TUGAS AKHIR –TL184834

REVIEW PENGARUH METODE SINTESIS TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA NANOTUBE BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

M. DAYYAN NAHAREVY
NRP. 02511640000053

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

TUGAS AKHIR−TL 184834

REVIEW PENGARUH METODE SINTESIS TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA NANOTUBE BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

M. DAYYAN NAHAREVY
NRP. 02511640000053

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

FINAL PROJECT−TL 184834

REVIEW THE EFFECT OF SYNTHESIS METHOD ON THE FORMATION OF SILICA NANOTUBE BASED ON RICE HUSK

M. DAYYAN NAHAREVY
NRP. 02511640000053

Advisor
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology and System Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

REVIEW PENGARUH METODE SINTESIS TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA NANOTUBE BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:
M. DAYYAN NAHAREVY
NRP 02511640000053

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D. ..... (Pembimbing 1)
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. ..... (Pembimbing 2)

SURABAYA
Juli 2020

KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
DEPARTEMEN
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

REVIEW PENGARUH METODE SINTESIS TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA NANOTUBE BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

Nama : **M. Dayyan Naharevy**
NRP : **02511640000053**
Departemen : **Teknik Material**
Dosen Pembimbing : **Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.**
Co-Pembimbing : **Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.**

Abstrak

Silika nanotube merupakan nanomaterial silika yang memiliki luas permukaan yang tinggi dengan ukuran pori yang besar daripada silika pada umumnya serta memiliki struktur seperti tabung. Sintesis silika nanotube umumnya menggunakan bahan konvensional seperti teraetil orthosilikat(TEOS). Namun, penggunaan tersebut dapat diganti dengan bahan yang lebih ekonomis dan ramah lingkungan seperti sekam padi yang mengandung sekitar 89-97% berat silika. Sintesis silika nanotube umumnya membutuhkan template sebagai pendukung untuk mengubah strukturnya menjadi bentuk tabung. Namun, diperlukan metode sintesis tertentu untuk menghasilkan silika nanotube yang baik. Tujuan dari review paper ini yaitu untuk menganalisis pengaruh metode sintesis terhadap pembentukan silika nanotube baik itu metode hidrotermal, sol-gel, dan electrospinning, serta menganalisis perbandingan metode sintesis untuk menghasilkan silika nanotube. Dari hasil paper review tersebut, didapat bahwa metode hidrotermal yang paling baik dilihat dari struktur silika nanotube yang dihasilkan dengan rata-rata ukuran pori dan luas permukaan spesifik sebesar 2-10 nm dan 900-1500 m^2/g serta serbuk yang dihasilkan lebih reaktif.

Kata Kunci : ***silika nanotube, sekam padi, hidrotermal, sol-gel, electrospinning***

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

REVIEW THE EFFECT OF SYNTHESIS METHOD ON THE FORMATION OF SILICA NANOTUBE BASED ON RICE HUSK

Student Name : M. Dayyan Naharevy
NRP : 02511640000053
Department : Material dan Metallurgical Engineering
Advisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Co-Advisor : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

Silica nanotubes are silica nanomaterials that have a high surface area with a bigger pore size than silica in general and have a tube-like structure. Synthesis of silica nanotubes generally uses conventional materials such as teraethyl orthosilicate (TEOS). However, these uses can be replaced with more economical and environmentally friendly materials such as rice husks which contain around 89-97% by weight of silica. Synthesis of silica nanotubes generally requires a template as a support to convert its structure into a tubular shape. However, certain synthesis methods are needed to produce good silica nanotubes. The purpose of this paper review is to analyze the effect of the synthesis method on the formation of silica nanotubes in the form of hydrothermal, sol-gel and electrospinning methods, and analyze the comparison of synthesis methods to produce silica nanotubes. From the results of the review paper, it was found that the hydrothermal method is best seen from the structure of silica nanotubes produced with an average pore size and specific surface area of 2-10 nm and 900-1500 m^2/g and and the powder produced is more reactive.

Keywords : *silica nanotube, rice husk, hydrothermal, electrospinning, sol-gel*

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa berkat rahmat dan karunia-Nya penelitian Tugas Akhir dapat terlaksanakan dengan baik dan dapat selesai tepat pada waktunya. Tujuan dari penyusunan Laporan Tugas Akhir adalah untuk memenuhi salah satu syarat akademis yang wajib dipenuhi dalam kuliah program studi Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS, Surabaya.

Terselesaikannya Laporan Tugas Akhir tidak luput dari bantuan, motivasi serta partisipasi dari semua pihak, untuk itu pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kasih kepada:

1. Ibu Hariyati Purwaningsih S.Si., M.Si. dan Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. serta Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir atas bimbingannya selama pelaksanaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir.
2. Bapak Sigit Triwicaksono S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS.

Penulis menyadari penyusunan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga laporan ini dapat berguna bagi penulis dan semua pihak yang terkait.

Surabaya, 10 Agustus 2020
Penulis

M. Dayyan Naharevy
02511640000053

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL..... i
LEMBAR PENGESAHAN.....v
ABSTRAK..... vii
ABSTRACT ix
KATA PENGANTAR xi
DAFTAR ISI xiii
DAFTAR GAMBAR xv
DAFTAR TABEL..... xix
BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang.....1
1.2 Perumusan Masalah 3
1.3 Batasan Masalah 3
1.4 Tujuan *Review* Jurnal.....3
1.5 Manfaat *Review* Jurnal.....4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Sekam Padi 5
2.2 Silika 6
2.3 Silika *Nanotube* 10
2.4 Alat Uji Karakterisasi 14
2.4.1 *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR).....14
2.4.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM).....15
2.4.3 *X-Ray Difraction* (XRD) 16
2.4.4 *Brunauer Emmett Teller* (BET) *Surface Analysis* 17
2.4.5 *Transmission Electron Microscope* (TEM).....18
BAB III REVIEW METODOLOGI
3.1 Metode Hidrotermal.....21
3.2 Metode *Electrospinning*.....24
3.3 Metode Sol-Gel.....30
3.4 Diagram Alir Penelitian.....37
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Pengumpulan Data.....41
4.1.1 Metode hidrotermal.....41

4.1.2 Metode *electrospinning* 46
4.1.3 Metode sol-gel 54
4.2 Pembahasan..... 62
4.3 Kritik 66
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan 71
5.2 Saran 71
DAFTAR PUSTAKA 73
LAMPIRAN 79
UCAPAN TERIMA KASIH 81
BIODATA PENULIS 83

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur tetrahedral silika.....6
Gambar 2.2 Klasifikasi nanomaterial berdasarkan dimensi 11
Gambar 2.3 Proses pembentukan silika *nanotube* dengan *template carboxylic-acid-crystal* 13
Gambar 2.4 Alat uji FTIR 15
Gambar 2.5 Alat uji SEM.....16
Gambar 2.6 Alat uji XRD.....17
Gambar 2.7 Alat uji BET 18
Gambar 2.8 Alat uji TEM.....19
Gambar 2.9 Skema alat uji TEM.....20
Gambar 3.1 *Autoclave* pada proses hidrotermal.....22
Gambar 3.2 Skematis proses *coaxial electrospinning*.....24
Gambar 3.3 Skema proses *electrospinning* 25
Gambar 3.4 Skematis dari peralatan *electrospinning* yang digunakan 26
Gambar 3.5 Baris atas: (kiri) Silika oligomer dalam sol yang dikatalisasi oleh amonia diinfiltrasi ke ruang intra-molekul di antara rantai PVA; (kanan) partikel koloid (10 nm) dalam sol menutupi permukaan *fiber*. Baris bawah: (kiri) nano-*fiber* padat (NF) diperoleh setelah kalsinasi; (kanan) silica *nanotubes* (NT) dihasilkan.....27
Gambar 3.6 Skema proses sintesis silika *nanotube* dengan menggunakan metode *coaxial electrospinnning* 28
Gambar 3.7 Skema proses pembuatan gelatin *nanofiber* (a) dan silika *nanotube* (b).....29
Gambar 3.8 Skema proses sol – gel 31
Gambar 3.9 Bagan proses sol-gel.....33
Gambar 3.10 Skema dari proses sintesis silika *nanotube* dengan metode sol-gel 35

