

Artikel Review: Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika dari Abu Sekam Padi (RHA)

Artikel Review: Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash (RHA)

Mukhamad Rojib Aminudin, Amaria amaria*,

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya
Jl. Ketintang Wiyata No.62, Ketintang, Kec. Gayungan, Kota Surabaya, Indonesia

*corresponding author: amaria@unesa.ac.id

Abstrak. Telah dilakukan penyusunan artikel review tentang sintesis dan karakterisasi nanosilika dari abu sekam padi (RHA). Penyusunan artikel ini dilakukan menggunakan metode studi pustaka dengan mereview artikel-artikel penelitian atau data primer. Nanosilika merupakan partikel silika berskala nanometer pada wujud padatan. Abu sekam padi merupakan limbah pertanian yang memiliki kadar silika (SiO_2) yang tinggi, sehingga dapat menjadi sumber alternatif untuk sintesis nanosilika. Sebelum dilakukan sintesis, terlebih dahulu abu sekam padi dilakukan perlakuan awal (*pretreatment*). Sintesis nanosilika dilakukan menggunakan metode sol-gel yang meliputi ekstraksi dan gelifikasi silika. Karakterisasi padatan nanosilika dilakukan menggunakan beberapa instrumen yaitu *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) untuk mengidentifikasi puncak serapan gugus fungsional, *Scanning electron microscopy* (SEM) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk menganalisis morfologi dan ukuran nanosilika, *Energy Dispersive X-ray* (EDX) untuk mengetahui kemurnian nanosilika, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan derajat kristalinitas nanosilika. Hasil kajian literatur menunjukkan bahwa karakteristik nanosilika dari abu sekam padi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu perlakuan awal sekam padi, pH pada proses sol-gel dan konsentrasi pengestrak sertaproses pemurnian. Karakteristik nanosilika RHA adalah berbentuk bulat (*Spherical Shape*) seragam, teragregasi, berukuran 1-100 nm, memiliki kemurnian lebih dari 95%, dan berstruktur amorf, serta puncak serapan gugus fungsional silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) muncul pada $3000\text{-}3500\text{cm}^{-1}$ dan 1033 cm^{-1} untuk masing-masingnya. Nanosilika RHA memiliki banyak aplikasi pada bidang elektronik dan farmasi, sehingga cocok dikembangkan di negara yang memiliki kelimpahaan sekam padi yang besar seperti Indonesia.

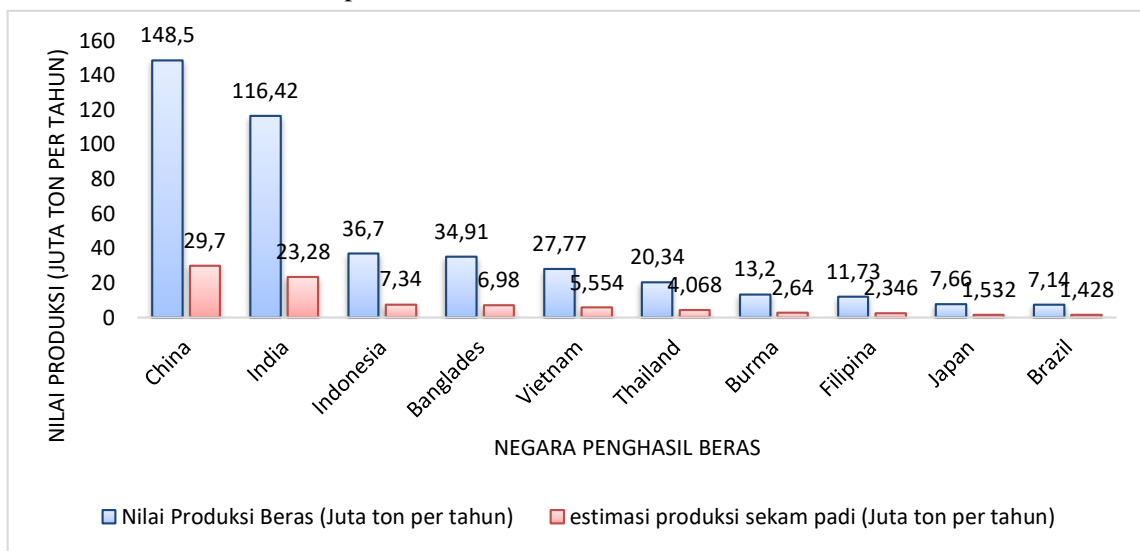
Kata Kunci: Sintesis, Karakterisasi, Abu Sekam Padi, Nanosilika, Metode Sol-Gel

Abstract. A review article has been prepared on the synthesis and characterization of nanosilica from rice husk ash (RHA). The preparation of this article was carried out using the literature study method by reviewing research articles or primary data. Nanosilica is a nanometer-scale silica particle in the solid state. Rice husk ash is an agricultural waste that has high levels of silica (SiO_2), so it can be an alternative source for the manufacture of nanosilica. Prior to the synthesis, the rice husk ash was pretreated. The synthesis of nanosilica was carried out using a sol-gel method which included extraction and gelification of silica. Characterization of nanosilica solids was carried out using several instruments, namely Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) to identify the absorption peak of functional groups, Scanning electron microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) to analyze the morphology and size of nanosilica, Energy Dispersive X-ray (EDX) to determine the purity of nanosilica, X-ray Diffraction (XRD) to determine the degree of crystallinity of nanosilica. The results of the literature review show that the characteristics of nanosilica are influenced by several factors, namely pretreatment of rice huks, pH in the sol-gel process and the concentration of the extractor as well as the purification process. The characteristics of RHA nanosilica are uniform spherical shape, aggregated, 1-100 nm in size, more than 95% purity, and amorphous structure, as well as absorption peaks of silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) functional groups appears at $3000\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ and 1033 cm^{-1} for respectively. The RHA nanosilica solid has many applications in the electronics and pharmaceutical fields, making it suitable for development in a country that has a large abundance of rice husks such as Indonesia.

Keyword: Synthesis, Characterization, Rice Husk Ash, Nanosilica, Sol-Gel Method

1. PENDAHULUAN

Beras merupakan makanan pokok terbesar yang dikonsumsi masyarakat dunia. Beberapa tahun terakhir, jumlah produksi padi menjadi beras giling semakin meningkat seiring bertambahnya populasi penduduk dunia [1-2]. Berdasarkan Gambar 1 tentang jumlah produksi beras giling berbagai negara di dunia pada tahun 2018/2019, China sebagai peringkat pertama disusul India pada posisi kedua dan Indonesia pada posisi ketiga dengan volume produksi beras giling sebesar 148,5; 116,42; 36,7 juta metrik ton per tahun secara berturut-turut. Total volume beras giling yang dihasilkan di seluruh dunia mencapai 495.900.000 metrik ton pada tahun panen tersebut [3]. Produksi beras giling menghasilkan produk samping berupa kulit keras yang menutupi bulir beras yang disebut sekam padi (RH) [4-5]. Komposisi sekam padi pada kebanyakan jenis padi sebesar 20% dari berat total padi, misalkan 1000 kg padi dapat menghasilkan sekam padi sebesar 200 kg. Sekam padi menjadi limbah yang melimpah di negara –negara dengan nilai produksi beras giling terbesar di dunia [6]. China merupakan produsen beras terbesar yang memiliki tingkat produksi sekam padi tertinggi di dunia dengan nilai estimasi sebesar 29,7 juta metrik ton pertahun. India dan Indonesia memiliki nilai estimasi produksi sekam padi sebesar 23,28 dan 7,34 juta metrik ton pertahun untuk masing-masingnya. Berdasarkan data tersebut, semakin besar jumlah produksi beras giling maka, semakin besar juga jumlah limbah sekam padi yang dihasilkan. Apabila sekam padi tersebut dibakar pada udara bebas dengan jumlah yang besar dan secara tidak terkontrol maka akan menyebabkan polusi atmosfer di lingkungan dan gangguan pernapasan manusia jika terhirup [7-8]. Oleh karena itu, beberapa upaya dan pendekatan baru perlu dilakukan untuk mengelola dan memanfaatkan limbah sekam padi tersebut.



