



## ANALISIS PENGARUH PH DALAM SINTESIS KRISTAL KALSIMUM TARTRAT TETRAHIDRAT ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) DARI LIMBAH SEKAM PADI DENGAN METODE GEL METASILIKAT

Andi Nur Fadilah<sup>1</sup>, Mimin Septiani<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Muslim Indonesia, Makassar, Indonesia

<sup>2\*</sup>Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Ujung Pandang, Tamalanrea, Makassar, Indonesia

[dhila2105@gmail.com](mailto:dhila2105@gmail.com)<sup>1</sup>

[septianimimin@gmail.com](mailto:septianimimin@gmail.com)<sup>2\*</sup>

---

**Kata Kunci :**

Sintesis; Gel Metasilikat;  
Sekam Padi; Kristal

**ABSTRAK**

Kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) sebesar 94,4-97,30% pada abu sekam padi dapat disintesis menghasilkan Natrium Silikat. Natrium silikat selanjutnya dimanfaatkan dalam sintesis Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) atau Kristal CaTT. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH dan menentukan pH optimum dari gel metasilikat dalam mensintesis kristal CaTT dari limbah sekam padi. Variasi pH yang digunakan diantaranya 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 dan 5,5. Natrium silikat selanjutnya disintesis menjadi gel metasilikat dengan penambahan asam tartrat dan larutan supernatan  $\text{CaCl}_2$  lalu didiamkan selama 7 x 24 jam. Kristal CaTT berhasil disintesis pada pH optimum gel 4,5 dengan bobot sebanyak 0,2811 gram dan menghasilkan kristal berwarna putih dengan panjang maksimal 6,5 mm. Maka dalam 25 gram sekam padi, kristal CaTT dapat dihasilkan sebesar 93,70% yaitu dengan bobot sebanyak 23,425 gram kristal. Hasil karakterisasi membuktikan bahwa kristal hasil sintesis adalah Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dengan sistem kristal ortorombik.

---

**Keywords :**

Synthesis; Metasilicate Gel;  
Rice Husk; Crystal

**ABSTRACT**

The silica content ( $\text{SiO}_2$ ) of 94.4-97.30% in rice husk ash can be synthesized to produce sodium silicate. The sodium silicate is then utilized to synthesize Calcium Tartrate Tetrahydrate Crystals ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) or CaTT Crystals. This study aims to determine the effect of pH and the optimum pH of metasilicate gel in synthesizing CaTT crystals from rice husk waste. The variations in pH used include 3.0; 3.5; 4.0; 4.5; 5.0, and 5.5. The sodium silicate was then synthesized into a metasilicate gel by adding tartaric acid and  $\text{CaCl}_2$  supernatant solution and incubating for 7 x 24 hours. CaTT crystals were successfully synthesized at an optimum gel pH of 4.5 with a weight of 0.2811 grams and produced white crystals with a maximum length of 6.5 mm. So in 25 grams of rice husk, CaTT crystals can be made by 93.70%, a weight of 23.425 grams. The characterization results proved that the synthesized crystals were Calcium Tartrate Tetrahydrate Crystals ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) with an orthorhombic crystal system.

---

## PENDAHULUAN

Sekam padi sebesar 20-30% dari berat gabah biasanya dihasilkan dari proses penggilingan padi. Pemanfaatan sekam padi sampai saat masih sebatas untuk keperluan konvensional (Evan et al., 2022). Di beberapa daerah, biasanya sekam hanya ditumpuk, lalu dibakar di dekat penggilingan padi, dan abunya dimanfaatkan sebagai bahan abu gosok untuk membersihkan alat-alat rumah tangga. misalnya sebagai sumber karbon, bahan pupuk, bahan pulp, media penyaring, media penyerap dan media tanaman hidroponik (Hindryawati et al., 2010).