Gambar 3.11 Skema proses pembentukan *nanotube* pada silika..... 37
Gambar 3.12 Diagram alir penelitian pembahasan jurnal..... 39
Gambar 4.1 Hasil pengujian TEM dari sintesis silika *nanotube* 41
Gambar 4.2 Hasil uji TEM pada sintesis silika *nanotube* 42
Gambar 4.3 Hasil uji XRD pada sintesis silika *nanotube* 42
Gambar 4.4 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* 43
Gambar 4.5 Gambar SEM pada silika *nanotube* (atas) dan gambar TEM pada silika *nanotube* (bawah)..... 44
Gambar 4.6 Hasil uji N_2 *adsorption* pada sintesis silika *nanotube* 45
Gambar 4.7 Hasil uji TEM pada silika *nanotube* 45
Gambar 4.8 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* 46
Gambar 4.9 Hasil uji SEM pada silika *nanotube* 47
Gambar 4.10 Hasil uji FTIR pada silika *nanotube*..... 47
Gambar 4.11 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* 48
Gambar 4.12 (a) Struktur mikro *fiber* PVA *elektrospun* setelah direndam selama 2 jam dalam sol silika pada temperartur kamar, dan (b) Gambar perbesaran *fiber* PVA, menunjukkan keberadaan partikel pada *fiber*..... 49
Gambar 4.13 Hasil uji SEM yang menunjukkan terbentuknya silika *nanotube* ketika dikalsinasi pada temperatur 650°C 49
Gambar 4.14 Hasil uji SEM pada paraffiin PVP-SiO_2 NF (a dan b); SiO_2 NTs (c); dan hasil uji TEM pada silika nanotube (d) (panah menunjukkan bentuk *tube*) 50
Gambar 4.15 Hasil uji EDS pada parafin PVP-SiO_2 NF (a), silika *nanotube* (b), dan hasil uji FTIR pada silika *nanotube* (c) 51
Gambar 4.16 Mekanisme terbentuknya parafin PVP-SiO_2 NF hingga menjadi silika *nanotube*..... 52

Gambar 4.17 Hasil uji SEM pada gelatin *nanofiber*, silika yang dilapiskan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube* (SEM dan TEM) 53
Gambar 4.18 Gambar spectrum FTIR pada gelatin *nanofiber*, silika dengan lapisan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube* 54
Gambar 4.19 A) Hasil uji FESEM pada silika *nanotube*, B&C) Hasil uji TEM, dan D) Hasil uji EDX 55
Gambar 4.20 Hasil uji TEM pada larutan apolar A) Heksana, dan B) Isooktana 55
Gambar 4.21 Hasil uji TEM pada sampel dengan rasio molar AOT 2 (kiri) dan 4 (kanan) 56
Gambar 4.22 Hasil uji SEM pada sampel dengan rasio molar AOT 10 (kiri) dan 22 (kanan) 56
Gambar 4.23 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika dan silik 57
Gambar 4.24 Hasil uji XRD pada silika-timah *nanotube* dari sekam padi.....58
Gambar 4.25 Hasil uji FTIR silika dan silika-timah *nanotube* dari sekam padi 59
Gambar 4.26 Hasil uji TEM (a, b) dan hasil uji SEM (c,d) pada silika-timah *nanotube*.....59
Gambar 4.27 Hasil uji EDX pada silika-timah *nanotube*.....60
Gambar 4.28 Hasil uji SEM pada sampel, dengan massa APES 0,22 g (A), 0,25 g (B), 0,28 g (C) 61
Gambar 4.29 Hasil uji TEM pada sampel dengan APEX 0,22 g (A), 0,25 g (B), dan 0,28 g (C) 62

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi kimia abu sekam padi.....6
Tabel 2.2 Karakteristik silika.....7
Tabel 2.3 Jenis, diameter, dan struktur pori nanopartikel silika mesopori.....10
Tabel 2.4 Perbandingan luas permukaan, ukuran diameter pori, dan volume pori dari nanopartikel silika 11
Tabel 2.5 *Template* dan ukuran partikel pada sintesis silika *nanotube*.....14
Tabel 4.1 Hasil *review* jurnal silika *nanotube* dengan metode hidrotermal, *electrospinning*, dan sol-gel 63
Tabel 4.2 Kelebihan dan kekurangan tiap metode sintesis 68

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silika banyak terkandung di dalam bahan alam, salah satunya yaitu sekam padi. Sekam padi merupakan produk samping hasil dari penggilingan padi yang mengandung silika aktif dengan kadar yang cukup tinggi yaitu berkisar 87-97% berat (Alfianto, 2011). Dari proses penggilingan akan menghasilkan 78% beras dan bekatul, sedangkan 22% sisanya berupa sekam padi. Jumlah yang sedemikian besar apabila tidak diolah dengan baik, dapat berpotensi menjadi limbah pertanian yang memicu timbulnya permasalahan terhadap lingkungan. Oleh karena itu, sekam padi harus dimanfaatkan atau diubah menjadi produk yang bernilai tinggi (Falaah, dkk., 2016).

Silika pada umumnya sering digunakan dalam dunia industri kaca dan gelas sebagai bahan utama. Seiring dengan perkembangan zaman, silika mulai direkayasa menjadi nanopartikel silika mesopori (MSNs). Salah satu bentuk MSNs yang pertama adalah *Mobile Composition of Matter no. 41* (MCM-41) (Tang, dkk., 2012), yang memiliki susunan mesopori hexagonal 2D. Silika dengan kemurnian tinggi, khususnya silika mesopori, memiliki banyak kegunaan. Salah satunya yaitu di bidang energi, seperti reduksi fotokatalitik yang dapat mereduksi CO_2 menjadi metanol, sel bahan bakar yang menggunakan nanoteknologi di bidang *fuel cell* yang dapat menurunkan biaya 10-100 lipat teknologi konvensional, serta penyimpan energi pada superkapasitor yang memiliki kemampuan 10-100 kali lipat teknologi konvensional (Guo, dkk., 2017). Pada sintesis silika mesopori, umumnya menggunakan *tetraetil orthosilikat* (TEOS) sebagai bahan utama. Namun penggunaan TEOS membutuhkan biaya yang cukup besar mengingat biaya produksinya yang tinggi, mudah terbakar, dan kesulitan penyimpanan. Oleh karena itu, dengan menggunakan sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan silika, mampu menurunkan biaya produksi dan tidak beracun.

Mengingat silika merupakan nanomaterial yang mudah dikontrol ukuran porinya, maka silika itu sendiri mampu dikembangkan lebih lanjut untuk mendapatkan ukuran pori dan luas permukaan yang lebih tinggi. Berbagai pengembangan lanjut dari nano silika itu sendiri dilihat dari berbagai morfologinya seperti *helix*, serat, tabung, berongga, kristal, dan morfologi khusus lainnya (Wang, dkk., 2014). Salah satu pengembangan yang telah dilakukan adalah silika *nanotube* (Wang, dkk., 2014).

Silika *nanotube* (SiO_2-NTs) merupakan salah satu jenis bahan nano tubular yang representatif, hidrofilik yang kuat, dan biokompatibilitas yang sangat baik (Guo, dkk., 2017). Selain itu, silika *nanotube* juga memiliki ukuran pori 5 - 100 nm dengan luas permukaan lebih dari 900 m^2/g (Rohman, dkk., 2013). Hal tersebut membuat silika *nanotube* dapat diterapkan pada beberapa aplikasi salah satunya yaitu penyimpanan energi seperti superkapasitor (Guo, dkk., 2017).

Superkapasitor merupakan piranti elektronik dengan kapasitansi listrik yang tinggi. Superkapasitor memanfaatkan luas elektroda dan dielektrik elektrolisis yang tipis untuk menjangkau kapasitansi yang lebih besar dibandingkan dengan konvensional (Ulfah, dkk., 2017). Superkapasitor berkapasitansi dan berenergi tinggi dapat dijangkau menggunakan elektroda yang berbahan konduktivitas tinggi. Suatu material dapat dikatakan memiliki sifat superkapasitor yang baik apabila memiliki luas permukaan yang besar, sehingga elektrolit mampu memberikan muatan ion dan separator sebagai pemisah antara permukaan elektroda yang mampu meningkatkan nilai kapasitansi (Tetra, dkk., 2018).

Superkapasitor menyimpanan muatan karena adanya pergerakan ion elektrolit ke permukaan elektroda. Namun penyimpanan energi tersebut menyebabkan kepadatan energi yang relatif rendah dengan luas permukaan tinggi (500 – 2000 m^2g^{-1}) (Drumond, dkk., 2019). Dengan ukuran pori dan luas permukaan yang besar, silika *nanotube* mampu menyimpan energi dalam skala besar. Penelitian terkait silika *nanotube* sendiri telah dilakukan dengan berbagai metode seperti hidrotermal, sol-gel,

electrospinning, *hard template* dan berbagai metode lainnya (Calzon & Diaz, 2012). Salah satu penelitian yang telah dilakukan oleh Zhong dkk, (2003), di mana penelitian tersebut menggunakan metode hidrotermal. Dari hasil penelitian tersebut didapat luas permukaan silika *nanotube* sebesar 1320 m^2/g dengan ukuran pori dan panjang *nanotube* sebesar 2,3 nm dan 250 nm. Pada penelitian lainnya, Shen dkk, (2018) telah melakukan sintesis silika *nanotube* dengan metode *electrospinning*. Hasil dari penelitian tersebut menunjukkan ukuran *nanotube* yan dihasilkan sebesar 568 nm. Namun, pada penelitian tersebut tidak menjelaskan ukuran pori dan luas permukaan yang didapat.