Gambar 1. Grafik produksi beras giling berbagai negara tahun 2018/2019 [3]

Pemanfaatan limbah pertanian menjadi material berguna adalah langkah yang tepat untuk mengurangi degradasi lingkungan. Sekam padi yang diubah menjadi abu dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan material berbasis silika yang berguna dan bernilai ekonomi. Hal ini dikarenakan abu sekam padi (RHA) memiliki kandungan silika (SiO_2) sebesar 85-97 % [9]. Komposisi utama silika dalam abu sekam padi berasal dari spesi asam silikat (H_4SiO_2) dan spesi ionnya (H_3SiO_4^-) yang diserap oleh padi dari dalam tanah. Spesi-spesi tersebut disimpan sebagai silika amorf disekitar matriks sel dalam dinding sel [10]. Variasi komposisi kimia sekam padi bergantung pada jenis padi, tahun panen padi, kondisi iklim dan geografi [11]. Ekstraksi silika dalam abu sekam padi dilakukan dengan menggunakan senyawa natrium hidoksida (NaOH) untuk menghasilkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) yang merupakan prekursor untuk sintesis berbagai material berbasis silika.

Salah satu material berbasis silika adalah padatan nanosilika yang mana memiliki keunggulan sifat dibandingkan dengan ukuran besarnya (*bulk*). Nanosilika memiliki sifat-sifat unik seperti luas permukaan tinggi, volume dan ukuran pori seragam, toksisitas rendah, biokompatibilitas yang baik, memiliki kemampuan enkapsulasi bahan hidrofobik maupun hidrofilik, dan lain sebagainya [12-13]. Nanosilika diproduksi dalam skala industri sebagai aditif untuk kosmetik [14], keramik [15], penghantar obat (*drug delivery*) [16], dan makanan [17]. Selain itu, nanosilika juga banyak digunakan dalam aplikasi bidang elektronik seperti: fabrikasi transistor, sel surya, detektor, semikonduktor, dan perangkat elektronik lainnya [18-19]. Sintesis nanosilika biasanya dilakukan dengan menggunakan bahan prekursor komersial yaitu *Tetraethoxysilane* (TEOS) dan *tetramethoxysilane* (TMOS), akan tetapi bahan tersebut bersifat toksik dan harganya mahal sehingga, dapat menimbulkan permasalahan lingkungan [20].

Sintesis nanosilika dari abu sekam padi (RHA) telah menjadi topik riset menarik yang dilakukan pada beberapa tahun terakhir. Larutan natrium silikat RHA menjadi prekursor silika yang melimpah, murah, dan lebih ramah lingkungan. Lebih dari itu, nanosilika juga memiliki aplikasi yang luas diberbagai bidang industri. Berdasarkan uraian di atas, artikel review ini bertujuan untuk mengkaji tentang sintesis nanosilika berbahan dasar sekam padi yang meliputi proses perlakuan awal, metode sintesis, faktor-faktor yang berpengaruh dalam sintesis, dan karakteristik nanosilika yang terbentuk. Pada akhir artikel ini, berfokus membahas prospek nanosilika dari abu sekam padi di Indonesia.

2. SINTESIS NANOSILIKA DARI ABU SEKAM PADI (RHA)

2.1 Perlakuan Awal (*Pretreatment*) sekam padi

Sebelum dilakukan sintesis nanosilika, terlebih dahulu sekam padi (RH) dilakukan perlakuan awal untuk mendapatkan abu sekam padi dan dilakukan ekstraksi untuk mendapatkan silika. Secara umum, proses perlakuan awal sekam padi dengan cara memisahkannya dari pengotor seperti partikel tanah dan pasir. Setelah itu, dilanjutkan proses pirolisis atau pembakaran sekam padi menjadi abu sekam padi pada suhu di atas 500°C selama 1 sampai 6 jam. Pada kondisi tersebut, terjadi proses pengabuan sekam yang mana semua komponen organik diubah menjadi gas karbon dioksida (CO₂) dan uap air (H₂O), sehingga tersisa hanya abu yang termasuk komponen anorganik [21]. Pada pendahuluan di atas, telah dijelaskan bahwa kandungan utama abu sekam padi adalah silika. Setelah itu, abu sekam padi dilakukan pencucian dengan asam pada kondisi panas untuk menghilangkan ion-ion logam dan pengotor yang terkandung di dalam abu seperti ion besi, ion kalsium, ion magnesium, ion aluminium dan sebagainya [22]. Abu sekam padi yang telah mengalami proses perlakuan awal tersebut, kemudian dilakukan proses ekstraksi silika.

Le et al. [23] telah melakukan perlakuan awal sekam padi yang terdiri dari pencucian asam dan termal. Sekam padi dilakukan pencucian asam dengan 10% HCl dan larutan H₂SO₄ 30% dari beratnya, kemudian sekam ditanur pada suhu 600 °C selama 4 jam. Setelah itu, abu yang terkalsinasi (10 g) dicuci dengan 10% HCl dilanjutkan dengan 30% H₂SO₄ pada suhu 100 °C selama 2 jam dalam labu alas bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor refluks dalam mantel pemanas *hemispherical*. Kemudian, abu yang basah disaring dan dicuci dengan air suling sampai nilai pH menjadi 7. Komposisi kimia abu sekam sebelum dan setelah perlakuan awal dianalisis dengan metode AAS yang disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia abu sekam padi sebelum dan setelah perlakuan awal [23]

Komponen(%berat)	K ₂ O	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	SiO ₂
Sebelum perlakuan awal	0,39	0,48	0,15	0,73	0,55	0,12	96,15
Sesudah perlakuan awal	0,01	0,06	0,04	0,04	0,06	0,01	99,08

Berdasarkan pada Tabel 1, telah membuktikan bahwa proses perlakuan awal sekam padi mampu mengurangi kadar oksida - oksida logam karena ion logam dapat bereaksi dan terlarut dalam larutan asam, sedangkan silika tidak dapat terlarut. Oleh karena itu, kadar silika mengalami peningkatan kemurnian dari 96,15 % menjadi 99,08 %. Beberapa contoh perlakuan awal sekam padi disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Beberapa contoh perlakuan awal sekam padi

No	Perlakuan pada Sekam Padi	Ref
1	Sekam padi dibakar pada kondisi terbuka sampai menjadi abu, kemudian abu dihaluskan dengan <i>Ball-mill</i> selama 4 jam dan dicuci dengan HCl 1,5 M pada suhu 85°C dengan pengadukan konstan.	[24]
2	Sekam padi dipirolisis pada suhu 550 °C dan didapatkan abu, kemudian abu disonikasi pada frekuensi 24 kHz selama 5 menit dan dicuci dengan HCl 1M pada kondisi panas.	[25]
3	Sekam padi dihaluskan dengan mesin grinder lalu dipirolisis pada suhu 400 °C selama 1 jam dan 600 °C selama 2 jam dalam tanur sampai menjadi abu, kemudian abu dicuci dengan HCl 6 N pada kondisi panas.	[26]
4	Sekam padi dipirolisis pada suhu 600 °C selama 4 jam dalam tanur dan didapatkan abu, kemudian abu dihaluskan menggunakan <i>Ball-mill</i> dan dicuci dengan HCl 6 N dengan pemanasan menggunakan <i>heating mantle</i> selama 4 jam.	[27]
5	Sekam padi dipirolisis pada suhu 700 °C selama 3 jam dalam tanur dan didapatkan abu, kemudian abu direfluks dengan HCl 6 N selama 1,5 jam.	[28]
6	Sekam padi dipirolisis pada suhu 700 °C selama 4 jam dalam tanur dan didapatkan abu, kemudian abu dicuci dengan HCl 3 N selama 4 jam pada suhu 80 °C.	[29]

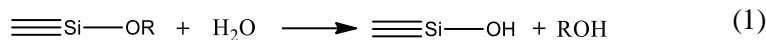
Berdasarkan Tabel 2, penghalusan sekam padi dapat dilakukan terlebih dahulu sebelum proses pencucian dengan larutan asam seperti pada contoh nomor 3. Jika ukuran sekam semakin halus, maka luas permukaan sekam semakin besar. Luas permukaan sekam yang besar dapat meningkatkan efektifitas pencucian asam dan proses pengabuannya menjadi lebih efisien. Menurut Jingsong et al. [30] pada saat pirolisis, sekam padi berukuran panjang 250-420 µm dapat diperoleh silika dengan kadar sebesar 99,92% . Pada proses pengubahan sekam padi menjadi abu, dapat dilakukan melalui dua metode yaitu dibakar langsung diudara terbuka dan dipirolisis pada suhu 400-700 °C. Suhu pirolisis yang tinggi mampu mengurangi kandungan senyawa organik (selulosa, hemi-selulosa, lignin) sehingga berpengaruh terhadap tingkat kemurnian dan keputihan pada nanosilika. Menurut percobaan Jingsong et al. [30] membuktikan bahwa suhu optimal pirolisis sekam padi adalah 610 °C. Pada contoh perlakuan nomor 2 dalam Tabel 1, dilakukan sonikasi pada abu sekam padi yang bertujuan untuk menyeragamkan distribusi partikel abu dalam air [25]. Beberapa contoh pada tabel di atas, pencucian abu sekam padi dilakukan menggunakan asam HCl dengan berbagai konsentrasi mulai dari 1 M sampai 6 M yang mana pada kondisi pemanasan ataupun refluks. Tujuan pemanasan ini untuk mempercepat reaksi dan mengoptimalkan pencucian abu dari ion-ion logam pengotor. Premaratne et al. [22] telah membuktikan bahwa pencucian abu sekam padi dengan larutan asam klorida (HCl) dapat meningkatkan kadar Si sebesar 13 % menjadi 40 %.