Jika dibandingkan dengan banyaknya limbah sekam hasil penggilingan padi, pemanfaatan tersebut terbilang masih kurang. Sekam padi yang dianggap sebagai limbah, memungkinkan untuk dimanfaatkan lebih lanjut karena adanya komposisi kimia yang terkandung di dalamnya. Abu hasil pembakaran jika tidak diolah dengan tepat maka akan mengandung silika kristalin yang bersifat membahayakan dan mengganggu Kesehatan (Fr et al., 2019). Kandungan abu dalam sekam padi adalah sekitar 20% dan lebih dari 90% abu tersebut adalah silika (Padmawijaya et al., 2015). Kandungan silika yang tinggi pada abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan material berbasah dasar silika, misalnya untuk pembuatan natrium silikat (Trivana et al., 2015). Natrium silikat dapat disintesis dari abu sekam padi dan merupakan bahan utama pembuatan gel metasilikat dan dapat digunakan sebagai media pertumbuhan kristal. Natrium silikat telah banyak disintesis dari bahan alam dengan berbagai metode, salah satunya yaitu direaksikan dengan NaOH (Trivana et al., 2015).

Proses sintesis kristal dapat dilakukan dengan beberapa metode sintesis kristal, seperti metode padatan, hidrotermal, difusi uap, kopresipitasi, microwave, sol gel, dan gel metasilikat. Dari beberapa metode tersebut, gel metasilikat merupakan metode yang relatif sederhana dalam pembuatannya, biaya produksi lebih ekonomis, peralatan yang sederhana, struktur yang relatif stabil dan tidak mudah bereaksi dengan produk. Metode gel metasilikat dapat menghasilkan kristal dengan kualitas yang lebih baik, sehingga banyak peneliti menggunakan gel metasilikat sebagai media tumbuh kristal (Fr et al., 2019). (Ramdani et al., 2016) telah mensintesis kristal kalsium tartrat tetrahidrat (CaTT) dengan menggunakan gel metasilikat sebagai media pertumbuhan kristal.

Sintesis kristal dalam gel dipengaruhi oleh keasaman gel, konsentrasi supernatan, suhu, waktu penumbuhan dan teknik penumbuhan telah mensintesis kristal CaTT dengan mereaksikan garam kalsium dan asam tartrat dengan menggunakan gel metasilikat dari limbah nira tebu. Garam kalsium yang umum digunakan dalam sintesis kristal tunggal CaTT adalah  $\text{CaCl}_2$  yang dilarutkan dengan asam tartrat menggunakan metode gel metasilikat dengan variasi pH gel metasilikat, diperoleh pH optimum yaitu pH 3,25. Kristal CaTT sering digunakan dalam transmisi optik, pemanfaatan teknologi semikonduktor, pembuatan osilator, transducer dan resonator serta emisi laser terkendali (Bimo et al., 2008)

Dalam tulisan ini dibahas bagaimana mensintesis kristal CaTT dari limbah sekam padi dengan metode gel metasilikat sebagai media penumbuh kristal dengan penentuan pH optimum berdasarkan variasi pH gel metasilikat dan ditunjukkan pula karakteristik kristal CaTT yang dihasilkan pada pH optimum.

## METODE PELAKSANAAN

Bahan utama dalam penelitian ini berupa sekam padi dan bahan pereaksi lainnya yaitu HCl 0,1 M, NaOH 1 M, Asam Tartrat 0,5 M, dan Larutan Supernatan  $\text{CaCl}_2$  1 M. Metode yang digunakan adalah gel metasilikat limbah sekam metode sintesis gel metasilikat untuk mendapatkan data-data kuantitatif dan kualitatif yang diinginkan yaitu pH optimum pembentukan gel metasilikat sekam padi pada sintesis kristal CaTT dan bobot kristal yang diperoleh dan selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan alat XRD dan FTIR.