Berbagai jenis metode yang dilakukan dalam mensintesis silika *nanotube* menghasilkan ukuran pori dan luas permukaan yang berbeda-beda. Pada *review* jurnal ini lebih difokuskan pada metode-metode yang digunakan untuk mensintesis silika *nanotube* untuk menghasilkan ukuran pori dan luas permukaan yang besar.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, dapat diambil beberapa rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh metode sintesis terhadap struktur silika *nanotube*?
2. Bagaimana perbandingan metode sintesis untuk menghasilkan silika *nanotube*?

1.3 Batasan Masalah

Batasa masalah dari *review* jurnal ini adalah :

1. *Review* hanya membahas material berbasis silika
2. *Review* ini tidak membahas pengaruh surfaktan terhadap pembentukan silika *nanotube*

1.4 Tujuan *Review* Jurnal

Dari rumusan masalah di atas, didapat tujuan dari *review* jurnal ini adalah sebagai berikut :

1. Menganalisis pengaruh metode sintesis terhadap struktur silika *nanotube*

2. Menganalisis perbandingan metode sintesis untuk menghasilkan silika *nanotube*

1.5 Manfaat *Review* Jurnal

Dengan dilakukannya *paper review* ini, diharapkan dapat menambah wawasan mengenai sintesis silika *nanotube* dengan menggunakan beberapa metode sintesis, seperti *electrospinning*, hidrotermal, maupun sol-gel dengan menggunakan silika hasil ekstraksi sekam padi sebagai bahan dasar silika pengganti TEOS. Sehingga nantinya dapat dijadikan acuan sebagai dasar dalam melakukan penelitian selanjutnya. Dengan harapan dapat dihasilkan silika *nanotube* dengan kualitas dan kuantitas yang jauh lebih baik, sehingga nantinya dapat dikembangkan untuk berbagai jenis aplikasi yang lebih luas.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Sekam padi merupakan bagian terluar yang melapisi bijih padi yang dihasilkan dari proses gilingan bijih padi. Sekam padi dimanfaatkan masyarakat hanya sebagai pupuk organik dan banyak diantaranya dibakar dan dibuang sia-sia. Tumpukan sekam padi yang terbakar tidak memiliki nilai jual dan menjadi salah satu limbah panen yang mengakibatkan lingkungan di sekitarnya menjadi tidak sehat (Fahmi, dkk., 2016). Di dunia industri, sekam padi digunakan sebagai bahan bakar atau arang, juga digunakan sebagai bahan penyimpan energi. Jika dilakukan pembakaran maka akan menghasilkan abu sekam padi. Potensi yang didapat dikembangkan dari sekam padi adalah silikanya, yang memiliki kandungan yang sangat besar yang dihasilkan dari abu sekam padi (Susilawati, dkk., 2015).

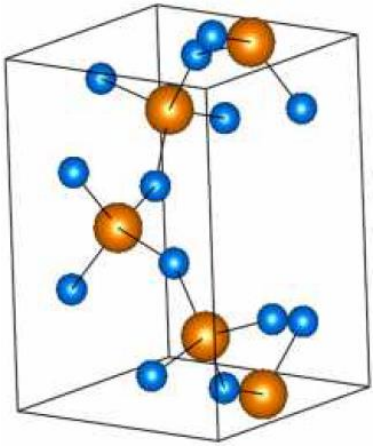
Sekam padi terdiri dari hemiselulosa 24,3%, selulosa 34,4%, lignin 19,2%, abu 18,85%, dan zat lain 3,25%. Sekam padi mengandung 80% zat organik dan 20% bahan anorganik. Komponen unsur utama sekam padi adalah C 37,05%, H 8,80%., N 11,06%. Si 9,01% dan O 35,03% (Yalcin, dkk., 2001). Apabila dilakukan pembakaran mampu menghasilkan 18-22% abu sekam padi. Pada abu sekam padi sendiri memiliki kandungan silika (SiO_2) sebesar 86,9-97,3% (Alfianto, 2011), selebihnya berupa unsur *impurities* yaitu unsur alkali, alkali tanah dan unsur logam (Purwaningsih, 2009). Logam *impurities* seperti besi (Fe), mangan (Mn), Kalsium (Ca), Natrium (Na), Kalium (K), dan Magnesium (Mg) yang mempengaruhi kemurnian dan warna silika sekam padi dapat dihilangkan dengan proses *leaching* dengan asam klorida (HCl), asam sulfat (H_2SO_4) atau asam nitrat (HNO_3) sebelum dilakukan proses pembakaran (Yalcin, dkk., 2001). Sehingga dengan pencucian yang sesuai, abu sekam padi dapat menghasilkan silika lebih dari 89% (Muniandy, dkk., 2014).

Tabel 2. 1 Komposisi kimia abu sekam padi (Mohamed, dkk., 2015)

Komposisi Kimia	Wt %
SiO_2	89,00
Al_2O_3	1,20
Fe_2O_3	1,28
K_2O	1,22
CaO	1,00
C	18,24

2.2 Silika

Silika adalah mineral yang jumlahnya melimpah di permukaan kerak bumi yang mempunyai rumus kimia SiO_2, dan memiliki sifat menonjol, yaitu kekerasannya yang tinggi, tahan terhadap temperatur tinggi, serta sangat tahan terhadap asam (Aziz, 2016). Dalam industri, silika dikenal sebagai pasir silika atau kuarsa. Sebagai kuarsa, silika digunakan sebagai aplikasi material elektronik. Pada temperatur 870°C silika dapat dikonversi menjadi tridimit serta kristobalit disertai dengan perluasan 15% seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Struktur tetrahedral silika (Diana, 2019)

Silika terbentuk dari satuan struktur primer silikat tetrahedral SiO_4^{4-}, di mana satu atom Si^{+4} dikelilingi oleh empat atom oksigen (O) yang terikat secara ionik dan kovalen membentuk ikatan tetrahedral dengan parameter sel a = b = 4,821 Å dan c = 4,162 Å dan $\alpha = \beta = 90^o$ dan $\gamma = 120^o$, di mana dua atom silicon (Si) berikatan dengan setiap atom (O) (Sembiring, 2015).

Silika mempunyai karakteristik seperti titik lebur yang tinggi, tahan terhadap asam dan basa serta tidak larut dalam air. Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali asam hidrofluorida dan asam phospat serta dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat seperti hidroksida alkali (Katsuki, dkk., 2005). Karakteristik silika ditampilkan pada tabel 2.2 berikut.

Tabel 2. 2 Karakteristik silika (Ghorbani, dkk., 2015)

Karakteristik (Satuan)	Nilai
Densitas (g/cm^3)	2,2-2,65
Titik lebur (^{o}C)	1600-1725
Konduktivitas thermal (W/cm.K)	0,013-0,014
Konstanta dielektrik	50
Resistivitas (Ω/cm)(30°C)	10^{12}
Konduktivitas listrik (200K)(S/cm)	$8,66x10^{-7}$
Resistansi(Ω)	>10
Titik didih(^{o}C)	2230

Silika dapat diperoleh dari sekam padi. Dari hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa silika yang terdapat pada arang sekam merupakan *mesoporous silica* (berdiameter 2-50 nm), memiliki luas permukaan yang besar dan ukuran partikel yang kecil (Shelke, dkk., 2010). Silika pada sekam padi merupakan silika non-kristalin dan sebagian besar memiliki struktur *microporous* (Satish, 1997). Silika yang dihasilkan dari abu sekam padi merupakan silika amorf (Sardi, 2006). Silika *amorf* pada umumnya berukuran antara antara 10-30 μm dan ada kalanya berukuran sampai 200 μm. Silika amorfus dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibandingkan silika kristalin. Tingkat

kereaktifan dari silika amorfus disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai 400°C. Silika amorfus dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksinya dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorfus dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorfus sintetik diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang (Hindrayawati & Alimuddin, 2010).

Silika pada sekam padi dapat dipecahkan di dalam larutan yang mengandung alkohol dan secara normal akan membentuk *anion octasilicat* (Nethirajan, dkk., 2009), sehingga silika dapat digunakan sebagai bahan katalis, campuran pada tinta, bahan pengeras beton, komponen deterjen, serta sebagai unsur pengeras pada pembuatan batu bata (Alfianto, 2011). Pemanfaatan silika menjadi lebih luas lagi ketika ditemukannya nanopartikel silika mesipori (*Mesoporous Silica Nanoparticles* (MSNs)). Salah satu bentuk MSNs yang pertama adalah *Mobile Composition of Matter No. 41*(MCM-41), yang memiliki susunan mesopori hexagonal 2D sehingga dapat diplikasikan sebagai katalis, pengantar obat (Tang, dkk., 2012), dan superkapasitor (Ulfah, dkk., 2017).