2.2 Metode Sintesis Nanosilika

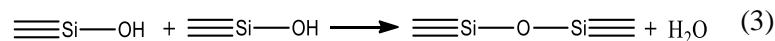
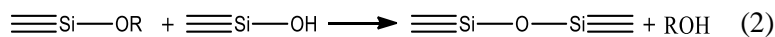
Setelah proses perlakuan awal sekam padi, dilakukan proses ekstraksi silika dan sintesis nanosilika. Secara umum, metode yang paling cocok untuk membuat nanosilika dari abu sekam padi (RHA) adalah metode sol-gel [30]. Dalam metode ini, melibatkan sintesis jaringan polimer anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan prekursor silikat pada suhu rendah yang

mana proses pembentukan silika gel terjadi melalui reaksi pembentukan ikatan siloksan (–Si–O–Si–) di dalam partikel dan ikatan silanol (Si–OH) dipermukaan partikel dari silika gel [31]. Setelah terbentuk gel, kemudian dikeringkan sehingga menjadi padatan silika yang memiliki dimensi nanometer (1-100 nm). Proses sol-gel diawali dengan pembentukan sol silika melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dari prekursor silikat. Sol silika merupakan partikel SiO₂ yang terdispersi dalam air. Partikel sol silika bermuatan negatif karena adsorpsi ion hidroksida pada permukaan yang membuat sistem koloid sol menjadi stabil [32]. Pada tahap ekstraksi silika dari abu sekam padi, partikel SiO₂ terhidrolisis oleh larutan basa yang kemudian dilanjutkan gelifikasi sol silika. Proses gelifikasi dibagi menjadi tiga fase: polimerisasi monomer untuk membentuk partikel, pertumbuhan partikel, dan penyatuan partikel dalam rantai bercabang yang meluas ke seluruh larutan sehingga, meningkatkan viskositas hingga terbentuklah suatu gel [31]. Proses tersebut mengakibatkan terjadinya perubahan fasa dari koloid (sol) menjadi fasa cair kontinyu (gel). Proses gelifikasi dilakukan dengan penambahan larutan asam pada natrium silikat fungsi larutan asam sebagai pengatur kondisi pH dibawah 7 sehingga dapat terbentuk gel silika, berbagai larutan asam yang selama ini digunakan yaitu HCl, HNO₃ [10], H₂SO₄ [33], asam sitrat, CH₃COOH, dan asam oksalat [34]. Reaksi kimia selama proses sol-gel melalui dua tahap hidrolisis dan kondensasi yang disajikan dalam Gambar 2.

Hidrolisis

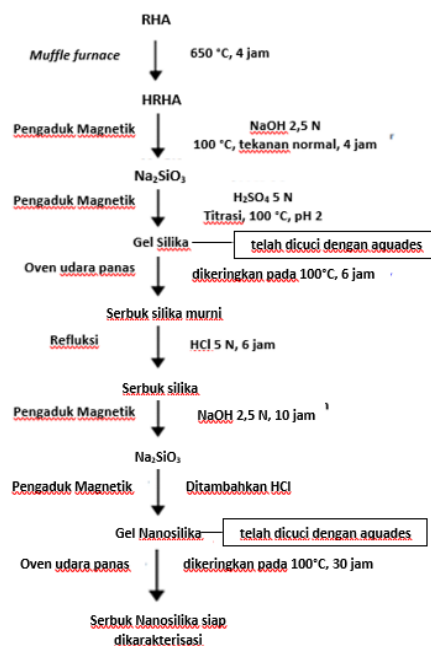


Kondensasi



Gambar 2. Reaksi kimia proses sol-gel silika

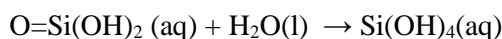
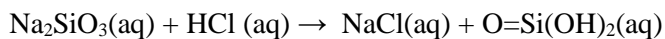
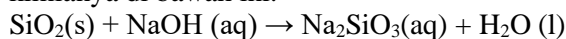
Menurut pendapat Ajeel et al. [29] untuk mendapatkan silika berukuran nanometer, harus dilakukan dua tahap pelarutan basa. Pelarutan pertama bertujuan untuk mengekstraksi silika dari abu untuk mendapatkan silika murni dan dilanjutkan pelarutan kedua yang bertujuan untuk mendapatkan nanosilika dari padatan silika murni tersebut.



Gambar 3. Alur sintesis nanosilika dengan dua kali pelarutan basa [35]

Gambar 3 merupakan alur sintesis nanosilika yang dilakukan oleh Amutha et al. [35]. Berdasarkan Gambar tersebut, terdapat dua tahap pelarutan basa atau ekstraksi silika. Tahap pelarutan basa pertama adalah ekstraksi silika dari abu sekam padi, adapun langkah-langkahnya yaitu 10 gram sampel abu sekam direndam ke dalam 80 ml NaOH 2,5 N sambil dipanaskan pada suhu 100 °C selama 4 jam dengan pengadukan konstan, kemudian didapatkan larutan natrium silikat yang transparan dan tidak berwarna. Larutan natrium silikat ditambahkan larutan H₂SO₄ 5N secara titrasi di bawah pengadukan konstan pada kisaran suhu 90 ° -100 ° C sampai pH 2 yang menunjukkan proses gelifikasi silika. Setelah itu, silika gel yang terbentuk dicuci dengan air suling hangat untuk menghilangkan ion sulfat lalu dioven pada suhu 70 °C selama 15 jam untuk membentuk padatan silika murni berstruktur amorf. Tahap pelarutan basa kedua adalah pembuatan nanosilika dari silika murni, adapun langkah-langkahnya yaitu silika murni yang telah diperoleh, direfluks menggunakan larutan HCl 6N selama 6 jam pada suhu 80 °C-90 °C. Kemudian, sampel silika dicuci bersih dengan air hangat. Setelah itu, ditambahkan 80 ml NaOH 2,5 N ke serbuk silika di bawah pengadukan konstan selama 10 jam. Kemudian, larutan asam sulfat (H₂SO₄) ditambahkan ke dalam larutan silikat sampai terbentuk gel nanosilika berwarna putih. Kemudian, gel dicuci berulang kali dengan air suling hangat sampai filtrat menjadi bebas alkali. Nanosilika yang diperoleh, dikeringkan di udara panas oven selama 30 jam. Dari percobaan ini, dihasilkan nanosilika berukuran 75-80 nm, berstruktur amorf, dan memiliki kemurnian 98%.

Disamping itu, percobaan lain membuktikan silika berdimensi nanometer didapatkan melalui sekali tahap pelarutan basa (ekstraksi silika) dan dilanjutkan proses gelifikasi. Oleh karena itu, proses pelarutan sekali dan dua kali tidak memiliki perbedaan signifikan terhadap ukuran dan struktur nanosilika yang dihasilkan. Jyoti et al. [33] Telah melakukan sintesis nanosilika dari abu sekam padi yang telah dilakukan proses perlakuan awal. Pertama, abu sekam padi direndam kedalam larutan NaOH 2,5 N dengan pengadukan konstan pada suhu 80 °C selama 2 jam dan diperoleh filtrat natrium silikat. langkah selanjutnya natrium silikat yang diperoleh diasamkan dengan H₂SO₄ hingga pH mencapai 2 dan terbentuk gel silika. Reaksi kimianya di bawah ini.



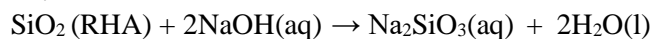
Setelah itu, gel silika dipanaskan untuk menghilangkan kadar airnya (proses dehidrasi) sampai menjadi serbuk. Silika yang dihasilkan dari percobaan ini berstruktur amorf dan dalam dimensi nanometer. Skema sintesis disajikan dalam Gambar 2



Gambar 4. Diagram skema sintesis nanosilika dari sekam padi menggunakan metode sol-gel [33]

Berikut merupakan beberapa penelitian tentang sintesis nanosilika dari abu sekam menggunakan metode sol-gel dengan berbagai jenis pengestrak silika dan pengasaman disajikan dalam Tabel 3.