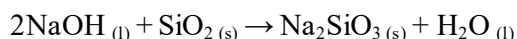
### Preparation sampel

Sekam padi diabukan dalam tanur pada suhu  $700^\circ\text{C}$  selama 1 jam menggunakan cawan porselin. Abu sekam padi digerus hingga cukup halus dan diayak menggunakan ayakan 200 Mesh. Abu sekam padi sebanyak 25 gram dicuci dengan 150 mL larutan HCl 0,1 M dan diaduk selama 1 jam, dan didiamkan selama semalam. Selanjutnya, campuran tersebut disaring menggunakan kertas saring whatman No. 42 dan dicuci dengan akuademineralisata hingga pH netral dan dicek dengan indikator universal. Kemudian

dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam, dan ditimbang. Abu sekam padi dianalisis kadar silikanya.

### Sintesis Natrium Silikat dari Sekam Padi

Sebanyak 6 gram abu sekam padi yang telah dicuci, ditambahkan 200 ml NaOH 1 M sambil diaduk, dipanaskan diatas *hot plate* selama 1 jam, lalu didiamkan selama 18 jam untuk memaksimalkan terbentuknya natrium silikat. Kemudian disaring menggunakan penyaring Buchner dan diperoleh filtrat natrium silikat, sesuai reaksi berikut :



### Pembuatan Media Gel Metasilikat

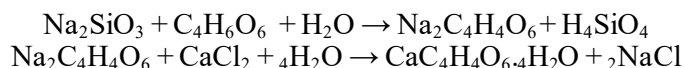
Disiapkan gelas sebagai wadah pembuatan gel metasilikat. Ke dalam masing-masing gelas tersebut, ditambahkan 10 mL larutan natrium silikat. Kemudian ditambahkan larutan asam tartrat 0,5 M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga diperoleh pH 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 dan 5,5. Selanjutnya gelas ditutup dengan aluminium foil dan disimpan selama 3 x 24 jam hingga terbentuk gel. Gel metasilikat yang terbentuk diamati sifat fisiknya, yaitu kekerasan dan warnanya.

### Sintesis dan Karakterisasi Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O) dengan Metode Gel Metasilikat

Diteteskan larutan supernatant 5 mL larutan CaCl<sub>2</sub> 1 M ke dalam gel melalui dinding gelas menutup kembali dengan aluminium foil dan didiamkan selama 7 x 24 jam. Setelah kristal terbentuk, gel metasilikat dilarutkan menggunakan akuades dan didekantasi kemudian kristal diambil dengan cara disaring menggunakan kertas saring dan dikering anginkan. Kristal yang diperoleh ditimbang.

Kristal hasil sintesis yang diperoleh dikarakterisasi dengan alat XRD untuk mengetahui Difraktogram kristalin dan memastikan bahwa kristal yang terbentuk adalah Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O) yang merupakan kristal ortorombik dan bukan amorf sedangkan untuk mengetahui gugus fungsi dari kristal yang dihasilkan dapat diuji pada alat spektrofotometer FTIR.

Pada sintesis kristal CaTT, asam tartrat di dalam gel akan mengalami reaksi berikut, yaitu:



## HASIL DAN PEMBAHASAN

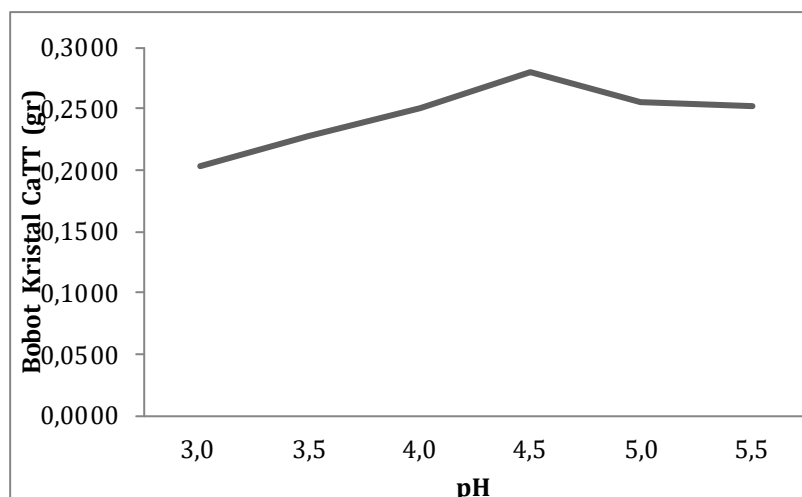
### Hasil penentuan PH Optimum

Untuk melihat pengaruh pH dan menentukan pH optimum maka dilakukan analisis perbandingan bobot kristal yang terbentuk pada setiap variasi, sebagaimana yang disajikan pada tabel 1 berikut.

**Tabel 1.** Pengaruh pH terhadap bobot Kristal CaTT yang terbentuk

pH	Bobot Kristal CaTT (gram)
3,0	0,2040
3,5	0,2270
4,0	0,2499
4,5	0,2811
5,0	0,2560
5,5	0,2518

Dari tabel dapat dilihat bahwa ada perubahan bobot kristal yang dihasilkan setiap perubahan pH. Pada pH 3,0 hingga 4,5 terjadi kenaikan bobot kristal. Hal ini menunjukkan bahwa semakin Basa kondisi larutan asam tartrat maka mampu meningkatkan produksi kristal. Sedangkan pH optimum dapat dilihat dari pembacaan grafik di bawah :



**Gambar 1.** Pengaruh pH terhadap bobot Kristal CaTT yang terbentuk

Dari Gambar 1, dapat dilihat bahwa bobot yang diperoleh pada pembentukan kristal, optimum pada pH 4,5 dengan bobot sebanyak 0,2811 gram. Pada pH gel kurang dari 4,5 ternyata gel metasilikat yang terbentuk relatif lebih lunak sehingga jumlah molekul air sebagai produk samping dalam gel akan bertambah dengan makin banyaknya  $[H^+]$  yang ditambahkan. Oleh karena makin banyaknya molekul air yang berada di dalam gel maka akan mengakibatkan jarak antar unit-unit gel makin renggang, sehingga gel menjadi lebih lunak. Pembentukan rongga-rongga gel yang terlalu lunak kurang sesuai untuk digunakan sebagai media pertumbuhan kristal. Sedangkan pada pH lebih besar dari 4,5 gel yang terbentuk relatif lebih keras karena asam yang ditambahkan sedikit. Kondisi ini mengakibatkan makin sedikit molekul air yang berada di dalam gel pada pembentukan unit-unit struktur gel sehingga menyebabkan gel cenderung lebih keras dan kurang mendukung sebagai media pertumbuhan kristal karena memiliki hambatan difusi yang relatif besar. Dengan demikian dinyatakan bahwa pH optimum pada sintesis kristal CaTT dari limbah sekam padi dengan metode gel metasilikat yaitu pada pH 4,5.

Dalam 6 gram sekam padi dapat menghasilkan 200 ml Natrium Silikat dan memperoleh bobot kristal CaTT pada pH optimum sebanyak :

$$\text{Bobot Kristal: } 0,281 \text{ gram} \times (200 \text{ ml} / 10 \text{ ml}) = 5,6220 \text{ gram}$$

Maka, dalam 25 gram sekam padi dapat menghasilkan 93,70% kristal CaTT yaitu dengan bobot sebanyak 23,425 gram.