Abu sekam padi yang merupakan produk sampingan dari pembakaran sekam padi mengandung lebih dari 89% silika dalam bentuk amorfus. Abu sekam padi menjadi bahan baku yang lebih murah dan ekonomis untuk menyiapkan gel dan bubuk silika. Silika dari abu sekam padi merupakan silika organik yang ramah lingkungan dan terbarukan dibandingkan dengan silika dari pasir kuarsa dan dapat diklaim sebagai biosilika. Silika dari abu sekam padi dapat diekstraksi menggunakan reaksi basa dan pengendapan silika oleh asam. Kelarutan silika amorfus sangat rendah pada pH 10 ke bawah dan meningkat jika nilai pH di atas 10. Perilaku kelarutan yang unik ini membuat silika diekstraksi dalam bentuk gel silika murni dengan melarutkannya pada kondisi basa, kemudian mengendapnya pada pH rendah. Ekstraksi gel silika dapat didasarkan pada persamaan reaksi 2.1 dan 2.2 berikut:

$SiO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$ ..... (2.1)
$Na_2SiO_3 + H_2SO_4 \rightarrow SiO_2 + Na_2SO_4 + H_2$ ..... (2.2)

Ketika silika amorfus yang terkandung dalam abu sekam padi dilarutkan dalam larutan basa, larutan silikat yang terbentuk memiliki kelarutan 876 mg/l dalam air pada temperatur 25°C. Setelah natrium silikat diasamkan, larutan silika gel super jenuh diproduksi melalui proses polimerisasi, yang dibagi menjadi tiga fase, pertama fase polimerisasi monomer untuk membentuk partikel, kedua fase pertumbuhan partikel dan fase ketiga adalah fase penyatuan partikel dalam rantai bercabang yang meluas ke seluruh larutan (De Lima, dkk., 2011).

Beberapa material silika amorfus disintesis dikarenakan karakteristik morfologinya yang dapa dikontrol pada skala nano dan mikro (Simovic, dkk., 2011). Nanopartikel silika mesopori adalah struktur molekuler multifungsi yang dicirikan dengan susunan periodik ukuran mesopori yang seragam, didefinisikan oleh IUPAC, ukuran diameter porinya antara 2 sampai 6 nm, di dalam silika amorfus dengan arah tertentu dengan rata-rata ukuran partikel 50-300 nm (Kresge, 2013).

Nanopartikel silika mesopori memiliki bentuk pori silindris dengan ukuran diameter pori antara 2 sampai 30 nm sehingga menjadikannya mempunyai luas permukaan yang besar berkisar antara 700 sampai 1500 m^2/g, selain itu nanopartikel silika mesopori juga mempunyai stabilitas kimia dan termal yang baik serta dapat dimanfaatkan material pengadsorpsi, katalis, dan penyimpanan energi. MCM-41 merupakan salah satu nanopartikel silika mesopori dari kelompok material M41S yang dikenal secara luas di dunia penelitian. Nanopartikel silika mesopori dari kelompok M41S memiliki metode sintesis dan aplikasi yang berbeda berdasarkan pada kestabilan dan struktur mesopori masing-masing. Nanopartikel silika mesopori mempunyai struktur yang sangat teratur, luas permukaan spesifik yang besar, susunan heksagonal, dan saluran mesopori yang seragam. Khusus untuk MCM-41, ukuran pori dapat dikontrol dan banyak digunakan

sebagai adsorben, katalis dan penyimpanan energi. MCM-41 memiliki bentuk hexagonal seperti pada Tabel 2.3 di bawah ini (Rahmat, dkk., 2010).

Tabel 2. 3 Jenis, diameter, dan struktur pori nanopartikel silika mesopori (Wang, dkk., 2012)

No	Material Mesopori	Diameter Pori (nm)	Tipe Struktur Pori
1	MCM – 41	2 – 5	*Hexagonal* 1D *Channel*
2	MCM – 48	2 – 5	*Bicontinous* 3D
3	SBA – 15	5 – 10	*Hexagonal* 1D *Channel*
4	SBA – 16	1 – 9	*Body Center Arrangement of Cages*
5	SBA – 1	2 – 4	*Cubic* 3D
6	SBA – 3	2 – 4	2D – *Hexagonal*
7	MSU	2 – 5	2D – *Hexagonal*
8	HMS	2 – 5	*Hexagonal*

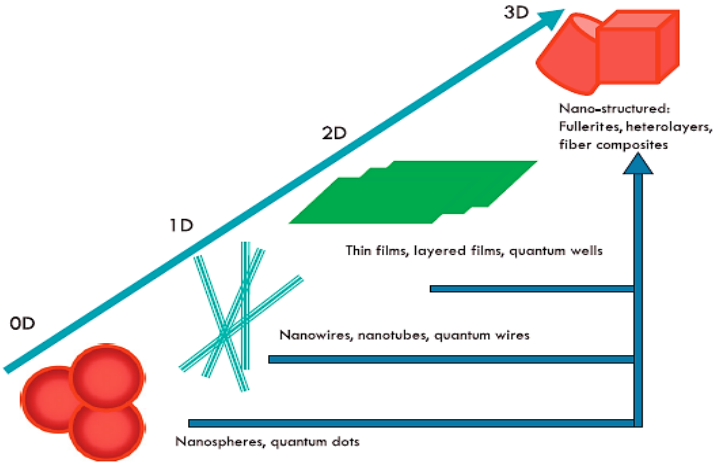
2.3 Silika *Nanotube*

Nanotube merupakan nanomaterial yang memiliki morfologi seperti tabung (*tube*) yang berongga dengan ukuran diameter 1-100 nm. Pemanfaatan *nanotube* telah diterapkan secara luas dalam berbagai bidang seperti di bidang farmasi dan penyimpanan energi karena memiliki struktur yang unik. Hal ini dikarenakan *nanotube* memiliki *surface area* yang besar dengan ukuran morfologi yang luas (tabung) sehingga dapat dijadikan sebagai material pengantar obat dan penyimpanan energi seperti superkapasitor yang dapat dilihat pada Tabel 2.4 (Liu, 2011).

Tabel 2. 4 Perbandingan luas permukaan, ukuran diameter pori, dan volume pori dari nanopartikel silika (Patel, dkk., 2012)

Sampel	BET *surface area* (m^2/g)	Rata – rata ukuran diameter pori (nm)	Volume pori (cm^3/g)
Non – porous silica	450	1,84	0,39
Mesoporous silica	970	3,1	0,66
Mesoporous silica nanotube	1068	5	0,76

Nanomaterial sendiri memiliki berbagai macam jenis yang dapat diklasifikasikan berdasarkan dimensinya seperti pada Gambar 2.2 berikut.



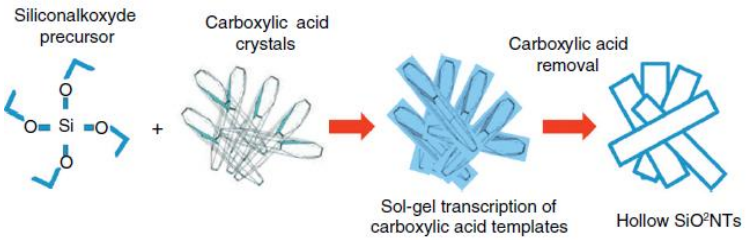
Gambar 2.2 Klasifikasi nanomaterial berdasarkan dimensi (Calzon & Garcia, 2012)

Silika *nanotube* (SiO_2-NT) adalah nanopartikel silika dengan struktur berbentuk seperti tabung, yang berasal dari senyawa silika, di mana sifat fisiknya lebih baik daripada silika pada umumnya.

Silika *nanotube* memiliki sifat optik, listrik, dan mekaniknya yang unik, serta memiliki potensi sifat hidrofilik yang baik sebagai nanoreaktor, yang membuat silika *nanotube* menarik diteliti dalam bidang nanoteknologi (Calzon & Garcia, 2012). Silika *nanotube* sangat baik dalam enkapsulasi molekul aktif secara optik dalam ruang hampa, di mana sifat tereksitasi dari molekul yang dienkapsulasi dapat dimodifikasi secara efektif, sehingga memungkinkan sistem *nanotube* ini digunakan sebagai bahan nano optik seperti ketika transfer energi dan elektron yang diinduksi (P.N. Minoofar, dkk., 2005).