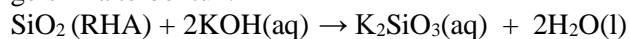
1. Panthi & Raut. [36] telah melakukan sintesis nanosilika dengan metode Sol-gel. Tahapan dalam metode ini yaitu 50 g RHA yang telah dicuci, kemudian didispersikan ke dalam 300 mL NaOH 1N dan direbus dengan pengadukan konstan selama 1 jam, filtrat dititrasi dengan HCl 1N sampai pH filtrat menjadi netral. Ketika pH filtrat menjadi 7, maka diperoleh suatu gel. Kemudian, gel dibiarkan menua selama 18 jam. Setelah itu, 500 mL air suling ditambahkan yang bertujuan untuk menghancurkan gel tersebut. Larutan dibiarkan beberapa saat, lalu terbentuklah dua lapisan yang mana lapisan atas terdiri dari air disebut supernatan dan lapisan bawah terdiri dari gel. Supernatan dibuang dengan bantuan pipet dan proses pencucian diulang sebanyak 3 kali. Gel yang diperoleh kemudian dioven selama 18 jam pada suhu 80 °C hingga menjadi serbuk nanosilika. Pada percobaan ini, dihasilkan nanosilika berukuran 23 nm dan rendemen nanosilika sebesar 52%. Reaksinya di bawah ini.



2. Rusdianasari et al. [37] telah melakukan sintesis nanosilika dengan dua tahap pelarutan basa. Pelarutan pertama menggunakan KOH dan kedua menggunakan NaOH. Pada percobaan ini menghasilkan nanosilika berukuran 44 nm dengan bentuk sebagian *spherical*.

Pelarutan tahap 1:

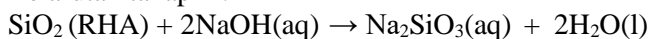
Langkah-langkah sintesis sebagai berikut: sebanyak 25 gram abu sekam padi dilarutkan dalam 200 ml KOH 1,5 M. Larutan dipanaskan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 85 °C selama 3 jam. Larutan didinginkan pada suhu kamar, disaring dan ditambahkan HCl 1,5 M secara perlahan sambil diaduk sampai pH larutan menjadi 7 dan gelsilika terbentuk.



Pelarutan tahap 2:

Silika murni direfluks menggunakan HCl 6 M selama 4 jam kemudian dicuci menggunakan aquades hingga bebas dari asam. Silika murni dilarutkan dalam NaOH 2,5 M sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 6 jam menjadi natrium silikat. Kemudian, asam sulfat (H₂SO₄) pekat ditambahkan sampai nilai pH larutan menjadi 8 dan terbentuklah gel silika. Setelah itu, gel dicuci menggunakan air suling sampai bebas dari basa kemudian dikeringkandalam oven pada suhu 60°C. Reaksi kimianya dibawah ini.

Pelarutan tahap 2 :

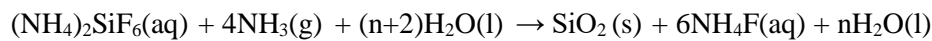


3. Yuvakkumar et al. [28] juga telah melaporkan bahwa berhasil mendapatkan bubuk nanosilika dengan kemurnian 99,9% dan ukuran partikel rata-rata 25 nm dari RHA melalui metode sol-gel dengan menggunakan NaOH 2,5 N sebagai larutan pengestrak SiO₂ dan pengasaman menggunakan H₂SO₄.
4. Adam et al. [38] telah berhasil mensintesis nanosilika yang memiliki ukuran pori meso dan morfologi *spherical* menggunakan teknik sol-gel. Pada percobaan ini, abu sekam padi dilakukan pencucian dengan asam nitrat (HNO₃) sebelum proses pembuatan natrium silikat. Asam HNO₃ juga digunakan sebagai pengatur pH 9 dalam pembentukan gel silika.

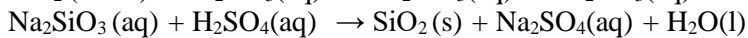
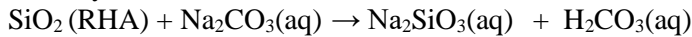
Padatan nanosilika yang dihasilkan memiliki diameter rata-rata 50,9 nm dan luas permukaan $245 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Reaksinya di bawah ini.



5. X Ma et al. [39] telah melakukan sintesis nanosilika yang mana menggunakan senyawa NH_4F sebagai pengestrak Silika dalam abu sekam padi dan proses gelifikasi dilakukan menggunakan senyawa NH_3 . Gel yang terbentuk, dikeringkan sampai didapatkan serbuk silika. Pada percobaan ini dihasilkan nanosilika berdiameter 50-60 nm dengan bentuk *spherical*. Reaksi kimianya di bawah ini.



6. Nayak dan Datta. [25] telah melakukan sintesis nanosilika dengan proses ekstraksi silika dilakukan menggunakan Na_2CO_3 dan dengan bantuan gelombang ultrasonik. Pada percobaan ini dihasilkan nanosilika berukuran 17,71 nm dan berstruktur amorf. Reaksi kimianya di bawah ini.



2.3 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Sintesis Nanosilika

2.3.1. Pengaruh suhu pirolisis sekam padi

Proses pirolisis mempengaruhi kualitas dari nanosilika yang terbentuk, suhu pirolisis yang tinggi dapat mengurangi kandungan karbon dari senyawa organik sehingga meningkatkan kemurnian dan keputihan pada silika. Suhu pirolisis untuk pembakaran sekam padi dapat mempengaruhi rendemen dan ukuran nanosilika yang diperoleh. Yadav et al. [40] telah melakukan percobaan variasi suhu pirolisis yaitu 700°C , 750°C , 800°C . dan dihasilkan rendemen silika sebesar 87,02%, 91,82%, 87,94% serta rentang ukuran nanosilika sebesar 83-85 nm, 60-78 nm, 80-120 nm untuk masing-masingnya.

2.3.2 Pengaruh jenis dan konsentrasi pengestrak

Selama ini, proses ekstraksi silika dari abu sekam padi dilakukan dengan menggunakan beberapa larutan basa seperti NaOH [41], Na_2CO_3 [28], dan KOH [37]. Hal ini dikarenakan Silika (SiO_2) dapat larut pada pH di atas 8 menjadi larutan silikat (SiO_3). Larutan basa NaOH merupakan larutan paling sering digunakan dalam mengestraksi silika pada abu sekam padi karena senyawa NaOH lebih ekonomis dan lebih reaktif dibandingkan senyawa lainnya [42]. Konsentrasi NaOH yang digunakan sebagai pengestrak, dapat mempengaruhi sifat-sifat nanosilika yang terbentuk. Jansomboon et al. [27] telah melakukan percobaan sintesis nanosilika dengan variasi tiga konsentrasi NaOH untuk menghasilkan natrium silikat dengan perlakuan yang sama. Dari hasil percobaan, didapatkan nanosilika dengan ukuran 47,67; 55,84; 55,67 nm pada konsentrasi 2; 2,5; 3 M pada masing-masingnya. Ajeel et al. [29] juga telah melaporkan bahwa perbedaan konsentrasi NaOH yang digunakan untuk mengestraksi SiO_2 dalam abu sekam padi dapat mempengaruhi kemurnian, morfologi dan ukuran diameter nanosilika yang terbentuk. Hasil percobaan ini disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Karakteristik nanosilika dengan perbedaan konsentrasi NaOH [29]

Konsentrasi NaOH (N)	diameter nanosilika (nm)	diameter rata-rata nanosilika (nm)	Kemurnian SiO ₂ (%)
1,5	65-115	74,70	98,43
2	20-120	78,25	99,318
2,5	75-100	79,76	99,753
3	70-165	88,93	99,917

Berdasarkan pada Tabel 3, telah menunjukkan peningkatan konsentrasi NaOH dari 1,5 sampai 3 N dapat menyebabkan kenaikan ukuran rata-rata serta kemurnian nanosilika. Konsentrasi 3 N menghasilkan nanosilika dengan kemurnian tertinggi sebesar 99,917% dan ukuran rata-rata diameter nanosilika sebesar 88,93 nm.

Selain konsentrasi pengestrak, jenis senyawa pengestrak juga mempengaruhi kuantitas nanosilika yang diperoleh. Nayak et al. [43] telah melaporkan perbandingan perolehan kembali silika dari RHA menggunakan pelarut NaOH dan Na₂CO₃ yang masing-masing dihasilkan NaOH sebesar 99,13 % dan Na₂CO₃ 95,93% dengan perlakuan yang sama. Hal ini dikarenakan, perolehan kembali silika menggunakan NaOH telah terbentuk struktur gel selama fase netralisasi sehingga terdapat kotoran yang terperangkap di dalamnya. Sedangkan, pelarutan silika dengan Na₂CO₃ tidak terjadi pembentukan gel selama proses netralisasi sehingga selama proses pencucian dapat menghilangkan partikel-partikel silika berukuran kecil serta kotoran-kotoran halus lainnya.