### Kadar $SiO_2$ pada Abu Sekam Padi

**Tabel 2.** Hasil pengujian kadar  $SiO_2$  pada abu sekam padi

Parameter	Satuan	Hasil	Spesifikasi Metode
$SiO_2$	%	97,98	IKM/5.4.1/LAB-ESDM Gravimetric Method (SNI 13-6668-2002)

### Karakterisasi Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat ( $CaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ )

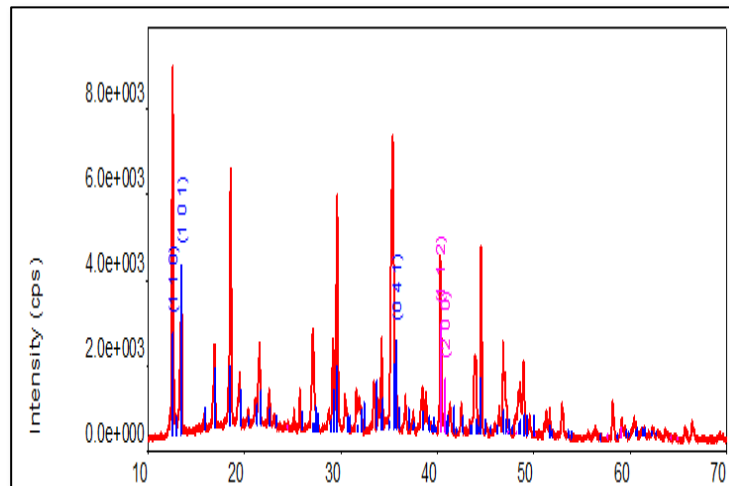
Untuk mengetahui dimensi dari kristal maka dilakukan uji karakterisasi seperti yang terlihat pada gambar 2.



**Gambar 2.** Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) hasil sintesis. Hasil uji kualitatif terhadap kristal hasil sintesis menunjukkan bahwa kristal berwarna putih dengan panjang maksimal 6,5 mm.

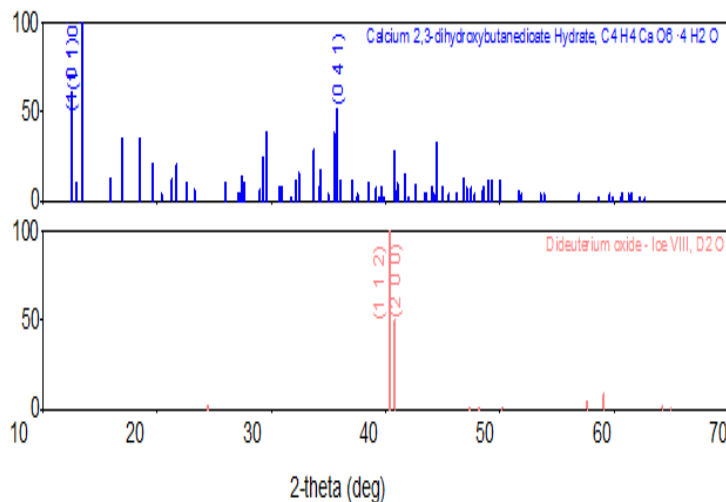
### Karakterisasi Kristal CaTT dengan alat XRD

Analisis dengan XRD dilakukan untuk menambah informasi mengenai karakteristik dari kristal hasil sintesis. Adanya puncak yang tajam pada difraktogram menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan berupa kristal ortorombik dan bukan amorf. Difraktogram dari kristal hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Difraktogram kristal hasil sintesis