Sintesis silika *nanotube* bermula dengan mereaksikan surfaktan dengan prekursor (silika) itu sendiri. Lalu, ketika surfaktan direaksikan dengan larutan, surfaktan akan membentuk misel. Misel adalah suatu agregat dari molekul surfaktan yang terdispersi kedalam suatu koloid cair. setelah terbentuk misel, prekursor akan melapisi misel. Dalam mekanisme tersebut terjadi proses adsorpsi dan difusi, dimana adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan molekul pada permukaan antara dua fase, yang kemudian molekul tersebut akan berdifusi di sepanjang permukaan. Difusi tersebut diakibatkan karena adanya perpindahan zat/pelarut dari bagian berkonsentrasi tinggi ke bagian yang berkonsentrasi rendah. Ukuran partikel silika *nanotube* dapat dikontrol dengan mengatur perbandingan konsentrasi dari surfaktan dan silika yang digunakan. semakin besar konsentrasi dari surfaktan yang digunakan, semakin besar juga partikel yang dihasilkan. Selain itu, ukuran partikel juga dipengaruhi oleh temperatur pemanasan, serta lamanya proses pemanasan pada oven atau *furnace*. Semakin lama proses pemanasannya, makan partikel yang dihasilkan juga semakin besar seiring dengan penambahan temperatur (Abdullah, dkk., 2008). Semakin Berdasarkan sifat-sifat tersebut, bersama dengan kekuatan kerangka silika yang baik dan pembentukan suspensi koloidnya mudah, membuat silika *nanotube* sangat cocok dijadikan sebagai katalis, pengiriman obat, serta penyimpanan energi seperti superkapasitor (Calzon & Garcia,

2012). Gambar 2.3 berikut merupakan proses pembentukan silika *nanotube* dengan menggunakan template *carboxylic acid crystal*



Gambar 2. 3 Proses pembentukan silika *nanotube* dengan *template carboxylic-acid-crystal* (Calzon & Garcia, 2012)

Sejak ditemukannya karbon *nanotube* (CNT), material-material yang terbuat dari nano tubular telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sistem pengiriman obat, fotokatalis, dan regenerasi jaringan karena *nanotube* sangat unik dan memiliki struktur berongga (*hollow*) (Shen, dkk., 2018). Dibandingkan dengan CNT, silika *nanotube* memiliki keuntungan yang jauh lebih baik seperti biaya produksi yang rendah, sifat hidrofilitas yang baik, dan biokompatibilitas yang sangat tinggi (Tian, dkk., 2018).

Silika *nanotube* umumnya berasal dari silika yang disintesis dengan menggunakan beberapa surfaktan sebagai *template* seperti *pluronic* (Huang & Kruk, 2015), *cetyltrimethylammonium bromide*(CTAB) (Wang, dkk., 2014), amonia (Yuan, dkk., 2003), dan surfaktan lainnya yang dapat mengubah morfologi dari silika itu sendiri. Morfologi tersebut dapat berupa *spherical*, serat, film, maupun *nanotube* (Zhou, dkk., 2001). Silika yang telah diberi surfaktan menghasilkan luas permukaan yang sangat tinggi dari pada silika biasa. Biasanya luas permukaan yang dihasilkan berkisar 700-1500 m^2/g dengan ukuran pori 2-30 nm (Rahmat,dkk., 2010). Pada *nanotube* sendiri mampu menghasilkan luas permukaan dan ukuran pori yang sama, serta memiliki panjang *nanotube* mencapai lebih dari 250 nm. Dengan ukuran tersebut sangat memungkinkan silika *nanotube* untuk dijadikan sebagai

superkapasitor yang membutuhkan penyimpanan energi yang sangat besar (Faizul, dkk., 2013).

Tabel 2. 5 *Template* dan ukuran partikel pada sintesis silika *nanotube* (Calzon & Garcia, 2012)

Template	Pereaksi dan kondisi reaksi	Bentuk *nanotube* dan ukuran dimensi
Asam tartarat	TEOS, EtOH, NH_3, H_2O	Ketebalan dinding 30-300 nm, panjang *tube* 200-800 nm.
Asam tartarat	TEOS, EtOH, NH_3, H_2O pada temperatur hidrotermal 0ºC-75ºC yang dikalsinasi pada temperatur 450ºC	Panjang *tube* 6,67-80 µm dan diameter 0,2-0,5 µm
Ammonium tartarat	MTES, PDMS, APTES	Morfologi silika tergantuk pada prekursor silika
Ammonium Oxalat Hydrate	TEOS, EtOH, NH_3, H_2O, RT	*Hollow silica fibers*. Panjang *tube* 0,7-6,5 µm dan tebal dinding 300 nm
Citrit Acid	TEOS, EtOH, NH_3, H_2O, RT yang dikalsinasi pada temperatur 500ºC	Panjang *nanotube* 0,5-20 µm dan lebar 50-500 nm
Oxalate Ions	TEOS, EtOH, NH_3, H_2O yang dikalsinasi pada temperatur 600ºC	Silika *nanotube* dan *nanosphere*

2.4 Alat Uji Karakterisasi

Berikut merupakan macam-macam alat uji yang digunakan pada pengujian sintesis silika *nanotube*

2.4.1 *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Alat uji FTIR digunakan untuk melakukan analisa kualitatif yaitu untuk mengetahui ikatan kimia (gugus fungsi) yang dapat ditentukan dari spektra vibrasi yang dihasilkan oleh suatu senyawa pada panjang gelombang tertentu. Selain itu digunakan juga untuk analisa kuantitatif yaitu melakukan. Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi *infrared* diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh detector. Vibrasi dapat terjadi karena energi yang berasal dari sinar *infrared* tidak cukup

kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi ataupun eksitasi elektron pada molekul senyawa yang ditembak di mana besarnya energi vibrasi tiap atom atau molekul berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram. Dari hasil pengujian FTIR ini, dapat diketahui gugus fungsi dari SiO_2-NTs. Gambar 2.4 berikut merupakan alat uji FTIR.

Gambar 2. 4 Alat uji FTIR (Dokumen pribadi)

2.4.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

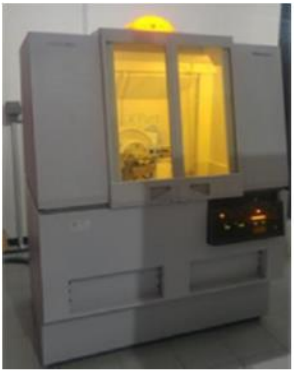
Pengujian SEM dilakukan terhadap nanopartikel silika dan silika *nanotube* untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Microskop* (SEM), berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Gambar 2.5 berikut merupakan alat uji SEM

Gambar 2. 5 Alat uji SEM (Dokumen pribadi)

2.4.3 *X-Ray Difraction* (XRD)

Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika maupun silika *nanotube*. Uji difraksi Sinar-X (XRD), dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat sampel berupa plat tipis yang berlubang di tengahnya yang ukurannya sesuai dengan sampel *(serbuk)* dengan perekat pada sisi baliknya. Analisa yang dilakukan pada hasil XRD penelitian ini menggunakan analisa kualitatif dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data *hanawalt card* dan piranti lunak *highscore plus analysis*. Gambar 2.6 berikut merupakan alat uji XRD.



Gambar 2. 6 Alat uji XRD (dokumen pribadi)

2.4.4 *Brunauer Emmett Teller* (BET) *Surface Analysis*

BET Surface Analysis digunakan untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isoterm adsorpsi suatu gas dari silika *nanotube*. Pengujian ini menggunakan alat uji berupa *Surface Area Analysis (SAA)*. Prinsip kerja dari alat ini dengan menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada temperatur konstan biasanya temperatur didih dari gas tersebut. Alat uji ini pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung.

Alat uji ini hanya memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil. Biasanya berkisar 0,1 sampai 0,01 gram saja. Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan menghilangkan gas-gas yang terserap (*degassing*). Gambar 2.7 berikut merupakan alat uji BET.

Gambar 2. 7 Alat uji BET (LIPI, 2015)

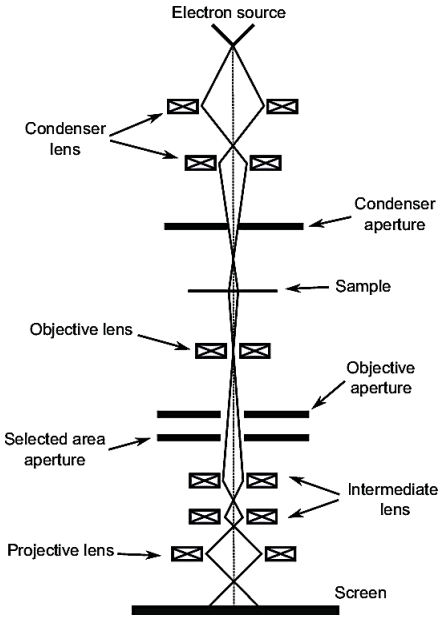
2.4.5 *Transmission Electron Microscope* (TEM)

Transmission Electron Microscope (Gambar 2.9) adalah teknik mikroskop di mana berkas elektron ditransmisikan melalui spesimen yang sangat tipis (ketebalan ± 100 nm), dan hasil interaktif diperbesar dalam bentuk gambar dan ditampilkan dengan kamera CCD, layar fluoresensi, atau lembaran film. Tujuan dari pengujian ini yaitu untuk mendapatkan resolusi yang tinggi hasil pengamatan mikrostruktur dari silika *nanotube*. Gambar 2.8 berikut merupakan alat uji TEM.

