gambar 5. Hasil uji XRD sampel variasi waktu 1 jam pada temperatur 100°C



Gambar 6. Hasil uji XRD sampel variasi waktu 2 jam pada temperatur 100°C

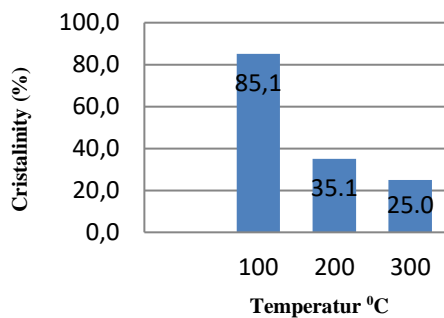
Tabel 1. Hasil uji spectrum XRD

Kandungan	Waktu pemanasan		
	Tanpa Perlakuan	100°C (1 Jam)	100°C (2 Jam)
Crystallinity (%)	83,42%	85,1%	98,0%
Diameter (mm)	31.87	32.81	31,97
Kemurnian (%)	47,3%	84,07	76,68

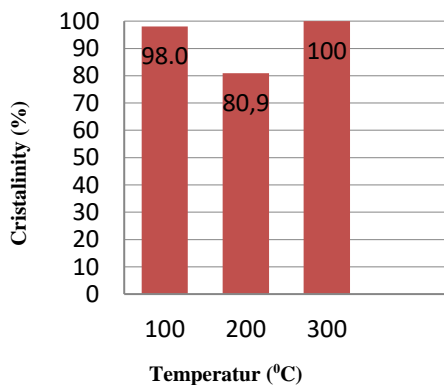
Berdasarkan Tabel 1 diatas dapat dilihat bahwa kristalinitas tulang sapi mendapatkan nilai yang lebih tinggi saat mendapatkan perlakuan kalsinasi selama 2 jam dengan suhu 100°C sebesar 98,0% dan tingkat kristalinitas terkecil terdapat pada sampel tanpa perlakuan

dengan nilai 83,42%. Pada diameternya memiliki nilai tertinggi sebesar 31,97 mm dan nilai diameter terendah terdapat pada sampel tanpa perlakuan dengan nilai 31,87mm, sedangkan kemurniannya memiliki nilai tertinggi sebesar 76,68% dan nilai terendahnya 47,3%.

Grafik pada Gambar 7 hubungan temperatur dan kristalinitas menunjukkan bahwa pengovenan selama 1 jam pada temperatur 100°C kristalinitas mengalami kenaikan yang tinggi dengan presentase 85,1%.



Gambar 7 hubungan temperatur dan crystallinity pada proses kalsinasi selama 1 jam



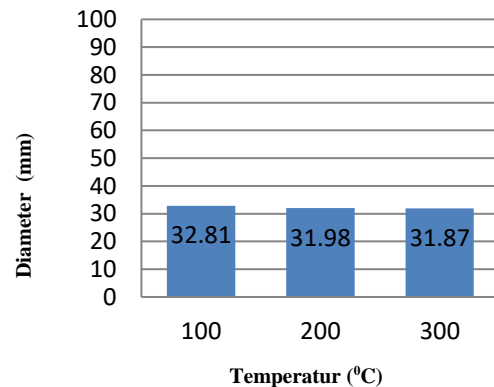
Gambar 8 hubungan temperatur dan crystallinity pada proses kalsinasi selama 2 jam

Grafik pada Gambar 8 hubungan temperatur dan kristalinitas menunjukkan bahwa pengovenan selama 2 jam pada temperatur 100°C kristalinitas mengalami

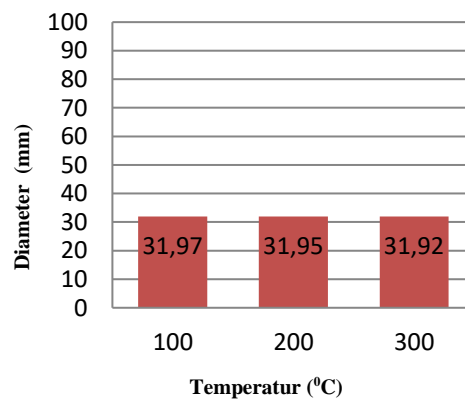
kenaikan yang tinggi dengan presentase 98,0%

Dari grafik diatas dapat didapatkan bahwa serbuk tulang sapi yang mengalami proses pemanasan pada suhu 100°C dengan lama waktu 2 jam memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi sehingga bisa disimpulkan sampel mendekati kekuatan mekanik pada tulang manusia alami.