2.3.3. Pengaruh pH Gelifikasi

Selain perbedaan konsentrasi pelarut yang digunakan untuk mengestraksi Silika, nilai pH pada saat proses gelifikasi prekursor silikat juga dapat mempengaruhi muatan, ukuran dan kemurnian nanosilika yang diperoleh. Venkateswaran et al. [18] telah melaporkan bahwa sintesis nanosilika dengan 3 titik pH yang berbeda yaitu 1, 3, 5 dapat mempengaruhi ukuran dan kemurnian nanosilika. Distribusi maksimal ukuran nanosilika (d_{50}) yang diperoleh sebesar 100 ± 3 , 109 ± 3 , 114 ± 3 nm dan kemurnian yang diperoleh sebesar 97,52%, 98,20%, 99,03%, untuk masing-masing pH 1, 3, 5. Yuvakkumar et al. [44] juga telah melaporkan tentang presipitasi nanosilika pada beberapa titik pH yang berbeda yaitu 1, 3, 7 pada suhu ekstraksi Si sebesar 600 °C. Distribusi maksimal ukuran nanosilika (d_{50}) yang diperoleh sebesar 62 ± 3 , 64 ± 3 , 84 ± 3 nm untuk masing-masing pH 1, 3, 7. Beberapa hasil penelitian di atas membuktikan bahwa semakin tinggi pH maka semakin besar ukuran nanosilika yang diperoleh dan semakin bertambah juga kemurniannya. Hal ini didasarkan bahwa partikel silika teragregasi untuk membentuk gel koloid bermuatan negatif. Partikel koloid ini menginduksi tolakan elektrostatis yang cukup kuat untuk menghindari gelasi dan aglomerasi [38].

2.3.4. Pengaruh proses pemurnian

Nanosilika dengan kemurnian tinggi bisa didapatkan dengan dilakukan proses pemurnian akhir yaitu menghilangkan kotoran yang masih berada dipori-pori permukaan nanosilika seperti garam-garam natrium, ion sulfat, ion klorida hasil samping proses presipitasi silika. Proses pencucian dapat dilakukan menggunakan air deionisasi dengan beberapa kali pengulangan ataupun menggunakan air panas dan dapat juga menggunakan pelarut anorganik untuk hasil yang lebih efektif.

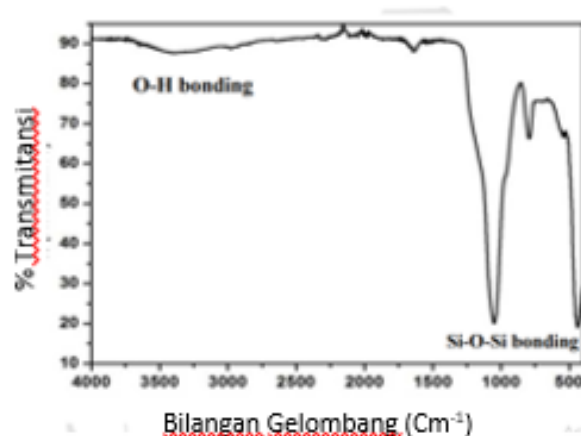
Halim et al. [45] telah melaporkan bahwa nanosilika yang direndam dalam campuran air dan pelarut organik seperti etanol dan aseton lebih efektif untuk menghilangkan garam dengan menembus pori-pori nanosilika karena pelarut tersebut memiliki ukuran molekul lebih kecil dari pada ukuran pori-pori nanosilika dan juga memiliki sifat tegangan permukaan yang rendah. Premaratne et al. [22] melakukan sintesis nanosilika dimana proses ekstraksi silika dari RHA dilakukan terlebih dahulu dengan NaOH, kemudian bubuk silika yang didapatkan dicuci dengan HCl untuk menghilangkan kation logam pengotor. Metode ini berhasil memurnikan silika dari 13% menjadi 40,58 %. nanosilika dibentuk pada saat setelah proses pencucian dengan HCl, kemudian bubuk silika direaksikan dengan NaOH untuk kedua kalinya. Setelah itu, campuran ditambahkan H₂SO₄ hingga pH 7,5-8,5, untuk mendapatkan gel silika. Pada percobaan ini menghasilkan nanosilika berukuran 50-70 nm.

3. KARAKTERISASI NANOSILIKA DARI ABU SEKAM PADI (RHA)

Keberhasilan sintesis suatu material anorganik dibuktikan melalui karakterisasi material tersebut. Karakterisasi nanosilika dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat fisika dan kimia dari nanosilika yang diperoleh. Beberapa metode instrumentasi yang digunakan untuk mengetahui karakteristik dari nanosilika yang diperoleh yaitu *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*, *Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX)*, *Scanning Electron Micrograph (SEM)*, dan *Transmission Electron Micrograph (TEM)*.

3.1 *Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*

Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) merupakan instrument yang menggunakan prinsip spektroskopi inframerah dan dilengkapi transformasi fourier untuk mendeteksi dan menganalisis hasil spektrum. FTIR digunakan untuk mengidentifikasi jenis-jenis gugus fungsional suatu senyawa terutama senyawa organik [46]. Disamping itu, FTIR juga dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dari senyawa-senyawa anorganik sebagai contoh gugus silanol dan siloksan pada senyawa silika. Salah satu contoh nanosilika yang disintesis dari abu sekam padi (RHA) kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR. Hasil spektrum ditunjukkan dalam Gambar 5. Berdasarkan Gambar tersebut ada beberapa puncak serapan yang muncul. Puncak dominan pada 1033 cm⁻¹ disebabkan oleh vibrasi asimetris dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan pita lebar antara 3000-3500 cm⁻¹ disebabkan oleh gugus silanol (Si-OH). Kemudian puncak kecil di daerah 1600 cm⁻¹ disebabkan oleh vibrasi tekuk molekul air (H₂O) yang masih terperangkap dalam nanosilika [47].

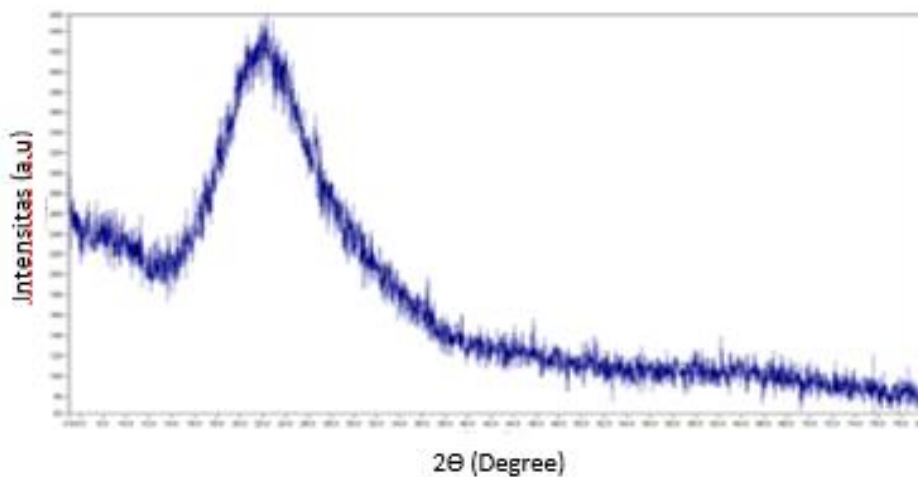


Gambar 5. Spektra FTIR dari nanosilika RHA [47]

3.2 X-ray Diffraction XRD

Metode analisis dengan X-ray Diffraction XRD memiliki prinsip penghamburan sinar-X yang diakibatkan tumbukan material sampel dengan sinar-X yang mana material sampel tidak mengalami kehilangan energinya, sehingga radiasi hamburan konstruktif dan destruktif akan dihasilkan yang mengarah ke fenomena difraksi karakteristik. Teknik ini dapat menentukan susunan sistem atom dalam material sampel (menyelidiki struktur kristal bahan) secara kualitatif maupun kuantitatif [48].