Gambar 2. 8 Alat uji TEM (LIPI, 2015)

TEM bekerja dengan cara yang sama seperti *slide projector*, namun sinar cahaya pada projektor diganti dengan *electron beam* yang akan menembus spesimen. Transmisi cahaya ini lalu diproyeksikan ke layar fosfor dan membentuk sebuah hasil berupa image atau gambar untuk dilihat oleh penggunanya. Gambar 2.9 merupakan skema alat uji TEM. *Electron source* pada bagian atas menggambarkan *electron gun* yang menghasilkan arus elektron yang monokromatis. Arus ini terfokus menjadi arus yang kecil, tipis dan koheren dengan menggunakan lensa condenser 1 dan 2. Lensa pertama berfungsi untuk mengatur ukuran spot, yaitu ukuran akhir dari titik yang akan menyerang sampel. Lensa kedua berfungsi untuk mengubah ukuran *spot* pada sampel, yaitu mengubah arus elektron yang sebelumnya berpendar menjadi sebuah titik. Arus tersebut akan terhalang oleh *condenser aperture*, menghasilkan pantulan dengan sudut yang besar dan akan menghasilkan titik di ujung pantulan yang menuju ke tengah. Arus elektron tersebut akan menembus sampel dan bagian-bagian yang dapat dilaluinya. Arus yang dapat tembus difokuskan oleh lensa objektif untuk menghasilkan gambar. Celah objektif dan celah area yang dipilih dapat menghambat *electron beam*, celah objektif menghasilkan kontras dengan membelok elektron dengan sudut

yang besar, celah area terpilih memungkinkan pengguna untuk meneliti pola-pola difraksi dari elektron melalui keteraturan susunan atom dalam sampel. Gambar akan melewati lensa *intermediate* dan lensa proyektor di mana gambar ini akan mengalami pembesaran atau pelebaran. Gambar akan menuju layar fosfor dan cahaya akan muncul, sehingga pengguna dapat melihat gambar tersebut. Bagian gelap pada gambar menunjukkan bahwa didaerah itu hanya ada sedikit elektron yang lewat. Bagian yang terang menggambarkan bahwa di daerah itu lebih banyak elektron yang lewat.



Gambar 2. 9 Skema alat uji TEM (Martuti, 2014)

BAB III
REVIEW METODOLOGI

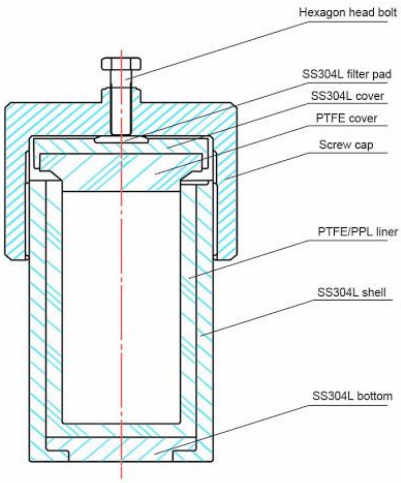
3.1 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal adalah proses pemanasan yang menggunakan air sebagai pelarut. Teknik hidrotermal melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air. Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan. Jika pemanasan air di atas titik didih normalnya yaitu 373 K disebut dengan *superheated water*. Kondisi di mana tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal. Sintesis hidrotermal secara umum didefinisikan sebagai sintesis kristal atau pertumbuhan kristal pada temperatur dan tekanan tinggi. Sintesis hidrotermal biasanya dilakukan pada suhu di bawah 300°C.

Sintesis hidrotermal banyak diaplikasikan untuk pembuatan oksida. Sintesis oksida logam pada kondisi hidrotermal dapat terjadi dengan dua tahap. Tahap pertama yaitu hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam hidroksida. Selama tahap kedua hidroksida akan terhidrasi menghasilkan oksida logam yang diinginkan. Laju reaksinya adalah sebagai fungsi temperatur, konstanta dielektrik pelarut. Pada kasus penggunaan pelarut menggunakan larutan berair (*aqueous*) telah dikembangkan metode *hydrothermal*. Metode hidrotermal digunakan untuk ekstraksi mineral, sintesis material geologi, sintesis material novel dan pertumbuhan kristal, deposisi larutan film.

Air merupakan pelarut yang cocok melarutkan untuk senyawa ionik. Air dapat melarutkan senyawa ionik pada tekanan dan suhu yang tinggi. Dalam sintesis hidrotermal, penggunaan air sangat efektif untuk mendapatkan oksida logam yang berbentuk *powder* atau bubuk yang bagus. Pada kondisi hidrotermal air berperan sebagai medium transmisi tekanan dan sebagai pelarut untuk prekursor. *Autoclave* (Gambar 3.1) digunakan dalam sintesis material dengan teknik hidrotermal, tekanan dipertahankan dengan rentangan 10-150 kilobar yang bergantung pada pemilihan

temperatur air (>373 K). Bubuk yang dihasilkan bisa memiliki bentuk *amorf* atau kristal. Hal itu tergantung pada kondisi hidrotermal. Reaksi hidrotermal digunakan dalam bidang kimia material atau material sains untuk pengembangan proses lunak dari material anorganik lanjutan atau pembentukan keramik (Ningsih, 2016).



Gambar 3. 1 *Autoclave* pada proses hidrotermal (Ningsih, 2016)

Sintesis silika *nanotube* sendiri memiliki beberapa metode, salah satunya yaitu hidrotermal. Sintesis silika *nanotube* dengan metode hidrotermal telah dilakukan sejak tahun 2000-an. Untuk menghasilkan sintesis tersebut, diperlukan bahan kimia lainnya sebagai pendukung terbentuknya silika *nanotube* seperti surfaktan dan amonia. Yuan, dkk (2003) telah melakukan sintesis silika *nanotube* dengan metode hidrotermal. Sintesis tersebut menggunakan 1 mL *tetraethylorthosilicate* (TEOS) sebagai bahan dasar silika, 0,5 gram *cetylpirydinium chloride* (CPCl) sebagai surfaktan, 9,2 mL amonia, dan 130 mL H_2O kemudian dihidrotermal pada temperatur 80°C selama 24 jam. setelah itu

dimasukkan ke dalam *centrifuge* untuk memisahkan larutan dengan endapannya. Lalu endapan tersebut dikalsinasi pada temperatur 540°C. Setelah itu dilakukan uji karakteriasi.

Pada tahun 2009, Wang dkk juga telah melakukan penelitian terkait sintesis silika *nanotube* dengan menggunakan metode hidrotermal. Pada penelitian tersebut, Wang menggunakan 5 mL TEOS, 1,1-2,2 gram CTAB, 12 mL larutan amonia, dan 0,4-2,4 gram karbon *nanotube* (CNT) sebagai *template* pada silika yang kemudian di hidrotermal pada temperatur 100°C selama 72 jam (3 hari). Setelah itu dilakukan karakterisasi material.

Penelitian lainnya, Haiqing dkk (2014) juga telah melakukan sintesis silika *nanotube* yang diaplikasikan sebagai katalis pada *microreactor* dengan bahan silika yang sama yaitu TEOS, namun pada penelitian tersebut menggunakan dua surfaktan yaitu *cetyltrimethilammonium bromide* (CTAB) dan *pluronic* 123 (P123). Sebanyak 0,4 gram CTAB dan 0,2 gram P123 dilarutkan ke dalam 100 mL larutan amonia 25% kemudian dipanaskan pada temperatur 40°C dan di*stirring* hingga homogen. Setelah itu, sebanyak 2 mL TEOS dimasukkan ke dalam larutan tersebut dan di*stirring* hingga homogen selama 3 jam. Setelah homogen, larutan dimasukkan ke dalam *autoclave* kemudian dipanaskan pada temperatur 100°C selama 24 jam. Setelah dipanaskan, larutan dicuci dengan *ethanol* sebanyak tiga kali, kemudian dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 5 jam. setelah itu dilakukan uji karakterisasi sebelum lanjut pada proses pembuatan katalis.

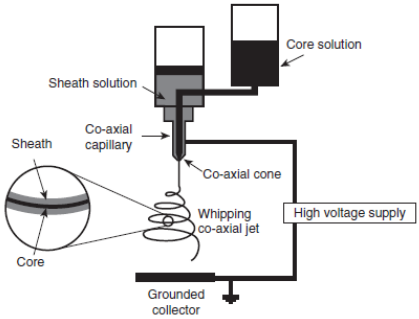
Pada penelitian lainnya, Huang dan Kruk (2015) juga telah melakukan sintesis silika *nanotube* dengan menggunakan metode hidrotermal dengan *pluronic*127 (F127) sebagai surfaktan. Pertama, sebanyak 1 gram F127 dilarutkan ke dalam 60 mL larutan HCl 2M di*stirring* agar homogen. Lalu, sebanyak 3 mL *toluene* dan 2,8 gram TEOS dimasukkan ke dalam larutan tersebut, di*stirring* pada temperatur 11°C selama 24 jam. Setelah itu, larutan dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan pada temperatur 100°C selama 24 jam. setelah dipanaskan, larutan dimasukkan ke dalam *centrifuge* untuk memisahkan endapannya. Lalu endapan

tersebut dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 5 jam. Setelah itu dilakukan uji karakterisasi.