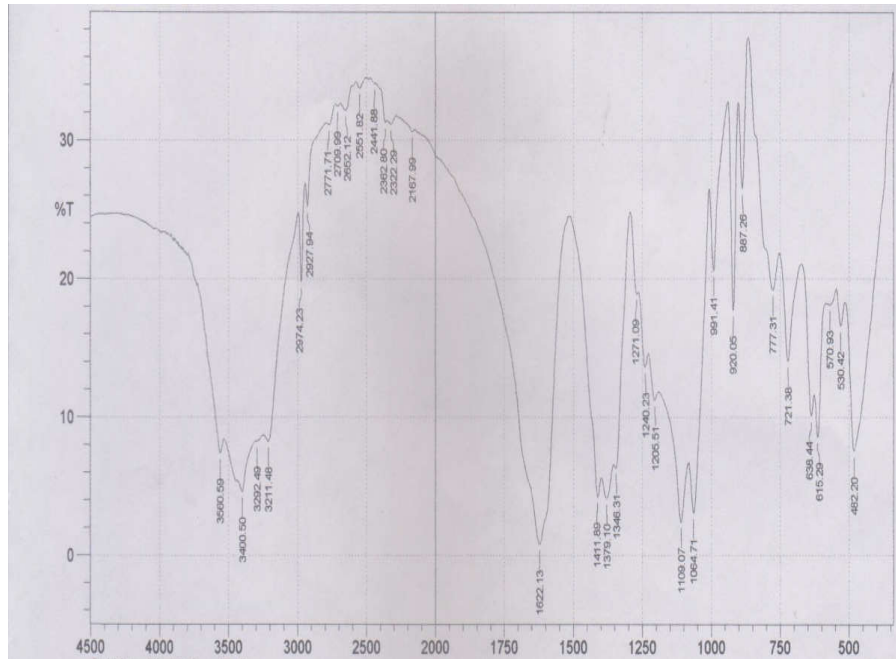
Sedangkan pada Gambar 4, difraktogram fase kristalin ditunjukkan bahwa Kristal yang terbentuk adalah Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat ( $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dengan nama IUPAC Calcium 2,3-dihydroxybutanedioate Hydrate ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{CaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ).



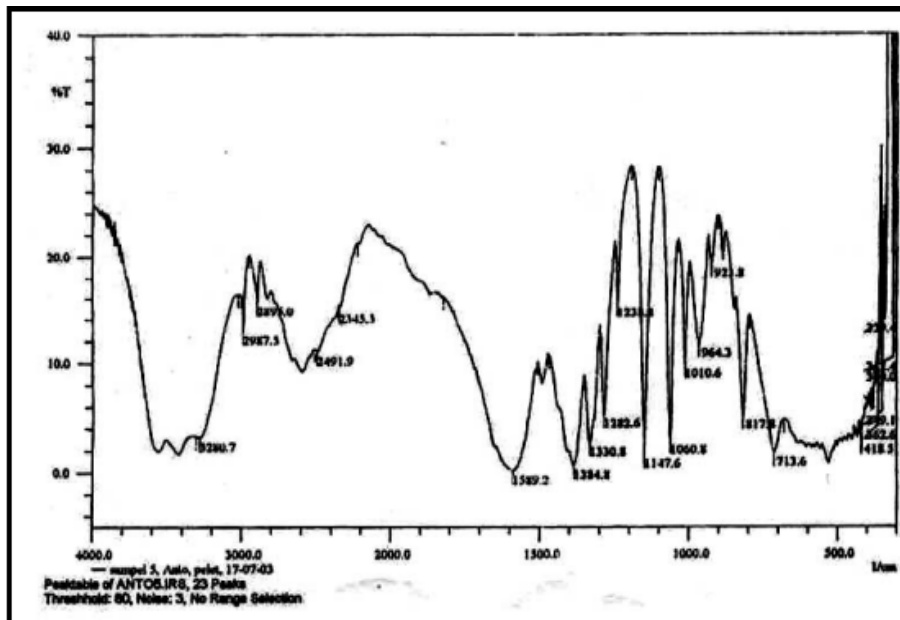
**Gambar 4.** Difraktogram kristal Calcium 2,3-dihydroxybutanedioate Hydrate ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{CaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )

## Analisis Gugus Fungsi Kristal CaTT dengan alat FTIR

Analisis dengan FTIR memberikan spektrum seperti pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum IR kristal hasil sintesis



Gambar 6. Spektrum IR kristal pembanding (Prananto, dkk, 2007)

Spektrum ini sebagian besar merupakan bilangan gelombang yang karakteristik dengan tartrat, yaitu serapan lebar O-H di daerah  $3400\text{ cm}^{-1}$ , serapan tajam C-H alkana di daerah  $1600\text{ cm}^{-1}$ , serapan tajam di daerah  $1100\text{ cm}^{-1}$ , dan serapan Ca-O di daerah  $900\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ , sesuai Tabel 3.