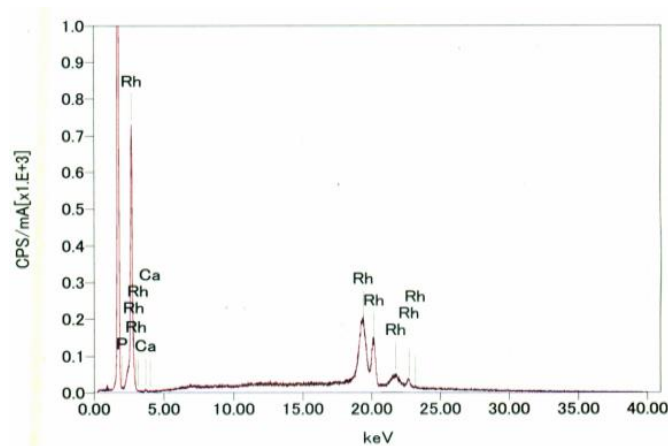
Hasil analisis dari metode ini disajikan dalam pola XRD. Derajat kristalinitas atau fase nanosilika dari abu sekam padi dapat dianalisis dengan metode XRD. Difraktogram nanosilika dari abu sekam padi disajikan pada Gambar 6 mengonfirmasikan bahwa fase nanosilika dari abu sekam padi memiliki struktur amorf. Hal ini menjadi ciri khas nanosilika dari abu sekam padi walaupun pada umumnya silika memiliki beberapa fase yang dipengaruhi oleh suhu sintesis dan perlakuan awalnya.



Gambar 6. Difraktogram XRD nanosilika RHA [49]

3.3 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX).

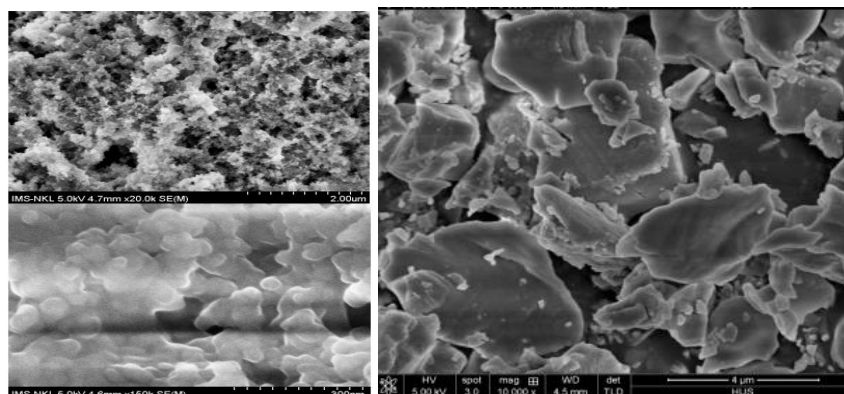
Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) merupakan instrument yang digunakan untuk menganalisis komposisi unsur kimia dari suatu spesimen atau sampel. Prinsip kerja instrumen ini adalah interaksi antara sampel dengan beberapa eksitasi sinar-X yang mana setiap unsur memiliki struktur atom yang khas, sehingga memungkinkan sinar-X untuk mengidentifikasinya. Jumlah dan energi dari sinar-X yang dipancarkan dari spesimen merepresentasikan karakteristik struktur atom dari unsur yang terpancar, sehingga memungkinkan komposisi unsur dapat diukur oleh spektrometer energi-dispersif [50]. Kemurnian nanosilika hasil sintesis dari abu sekam padi dapat diukur dengan instrumen ini yang ditunjukkan dalam Gambar 7. Menurut Nguyen et al. [51] spektrum unsur EDX abu sekam padi menunjukkan unsur utama silikon (Si) dan pengotor Rhodium (Rh), timbal (Pb), besi (Fe) dan Arsen (As). Kandungan silika dari xerogel diperkirakan dari data EDX berdasarkan asumsi bahwa semua silikon berada dibentuk silika. Kandungan silika dari xerogel yang dihasilkan dari abu sekam padi yang telah dicuci sebelumnya adalah 99,5%. Ini menarik untuk dicatat bahwa elemen pengotor juga hadir dalam konsentrasi yang lebih rendah bahkan terdeteksi di nanosilika yang akan terbentuk dari xerogel tersebut.



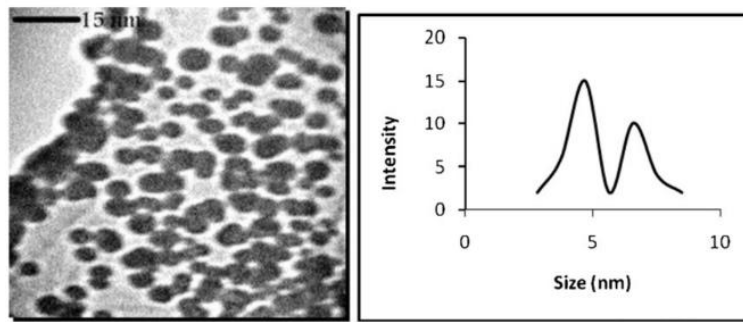
Gambar 7. Spektrum EDX analisis unsur Si dari sampel nanosilika RHA [51]

3.4 Scanning Electron Microscope (SEM) dan Transmission Electron Microscope (TEM)

Bentuk dan morfologi nanosilika dapat dilihat dengan mikroskop dengan perbesaran tinggi atau biasanya disebut dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang merupakan mikroskop elektron yang menganalisis topografi sampel dengan cara memindai permukaan oleh sinar elektron yang terfokus dengan perbesaran hingga skala tertentu. Elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, menghasilkan berbagai sinyal yang berisi informasi tentang morfologi permukaan dan komposisi sampel [50]. SEM dan TEM memiliki persamaan prinsip kerja, namun ada perbedaan mendasar dari TEM dan SEM yaitu bagaimana elektron yang ditembakkan mengenai target pada sampel. Pada TEM, sampel yang disiapkan sangat tipis sehingga elektron dapat menembus atau melewati sampel tersebut, yang kemudian diolah menjadi gambar. Pada metode SEM, sampel tidak ditembus oleh elektron sehingga, hanya pendaran hasil dari tumbukan elektron dengan permukaan sampel yang ditangkap oleh detektor kemudian diolah. Dari hasil analisis SEM membuktikan bahwa nanosilika dari abu sekam padi memiliki bentuk bulat (*Spherical Shape*), seragam, dan teragregasi [28]. Huan et al. [52] telah melakukan karakterisasi nanosilika dari abu sekam padi menggunakan SEM sesuai yang disajikan dalam Gambar 8. Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada gambar tersebut bahwa nanosilika memiliki struktur spons. Kemudian, morfologi dan ukuran partikel nanosilika yang ditampilkan oleh FE-SEM dengan pembesaran tinggi menunjukkan bahwa nanosilika memiliki bentuk melingkar dengan rata-rata ukuran partikel 30-100 nm. Rafiee et al. [53] telah berhasil mensintesis nanosilika dari abu sekam padi dengan bentuk bulat dengan ukuran partikel rata-rata sebesar 6 nm berdasarkan rumus scheler. Hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 8. Scanning Electron Micrograph (SEM) dan Field emission scanning electron micrograph (FESEM) nanosilika RHA [52]



Gambar 9. Hasil TEM dan diagram distribusi ukuran partikel partikel nanosilika RHA [53]

PROSPEK NANOSILIKA DARI ABU SEKAM PADI DI INDONESIA

Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki tingkat produksi padi tertinggi di dunia. Indonesia menempati peringkat ketiga dengan produksi beras terbesar didunia yaitu sebesar 34,7 juta ton pertahun dengan estimasi produksi sekam padi sebesar 6,94 juta ton pertahun pada tahun 2019/2020 [3]. Sekam padi di Indonesia dimanfaatkan sebagai produk-produk sederhana seperti briket, campuran pupuk kompos, dan adsorben alami [54] tetapi, belum dimanfaatkan secara optimal menjadi material bernilai tinggi seperti nanosilika untuk keperluan industri. Nanosilika masih diproduksi dalam skala laboratorium untuk keperluan penelitian saja. Menurut Soltani et al. [55] ada beberapa alasan terkait pemanfaatan limbah sekam padi yang tidak optimal yaitu kurangnya kesadaran petani maupun pelaku industri akan potensi sekam padi, masalah ekonomi sosial, penetrasi teknologi yang kurang memadai, kurangnya kepedulian terhadap lingkungan, dan lain sebagainya. Disisi lain, silika amorf berukuran nanometer yang diekstrak dari bahan baku tumbuhan memiliki keunggulan tertentu dibandingkan dengan silika yang berasal dari batuan mineral. Secara khusus, Tahapan dalam proses ekstraksi silika dari sekam padi dinilai sederhana karena setiap jenis sekam padi memiliki komposisi kimia yang relatif konstan (perbedaan tidak terlalu signifikan), ditambah lagi silika yang diekstraksi dari sekam padi memiliki kandungan pengotor oksida logam yang kecil [56]. Berdasarkan uraian diatas, apabila nanosilika diproduksi secara komersil, maka akan berorientasi profit di Indonesia.