Grafik pada Gambar 9 hubungan temperatur dan diameter menunjukkan bahwa pengovenan 1 jam pada temperatur 100°C sampel mengalami peningkatan diameter yang tinggi dengan presentase 32,81 mm.



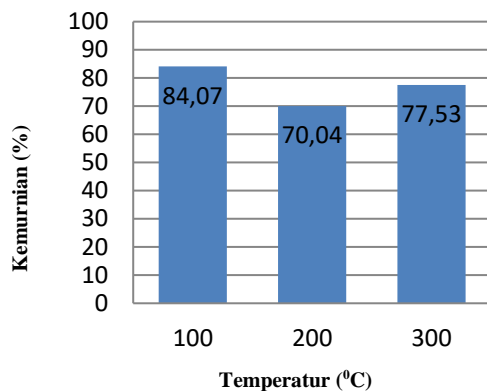
Gambar 9 hubungan temperatur dan diameter pada proses kalsinasi selama 1 jam



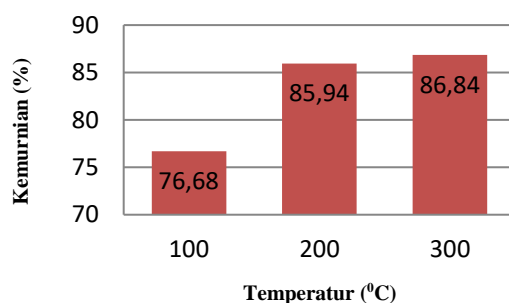
Gambar 10 hubungan temperatur dan diameter pada proses kalsinasi selama 2 jam

Grafik pada Gambar 10 hubungan temperatur dan diameter menunjukkan bahwa pengovenan 2 jam pada temperatur 100°C

sampel mengalami peningkatan diameter yang tinggi dengan presentase 31,97 mm, mengalami penurunan yang lebih rendah dengan presentase 31,92 mm.



Gambar 11 hubungan temperatur dan Kemurnian pada proses kalsinasi selama 1 jam



Gambar 12 hubungan temperatur dan diameter pada proses kalsinasi selama 2 jam

Grafik pada Gambar 11 hubungan temperatur dan kemurnian menunjukkan bahwa pengovenan pada 1 jam dengan suhu 100°C sampel mengalami peningkatan kemurnian yang tinggi dengan presentase 84,07

Dari grafik diatas dapat didapatkan bahwa serbuk tulang sapi yang mengalami kalsinasi pada suhu 100°C dengan lama waktu 1 jam memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sebesar 84,07%.

Grafik pada Gambar 12 hubungan temperatur dan diameter menunjukkan bahwa pengovenan pada 2 jam dengan suhu 100°C sampel memiliki kemurnian dengan presentase 76,68.

Kemurnian menjadi point utama dalam melakukan sintesis pada serbuk tulang sapi, semakin murni hidroksiapatit sintetik yang dihasilkan dan sesuai dengan database JCPDS (Join Committee on Power Diffraction Standards) menandakan bahwa hidroksiapatit sintetik mempunyai kualitas yang baik.(Pratama dan yoppy, 2023).

Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa nilai kristalinitas tertinggi terdapat pada sampel serbuk tulang sapi yang mengalami perlakuan pemanasan pada suhu 100°C dengan lama waktu 2 jam sebesar 98,0%

KESIMPULAN

Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis XRD tulang sapi Timor dengan variasi waktu pemanasan yang dilakukan dalam penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa terdapat perubahan struktur Kristal pada tulang sapi Timor akibat perlakuan pemanasan. Peningkatan suhu pemanasan menyebabkan perubahan pada pola difraksi sinar-X yang menunjukkan adanya perubahan fasa Kristal tulang sapi Timor. Selain itu, perubahan waktu pemanasan juga berpengaruh terhadap intensitas puncak difraksi yang menandakan adanya perubahan pada struktur Kristal tulang sapi Timor.

Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah melakukan analisis lebih lanjut terhadap sifat fisik dan kimia dari tulang sapi Timor setelah melalui perlakuan pemanasan. Selain itu, penelitian dapat dilakukan untuk membandingkan efektivitas berbagai metode pengolahan tulang sapi Timor dalam mempertahankan kualitasnya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. -, I.-, -, G.-, & -, Y. Y. (2018). Karakteristik Hidroksiapatit (HA) Dari Limbah Tulang Sapi dengan Metode

- Mekanik-Termal. *Jurnal Ilmiah Poli Rekayasa*, 13(2), 43. <https://doi.org/10.30630/jipr.13.2.89>
- [2]. Gadis Meinar Sari. (2012). *Mekanisme Gangguan Remodeling Tulang Akibat Latihan Fisik Intensitas Tinggi Melalui Perubahan Kadar Glukokortikoid, Osteoprotegerin, Osteokalsin, C-Telopeptide Dan Jumlah Osteoblas Apoptotik*.
- [3]. Jonathan Adrianto, A. P. S. (2019). Eksperimen Dengan Media Tulang Sapi Sebagai Media Alternatif Produk Interior. *Jurnal Intra*, 7(2), 292–297.
- [4]. Maghfury, T. I. (2020). *Analisis X-Ray Diffraction (XRD) Pada Brazing Aluminium Seri 1000 Dan Stainless Steel Seri 304 Dengan Penambahan Serbuk Tembaga*. 1–29.
- [5]. Nugroho, A. D. (2020). *Analisis X-Ray Diffraction (Xrd) Pada Brazing Antara Aluminium Seri 6061 Dengan Penambahan Filler Alusol Dan Filler Lokal*.
- [6]. Priyanto, D. (2017). Strategi Pengembalian Wilayah Nusa Tenggara Timur sebagai Sumber Ternak Sapi Potong. *Jurnal Penelitian Dan Pengembangan Pertanian*, 35(4), 167. <https://doi.org/10.21082/jp3.v35n4.2016.p167-178>
- [7]. Sabuin, A., Boimau, K., Adoe, D. G. H., & Mesin, J. T. (2015). Pengaruh Temperatur Pengovenan terhadap Sifat Mekanik Komposit Hibrid Polyester Berpenguat Serat Glass dan Serat Daun Gwang. *LONTAR Jurnal Teknik Mesin Undana (LJTMU)*, 2(1), 69–78. <https://ejurnal.undana.ac.id/index.php/LJTMU/article/view/490>
- [8]. Sapi, A. T. (2021). *Amir Mukhlis 1, Nazaruddin 2, Giovani 3*. 2(1), 33–42.
- [9]. Studi, P., Fisika, P., Keguruan, F., Pendidikan, D. E. N. I., & Haluoleo, U. (2010). *X-RD (X-Ray Diffractions)*. *Alc3 06066*.
- [10]. Suhu, P., Waktu, D., Terhadap, K., Hidroksiapatit, K., Tulang, B., Dengan, S., Presipitasi, M., Pratama, Y., & Mesin, J. T. (2016). *Mochamad Arif Irfani*. 7–12.
- [11]. Sumari, S., Prakasa, Y. F., Asrori, M. R., & Baharintasari, D. R. (2020). Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Bajul Mati Kabupaten Malang Menggunakan XRF dan XRD. *Fullerene Journal of Chemistry*, 5(2), 58. <https://doi.org/10.37033/fjc.v5i2.154>
- [12]. Umsb, L. (2016). *MENARA Ilmu Vol. X Jilid 1 No.72 November 2016*. X(72), 153–158.
- [13]. Wulanchayani, E., & Rohmawati, L. (2020). ANALISIS UKURAN KRISTALIN SERBUK CaCO₃/MgO HASIL KALSINASI DOLOMIT. *Inovasi Fisika Indonesia*, 9(2), 21–24. <https://doi.org/10.26740/ifi.v9n2.p21-24>
- [14]. Yuliana, R., Rahim, E. A., & Hardi, J. (2017). Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Basah Pada Berbagai Waktu Pengadukan Dan Suhu Sintering. *Kovalen*, 3(3), 201. <https://doi.org/10.22487/j24775398.2017.v3.i3.9329>