3.2 Metode *Electrospinning*

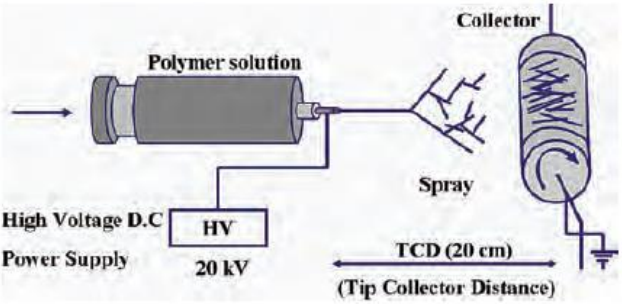
Electrospinning adalah salah satu teknik yang memungkinkan untuk memanipulasi dua larutan secara terpisah ke dalam satu jarum koaksial untuk menghasilkan selubung inti pada nano *fiber* (Ji, dkk., 2009). Penggunaan alat *coaxial electrospinning* (Gambar 3.2) ini memungkinkan material yang digunakan dapat dijadikan sebagai penyimpan energi (Ji, dkk., 2009), penyimpanan panas (Noyan, dkk., 2018), dan pengantar obat (Lu, dkk., 2016).

Proses *electrospinning* pertama kali di ciptakan oleh Gooley pada tahun 1900 dan 1902. Pada tahun 1990-an, teknik ini kembali digunakan oleh Reneker dan koleganya untuk membuat berbagai jenis nanomaterial 1 dimensi. *Electrospinning* sangat menarik digunakan karena metodenya yang sederhana, beragam jenis material dapat digunakan, dan kontrol fabrikasi mikro hingga struktur nano dengan rasio permukaan terhadap volume yang tinggi (Lu, dkk., 2016). Aplikasi dari metode ini umumnya dapat digunakan pada material pengirim obat, membran filtrasi, sel surya, sensor, baterai lithium, superkapasitor, dan material penyimpan energi lainnya (Luo, dkk., 2014).



Gambar 3. 2 Skematis proses *coaxial electrospinning* (Lu, dkk., 2016)

Pada sintesis silika *nanotube* sendiri juga dapat digunakan menggunakan metode tersebut. Roh, dkk (2008) telah melakukan sintesis silika *nanotube* menggunakan metode *electrospinning*. Bahan-bahan yang dipakai yaitu surfaktan *pluronic*123 (P123), TEOS, PVP, HCl, dan ethanol. Pertama, menyiapkan prekursor dengan TEOS, PVP, dan P123 dilarutkan ke dalam *ethanol* kemudian di*stirring* selama 1 jam pada temperatur ruangan agar homogen. Kemudian HCl dimasukkan ke dalam larutan tersebut, di*reflux* pada temperatur 70-80°C dan di*stirring* selama 1 jam. Prekursor tersebut dimasukkan ke dalam jarum suntik 5 mL dengan dengan diameter dalam 0,6 mm. Sebuah kawat dimasukkan ke dalam prekursor yang dihubungkan ke listrik bertegangan tinggi. Tegangan yang digunakan sebesar 20 kV dan jarak ke kolektor sebesar 20 cm. Setelah itu, terbentuknya serat SiO_2/PVT. Kemudian serat tersebut dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 2 jam untuk menghasilkan SiO_2-NT murni. Gambar 3.3 berikut merupakan skema proses sintesis silika menggunakan *electrospinning*.

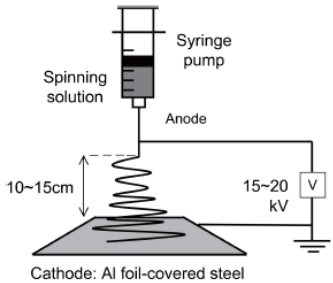


Gambar 3. 3 Skema proses *electrospinning* (Roh, dkk., 2008)

Setelah didapatkan silika *nanotube* murni, kemudian dilakukan uji karakterisasi.

Pada tahun 2012, Yuki dan koleganya juga telah melakukan sintesis silika *nanotube* menggunakan metode *electrospinning* dengan *polyvinyl alcohol* (PVA) sebagai *template*. Pertama,

menyiapkan alat *electrospinning* tersebut dengan menyiapkan selembar plat besi persegi berukuran 20 cm yang dilapisi dengan aluminium foil yang nantinya dijadikan sebagai katoda dan anodanya berupa jarum berukuran 5 cm dengan diameter 0,06 mm yang dipasang di atas katoda dihubungkan dengan pompa jarum suntik dengan poliuretan. Tegangan yang dipakai yaitu sebesar 18,3 kV dengan jarak anoda-katoda 15 cm. Gambar 3.4 berikut merupakan sketsa dari gambar *electrospinning* yang dilakukan



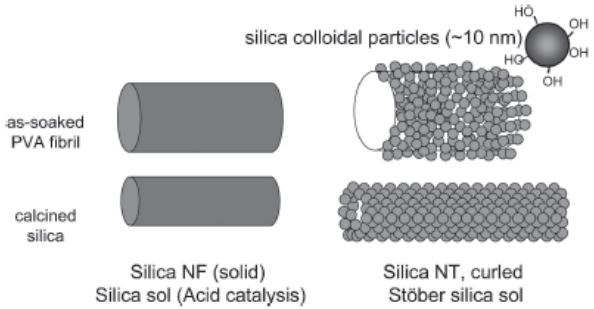
Gambar 3. 4 Skematis dari peralatan *electrospinning* yang digunakan (Shirosaki, dkk., 2012)

Sebanyak 8% PVA dilarutkan ke dalam *aquades* pada temperatur 80°C hingga homogen sehingga menghasilkan gel yang kemudian dimasukkan ke dalam jarum suntik yang telah dipasang, lalu ditembak ke plat katoda yang telah disediakan. Setelah itu, gel PVA yang diperoleh disimpan dalam desikator sebelum dipakai pada pelapis silika.

Selanjutnya yaitu membuat gel silika dari TEOS, *ethanol*, *aquades*, dan amonia sebagai katalis. *Ethanol* dan amonia (NH_4OH) dilarutkan ke dalam *aquades* lalu di*stirring* hingga homogen. Setelah itu, 1 mL TEOS dimasukkan ke dalam larutan tersebut, kemudian di*stirring* hingga homogen pada temperatur 80°C selama 1 jam. Perbandingan molar TEOS: *ethanol* : H_2O : NH_4OH yang dipakai adalah 1 : 23 : 12,3 : 0,5.

Serat PVA yang sudah jadi sebelumnya di potong-potong berukuran 2 cm lalu direndam ke dalam silika yang telah diberikan

katalis asam atau basa selama 2 jam, kemudian diaduk secara perlahan agar oligomer pada silika diadsorpsi pada permukaan *fiber* yang membentuk berbagai layer pelapis (*coating*). Setelah itu, *fiber* PVA yang telah dilapisi oligomer silika dikeringkan di dalam desikator selama 24 jam. Setelah itu dimasukkan ke dalam *crucible* lalu dikalsinasi pada temperatur 650ºC selama 1 jam. Setelah itu, sampel didinginkan pada temperatur ruang selama 24 jam untuk menghasilkan silika *nanotube* murni. Gambar 3.5 berikut merupakan skema proses pelapisan silika dengan PVA.

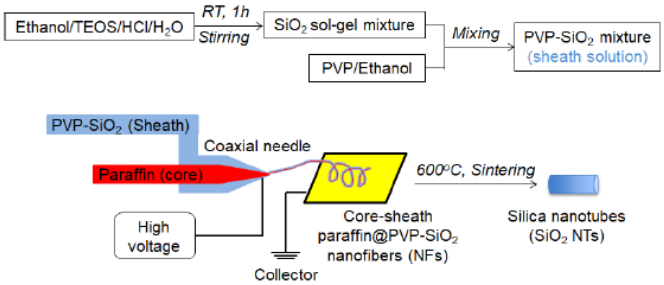


Gambar 3. 5 Baris atas: (kiri) Silika oligomer dalam sol yang dikatalisasi oleh amonia diinfiltrasi ke ruang intra-molekul di antara rantai PVA; (kanan) partikel koloid (10 nm) dalam sol menutupi permukaan *fiber*. Baris bawah: (kiri) nano-*fiber* padat (NF) diperoleh setelah kalsinasi; (kanan) silica *nanotubes* (NT) dihasilkan (Shirosaki,dkk., 2012)

Setelah itu, dilakukan pengujian karakterisasi untuk melihat ukuran dari silika *nanotube* yang didapat.