4. KESIMPULAN

Abu sekam padi (RHA) menjadi sumber silika alternatif untuk pembuatan nanosilika. Perlakuan awal (*Pretreatment*) sekam padi meliputi perlakuan mekanik, kimia, dan termal. Selama ini, sintesis nanosilika dari abu sekam padi dilakukan menggunakan metode sol-gel yang meliputi dua tahap utama yaitu ekstraksi dan gelifikasi silika. Beberapa metode instrumentasi yang digunakan untuk mengetahui karakteristik dari nanosilika yang diperoleh yaitu *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*, *Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX)*, *Scanning Electron Micrograph (SEM)*, dan *Transmission Electron Micrograph (TEM)*. Berdasarkan hasil kajian, faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis nanosilika yaitu perlakuan awal sekam padi, jenis dan konsentrasi pengestrak, pH gelifikasi, dan proses pemurnian. Nanosilika dari RHA memiliki karakteristik berbentuk bulat teragregasi, berstruktur amorf, kemurnian diatas 90%, dan berukuran 5-100 nm. Prospek nanosilika dari abu sekam padi sangat potensial untuk direalisasikan secara komersil di Indonesia.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi. Selaku pemberi beasiswa studi sarjana dari penulis dan bapak/ibu dosen yang telah mereview artikel ini, sehingga dapat dipublikasikan pada prosiding SNK 2021.

Daftar Pustaka

- [1] S. K. S. Hossain, L. Mathur, and P. K. Roy, "Rice husk/rice husk ash as an alternative source of silica in ceramics: A review," *Journal of Asian Ceramic Societies*. 2018, doi: 10.1080/21870764.2018.1539210.
- [2] N. Bandumula, "Rice Production in Asia: Key to Global Food Security," *Proc. Natl. Acad. Sci. India Sect. B - Biol. Sci.*, 2018, doi: 10.1007/s40011-017-0867-7.
- [3] Statista, "Top countries based on production of milled rice |," *Statista*, 2020. .
- [4] B. Singh, "Rice husk ash," in *Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete: Characterisation, Properties and Applications*, 2018.
- [5] F. V. Riza and I. A. Rahman, "The properties of compressed earth-based (CEB) masonry blocks," in *Eco-efficient Masonry Bricks and Blocks: Design, Properties and Durability*, 2015.
- [6] R. Pode, "Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 53. 2016, doi: 10.1016/j.rser.2015.09.051.
- [7] R. B. M. Cervera and E. A. Salamangkit-Mirasol, "Preparation of amorphous nanosilica from philippine waste rice hull via acid precipitation method," in *Materials Science Forum*, 2016, vol. 864, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.864.112.
- [8] J. A. Santana Costa and C. M. Paranhos, "Systematic evaluation of amorphous silica production from rice husk ashes," *J. Clean. Prod.*, 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.05.028.
- [9] S. A. A. Wahab, Khamirul Amin Matori, Sidek Hj Ab Aziz, Mohd Hafiz Mohd Zaid, Mohd Mustafa Awang Kechik, Aisyah Zakiah Khirel Azman, Rahayu Emilia Mohamed Khaidir, Mohammad Zulhasif Ahmad Khiri, Nuraidayani Effendy, "Effect of ZnO on the phase transformation and optical properties of silicate glass frits using rice husk ash as a SiO₂ source," *J. Mater. Res. Technol.*, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.08.005.
- [10] G.T.M. Kadja, Verry A.Fabiani, Mirwan H.Aziz, Adroit T.N.Fajar, AntonPrasetyo, VeinardiSuendo, Eng-PohNg, and Rino R.Mukti, "The effect of structural properties of natural silica precursors in the mesopore-free synthesis of hierarchical ZSM-5 below 100 °C," *Adv. Powder Technol.*, 2017, doi: 10.1016/j.apt.2016.10.017.
- [11] S. Chandrasekhar, K. G. Satyanarayana, P. N. Pramada, P. Raghavan, and T. N. Gupta, "Processing, properties and applications of reactive silica from rice husk - An overview," *Journal of Materials Science*. 2003, doi: 10.1023/A:1025157114800.
- [12] P. Singh, S. Srivastava, and S. K. Singh, "Nanosilica: Recent Progress in Synthesis, Functionalization, Biocompatibility, and Biomedical Applications," *ACS Biomater. Sci. Eng.*, 2019, doi: 10.1021/acsbiomaterials.9b00464.
- [13] Lok P. Singh, Sriman K. Bhattacharyya, Rahul Kumar, Geetika Mishra, Usha Sharma, Garima Singh, Saurabh Ahalawat, "Sol-Gel processing of silica nanoparticles and their applications," *Advances in Colloid and Interface Science*. 2014, doi: 10.1016/j.cis.2014.10.007.
- [14] Ulrike Bernauer, Qasim Chaudhry, Pieter Coenraads, Gisela Degen, Maria Dusinska, Werner Lilienblum, Elsa Nielsen, Thomas Platzek, Christophe Rousselle, Jan van Benthem, "Opinion of the Scientific Committee on Consumer Safety (SCCS) - Revision of the opinion on the safety of the use of Silica, Hydrated Silica, and Silica Surface Modified with Alkyl Silylates (nano form) in cosmetic products," *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, vol. 74. 2016, doi: 10.1016/j.yrtph.2015.11.005.
- [15] H. El-Didamony, E. El-Fadaly, A. A. Amer, and I. H. Abazeed, "Synthesis and characterization of low cost nanosilica from sodium silicate solution and their applications in ceramic engobes," *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 59, no. 1, 2020, doi: 10.1016/j.bsecv.2019.06.004.
- [16] Uyen Vy Vo, Thi Hiep Nguyen, Manon Gallais, Hieu Vu-Quang, Cuu Khoa Nguyen, Tri Duc

- Lam, Duy Chinh Nguyen, Long Giang Bach, Dai Hai Nguyen, “Porous nanosilica hybrids biocompatible polymer for enhancing anticancer drugs loading efficiency and targeted delivery,” in *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 18, doi: 10.1016/j.matpr.2019.07.360.
- [17] Dekkers S, Krystek P, Peters RJ, Lankveld DP, Bokkers BG, van Hoeven-Arentzen PH, Bouwmeester H, Oomen AG, “Presence and risks of nanosilica in food products,” *Nanotoxicology*, vol. 5, no. 3, 2011, doi: 10.3109/17435390.2010.519836.
- [18] S. Venkateswaran, R. Yuvakkumar, and V. Rajendran, “Nano Silicon from Nano Silica Using Natural Resource (Rha) for Solar Cell Fabrication,” *Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem.*, vol. 188, no. 9, 2013, doi: 10.1080/10426507.2012.740106.
- [19] D. Napierska, L. C. J. Thomassen, D. Lison, J. A. Martens, and P. H. Hoet, “The nanosilica hazard: Another variable entity,” *Part. Fibre Toxicol.*, vol. 7, 2010, doi: 10.1186/1743-8977-7-39.
- [20] S. M. T. Al-Abboodi, E. J. A. Al-Shaibani, and E. A. Alrubai, “Preparation and Characterization of Nano silica Prepared by Different Precipitation Methods,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, vol. 978, no. 1, doi: 10.1088/1757-899X/978/1/012031.
- [21] Amaria amaria, "Adsorpsi Ion Sianida Dalam Larutan Menggunakan Adsorben Hibrida Amino Propil Silika Gel Dari Sekam Padi Terimpregnasi Aluminium" *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, 2012, Vol. 19 no1.
- [22] W. A. P. J. Premaratne, W. M. G. I. Priyadarshana, S. H. P. Gunawardena, and A. A. P. De Alwis, “Synthesis of Nanosilica from Paddy Husk Ash and Their Surface Functionalization,” *J. Sci. Univ. Kelaniya Sri Lanka*, vol. 8, no. 0, 2014, doi: 10.4038/josuk.v8i0.7238.
- [23] V. H. Le, C. N. H. Thuc, and H. H. Thuc, “Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol–gel method,” *Nanoscale Res. Lett.*, 2013, doi: 10.1186/1556-276x-8-58.
- [24] O. Kamon-In, S. Srilomsak, and N. Meethong, “The utility of rice husk ash from biomass power plant of Nakhon Ratchasima Province for synthesis of nano-silica for using cathode material of lithium ion battery,” in *Key Engineering Materials*, 2018, vol. 766 KEM, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.766.51.
- [25] P. P. Nayak and A. K. Datta, “Synthesis of SiO₂-Nanoparticles from Rice Husk Ash and its Comparison with Commercial Amorphous Silica through Material Characterization,” *Silicon*, vol. 13, no. 4, 2021, doi: 10.1007/s12633-020-00509-y.
- [26] A. Moosa, A. A. Moosa, and F. Saddam, “Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk with Applications to Polymer Composites Green synthesis of nanoparticles View project Exfoliated Graphite View project Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk with Application,” *Am. J. Mater. Sci.*, vol. 2017, no. 6, pp. 223–231, 2017, doi: 10.5923/j.materials.20170706.01.
- [27] W. Jansomboon, K. Boonmalot, S. Sukaros, and P. Prapainainar, “Rice hull micro and nanosilica: Synthesis and characterization,” in *Key Engineering Materials*, 2017, vol. 718, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.718.77.
- [28] R. Yuvakkumar, V. Elango, V. Rajendran, and N. Kannan, “High-purity nano silica powder from rice husk using a simple chemical method,” *J. Exp. Nanosci.*, 2014, doi: 10.1080/17458080.2012.656709.
- [29] S. A. Ajeel, K. A. Sukkar, and N. K. Zedin, “Chemical Extraction Process for Producing High Purity Nanosilica from Iraqi Rice Husk,” *Eng. Technol. J.*, vol. 39, no. 1A, 2021, doi: 10.30684/etj.v39i1a.1696.
- [30] S. Gu, J. Zhou, Z. Luo, Q. Wang, and M. Ni, “A detailed study of the effects of pyrolysis temperature and feedstock particle size on the preparation of nanosilica from rice husk,” *Ind.*