**Tabel 3.** Perbandingan Serapan IR Kristal CaTT sintesis dengan serapan IR Kristal CaTT pembanding

Serapan IR (cm <sup>-1</sup> )		Jenis Vibrasi
Kristal Sintesis	Kristal Pembanding	
3560,59	3561	regangan OH
3400,50	3401	regangan OH (air)
2974,23	2974	regangan CH
1622,13	1622	regangan C=O
1379,10	1378	g (C=O) + d (O-C=O)
1346,31	1344	tekukan OH plane
1205,51	1205	d (C-H) + p (C-H)
1064,71	1064	deformasi O-H
991,41	990	regangan C-O
920,00	920	Ca-O mode

Adanya kemiripan pola spektrum serta nilai serapan IR (cm<sup>-1</sup>) antara keduanya, maka dapat disimpulkan bahwa kristal hasil sintesis merupakan Kristal CaTT atau Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O).

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O) berhasil disintesis dari limbah sekam padi dengan metode gel metasilikat pada pH optimum 4,5 dengan bobot sebanyak 0,2811 gram dan menghasilkan kristal berwarna putih dengan panjang maksimal 6,5 mm. Dalam 6 gram sekam padi dapat menghasilkan 200 ml Natrium Silikat dan memperoleh bobot kristal CaTT. Dalam 25 gram sekam padi dapat menghasilkan 93,70% kristal CaTT yaitu dengan bobot sebanyak 23,425 gram kristal. Hasil karakterisasi membuktikan bahwa kristal hasil sintesis dari limbah sekam padi pada pH optimum 4,5 adalah Kristal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O) dengan sistem kristal ortorombik.

### Saran

Untuk menyempurnakan hasil penelitian sebaiknya dilakukan pengujian sifat fisik dari Kristal CaTT seperti sifat feroelektrik, piezoelektrik, dielektrik, sifat optik dan karakteristik lainnya untuk membuktikan bahwa kristal CaTT dapat dimanfaatkan pada berbagai bidang utamanya pada teknologi semikonduktor.

## DAFTAR PUSTAKA

- Bimo, T. D., Sriatun, & Taslimah. (2008). Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetyltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 11(1), 20–28.
- Evan, Pardoyo, & Darmawan Adi. (2022). Pembuatan Nanosilika yang Disintesis dari Abu Sekam Padi pada Variasi pH Sol Gel. *Greensphere : Journal Of Environmental Chemistry*, 8–13.
- Fr, Y., Suriati, ), Putri, E., Hasri, ), Ramdani, ), Kimia, J., Matematika, F., Ilmu, D., & Alam, P. (2019). *Penentuan pH Optimum Gel Metasilikat Sekam Padi sebagai Media Tumbuh Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O)*. 195–204.
- Hindryawati, n., & Aminuddin. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (Naoh)*. 7, 75–77.
- Padmawijaya, S. K., Sutejo, A., Theresia, L., Sapei, L., Samuel Padmawijaya, K., & Liliana Theresia, dan. (2015). *Karakterisasi Silika sekam padi dengan variasi temperatur Leaching menggunakan asam asetat*.

- Ramdani, Eka Putri, S., & Hardin. (2016). *TartratTetrahidrat pada Media Tumbuh Gel Metasilikat Sekam Padi*. 42–44. <http://dcr.rpi.edu/commdesign/class1.html>,
- Trivana, L., Sugiarti, S., Rohaeti, E., Penelitian Tanaman Palma, B., Raya Mapanget POBOX, J., Kimia, J., Mipa, F., Pertanian Bogor, I., & Raya Darmaga Kampus IPB Darmaga, J. (2015). Sintesis Dan Karakterisasi Natrium Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). In *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan* (Vol. 7, Issue 2).