- Crops Prod.*, vol. 50, 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2013.08.004.
- [31] S. P. Buás De Lima *et al.*, “Production of silica gel using residual rice husk ash,” *Quim. Nova*, 2011, doi: 10.1590/s0100-40422011000100014.
- [32] A. M. de Sousa, L. Visconte, C. Mansur, and C. Furtado, “Silica Sol Obtained from Rice Husk Ash,” *Chem. Chem. Technol.*, vol. 3, no. 4, pp. 321–326, 2009, doi: 10.23939/chcht03.04.321.
- [33] A. Jyoti, R. K. Singh, N. Kumar, A. K. Aman, and M. Kar, “Synthesis and properties of amorphous nanosilica from rice husk and its composites,” *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 263, 2021, doi: 10.1016/j.mseb.2020.114871.
- [34] N. Nuryono and N. Narsito, “Effect Of Acid Concentration On Characters Of Silica Gel Synthesized From Sodium Silicate,” *Indones. J. Chem.*, 2010, doi: 10.22146/ijc.21834.
- [35] K. Amutha, R. Ravibaskar, G. Sivakumar, and S. G. Sivakumar, “Extraction, synthesis and characterization of nanosilica from rice husk ash,” *Int. J. Nanotechnol. Appl.*, vol. 4, no. 1, 2010.
- [36] B. K. Raut and K. P. Panthi, “Extraction of Silica Nanoparticles from Rice Husk Ash (RHA) and Study of Its Application in Making Composites,” *J. Nepal Chem. Soc.*, vol. 40, 2019, doi: 10.3126/jncs.v40i0.27285.
- [37] R. Rusdianasari, M. Taufik, Y. Bow, and M. S. Fitri, “Application of Nanosilica from Rice Husk Ash as Iron Metal (Fe) Adsorbent in Textile Wastewater,” *Indones. J. Fundam. Appl. Chem.*, vol. 5, no. 1, pp. 7–12, 2020, doi: 10.24845/ijfac.v5.i1.7.
- [38] F. Adam, T. S. Chew, and J. Andas, “A simple template-free sol-gel synthesis of spherical nanosilica from agricultural biomass,” *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 59, no. 3, 2011, doi: 10.1007/s10971-011-2531-7.
- [39] Xiaoyu Ma, Bing Zhou, Wei Gao, Yuning Qu, Lili Wang, Zichen Wang, Yanchao Zhu., “A recyclable method for production of pure silica from rice hull ash,” *Powder Technol.*, vol. 217, 2012, doi: 10.1016/j.powtec.2011.11.009.
- [40] A. Azhakesan, S. Yadav, and V. M. Rajesh, “Extraction of silica nanoparticles from Rice Husk Ash and its characterization,” *J. Sci. Ind. Res. (India)*, vol. 79, no. 7, 2020.
- [41] U. Kalapathy, A. Proctor, and J. Shultz, “A simple method for production of pure silica from rice hull ash,” *Bioresour. Technol.*, 2000, doi: 10.1016/S0960-8524(99)00127-3.
- [42] H. S. Ahmad, N. Bialangi, Y. K. Salimi, and J. Kimia, “Pengolahan Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel,” *Entropi*, vol. 11, 2016.
- [43] P. P. Nayak, S. Nandi, and A. K. Datta, “Comparative assessment of chemical treatments on extraction potential of commercial grade silica from rice husk,” *Eng. Reports*, 2019, doi: 10.1002/eng2.12035.
- [44] K. Saravanan, R. Yuvakkumar, V. Rajendran, and P. Paramasivam, “Influence of sintering temperature and pH on the phase transformation, particle size and anti-reflective properties of RHA nano silica powders,” *Phase Transitions*, vol. 85, no. 12, 2012, doi: 10.1080/01411594.2012.671322.
- [45] Z. A. A. Halim, M. A. M. Yajid, and M. Hasbullah Idris, “Effect of wash solvents on salt removal in rice husk derived nano-silica,” in *AIP Conference Proceedings*, 2019, vol. 2068, doi: 10.1063/1.5089405.
- [46] Gehan M.K. Tolba, Nasser A.M. Barakat, A.M. Bastaweesy, E.A. Ashour, Wael Abdelmoez, Mohamed H. El-Newehy, Salem S. Al-Deyab, Hak Yong Kim., “Effective and highly recyclable nanosilica produced from the rice husk for effective removal of organic dyes,” *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 29, 2015, doi: 10.1016/j.jiec.2015.03.025.
- [47] S. Mor, C. K. Manchanda, S. K. Kansal, and K. Ravindra, “Nanosilica extraction from processed agricultural residue using green technology,” *J. Clean. Prod.*, vol. 143, 2017, doi:

- 10.1016/j.jclepro.2016.11.142.
- [48] J. Epp, "X-Ray Diffraction (XRD) Techniques for Materials Characterization," in *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*, 2016.
- [49] L. N. Anh Tuan, L. T. Kim Dung, L. D. Thanh Ha, N. Q. Hien, D. Van Phu, and B. D. Du, "Preparation and characterization of nanosilica from rice husk ash by chemical treatment combined with calcination," *Vietnam J. Chem.*, vol. 55, no. 4, 2017, doi: 10.15625/2525-2321.2017-00490.
- [50] S. O. Wijayanto, and A. P. Bayuseno, "Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasarkan Pengujian : Mikrografi Dan Kekerasan," *J. Tek. Mesin Undip*, vol. 1, no. 4, 2013.
- [51] H. X. Nguyen, N. T. T. Dao, H. T. T. Nguyen, and A. Q. T. Le, "Nanosilica synthesis from rice husk and application for soaking seeds," in *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2019, vol. 266, no. 1, doi: 10.1088/1755-1315/266/1/012007.
- [52] X. H. Nguyen, N. A. Tran, T. T. H. Nguyen, T. T. N. Dao, and V. T. Nguyen, "Nanosilica synthesis and application for lead treatment in water," *J. Vietnamese Environ.*, vol. 9, no. 5, 2018, doi: 10.13141/jve.vol9.no5.pp255-263.
- [53] E. Rafiee, S. Shahebrahimi, M. Feyzi, and M. Shaterzadeh, "Optimization of synthesis and characterization of nanosilica produced from rice husk (a common waste material)," *Int. Nano Lett.*, vol. 2, no. 1, 2012, doi: 10.1186/2228-5326-2-29.
- [54] H. Yahya, "Kajian beberapa manfaat sekam padi di bidang teknologi lingkungan sebagai upaya pemanfaatan limbah pertanian bagi masyarakat Aceh di masa akan datang," *Pros. Semin. Nas. Biot. 2017*, 2017.
- [55] N. Soltani, A. Bahrami, M. I. Pech-Canul, and L. A. González, "Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials," *Chemical Engineering Journal*, vol. 264, 2015, doi: 10.1016/j.cej.2014.11.056.
- [56] L. A. Zemnukhova, A. G. Egorov, G. A. Fedorishcheva, N. N. Barinov, T. A. Sokol'nitskaya, and A. I. Botsul, "Properties of amorphous silica produced from rice and oat processing waste," *Inorg. Mater.*, 2006, doi: 10.1134/S0020168506010067.