Pada penelitian lainnya, Shen, dkk (2017) juga telah melakukan sintesis silika *nanotube* menggunakan metode *electrospinning*, dengan cara mempersiapkan *template*nya terlebih dahulu. Pertama, menyiapkan TEOS dan PVP (*Polyvinyl Pyrrolidine*) dengan metode sol-gel. TEOS dicampurkan dengan etanol dan HCl lalu di*stirring* pada temperatur ruang selama 1 jam hingga terbentuk silika (SiO_2) gel. PVP dilarutkan ke dalam etanol

kemudian di*stirring* pada temperatur ruang untuk membentuk larutan PVP. Setelah itu, silika gel yang sudah jadi dicampurkan dengan larutan PVP kemudian di*stirring* selama 30 menit pada temperatur ruang agar homogen hingga terbentuk PVP-SiO_2 sol-gel sebagai *template*. Setelah menyiapkan *template*, PVP-SiO_2 kemudian dimasukkan ke dalam jarum suntik yang telah dipasang pompa. Paraffin sebagai larutan inti juga dimasukkan ke dalam jarum suntik lainnya yang juga telah dipasang pompa. Kedua jarum tersebut dihubungkan ke tabung silikon koaksial dengan diameter luar sebesar 1,45 mm dan diameter dalam 0,51 mm. Kecepatan penyaluran larutan tersebut sebesar 3,5 mL/jam pada tegangan 15 kV yang kemudian dipindahkan ke parafin elektrospun koaksial PVP-SiO_2 NF kemudian dikumpulkan dari permukaan kolektor. Setelah itu, paraffin PVP-SiO_2 di*sintering* pada temperatur 600°C selama 2 jam untuk menghasilkan silika *nanotube* murni. Lalu dilakukan uji karakterisasi untuk melihat struktur *nanotube* pada silika tersebut. Gambar 3.6 di bawah ini merupakan skema dari proses sintesis silika *nanotube* menggunakan metode *coaxial electrospinning*.

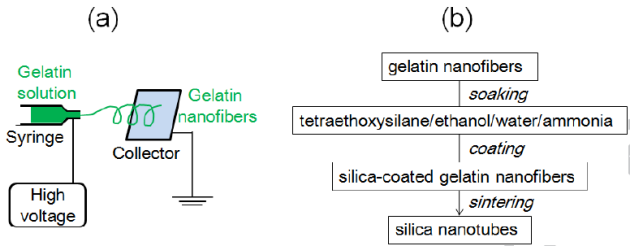


Gambar 3. 6 Skema proses sintesis silika *nanotube* dengan menggunakan metode *coaxial electrospinnning* (Lulu, dkk., 2017)

Pada tahun 2017, Guo dan kolega juga telah melakukan sinteis silika *nanotube* untuk aplikasi *drug delivery* dengan menggunakan metode *electrospinning*. Pertama, peneliti menyiapkan gelatin *nanofiber* dengan cara mencampurkan bubuk

gelatin (30% *wt*) pada larutan asam asetat dengan perbandingn rasio volume asam asetat dan *aquades* adalah 2:3 pada temperatur 50°C kemudian di*stirring* hingga homogen. Setelah itu larutan dipindahkan ke jarum suntik 20 mL dengan diameter 0,51 mm yang telah dipasang pompa dengan menggunakan tegangan 15 kV dengan laju reaksi 0,1 mL/menit yang ditransformasikan menjadi *nanofiber* gelatin lalu dikumpulkan pada pelat yang telah dilapisi aluminium foil.

Setelah gelatin *nanofiber* terbentuk, selanjutnya yaitu membuat silika *nanotube* dengan menggunakan gelatin *nanofiber* sebagai *template*. Pertama mencampurkan 9 mL air, 9 mL ethanol, 0,5 mL TEOS dan amonia 0,5 mL (28%) lalu di*stirring* hingga homegen pada temperatur ruang. Setelah itu, gelatin *nanofiber* direndam ke dalam larutan tersebut dan di*stirring* kembali pada temperatur ruang untuk menghasilkan *nanofiber hybrid* gelatin berlapis silika. Setelah 24 jam, di*sintering* pada temperatur 600°C selama 3 jam untuk menghilangkan *template* tersebut dan menghasilkan silika *nanotube* murni. Gambar 3.7 berikut merupakan skema dari proses pembuatan gelatin *nanofiber* dan silika *nanotube*.



Gambar 3. 7 skema proses pembuatan gelatin *nanofiber* (a) dan silika *nanotube* (b) (Guo, dkk., 2017)

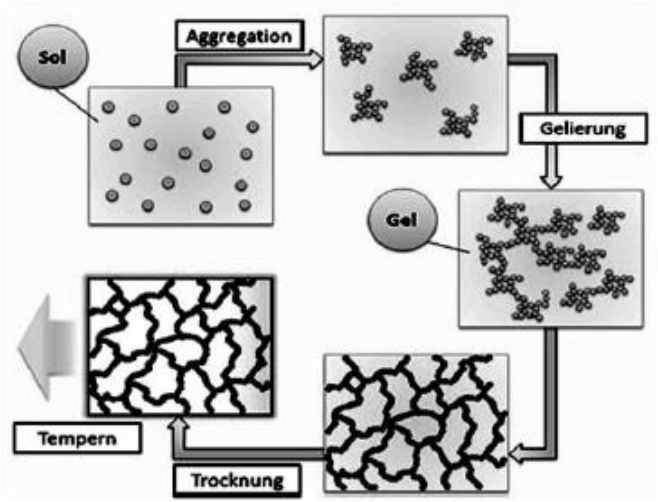
Setelah itu dilakukan pengujian karakterisasi sebelum diproses pada *drug delivery*.

3.3 Metode Sol-Gel

Proses sol-gel merupakan metode sintesis yang sangat menarik untuk larutan pada temperatur rendah untuk pembuatan padatan non-kristalin (kaca dan material seperti kaca) dan kristal keramik. Proses sol-gel tersebut namanya berasal dari dua tahap yang dilibatkan, yaitu pembentukan sol dan gel.

Sol adalah suspensi koloid partikel padat dalam fasa cair melalui reaksi hidrolisis dan polimerisasi dari prekursor tertentu. Dengan kata lain, sol merupakan dispersi stabil dari partikel koloid atau polimer dalam sebuah pelarut. Partikel bisa dalam bentuk *amorf* atau kristalin. Partikel sol secara umum dapat berinteraksi dengan gaya *van der Waals* atau ikatan *hydrogen*. Aerosol adalah partikel dalam fasa gas, sedangkan sol adalah partikel dalam fasa cair. Sedangkan gel adalah zat yang memiliki pori yang semirigid yang terdiri atas jaringan kontiniu dalam tiga dimensi.

Gel dapat terbentuk dari rantai polimer. Interaksinya adalah memiliki sifat kovalen dan tidak dapat balik (*irreversible*). Kristalinitas produk akhir didapat setelah menghilangkan pelarut atau residual lainnya dari porinya melalui proses pengeringan (*drying*) dan *annealing* (kalsinasi). Hal itu tergantung pada kondisi eksperimen yang digunakan. Proses sol-gel digunakan sebagai *template* untuk mendapatkan morfologi permukaan dalam skala mikro dan skala nano (Ningsih, 2016). Gambar 3.8 berikut merupakan skema proses sol-gel secara umum.



Gambar 3. 8 Skema proses sol – gel (K.Lisa, 2012)

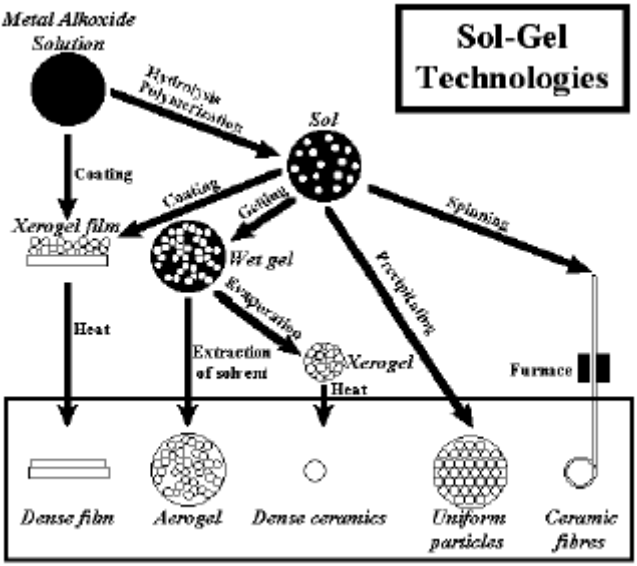
Metode sol-gel adalah suatu proses yang digunakan untuk pembuatan material anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah. Metode sol-gel pertama kali digunakan sebagai teknik pembentukan keramik dan kaca dengan kualitas yang tinggi. *Judeinsten Sanches* memberikan definisi proses sol-gel suatu teknik yang digunakan untuk penyebaran bahan anorganik dalam suatu larutan melalui pertumbuhan logam oksopolimer.

Proses sol-gel merupakan proses yang memiliki banyak tahap yang melibatkan proses fisika dan proses kimia yang terdiri atas hidrolisis, polimerisasi, pembentukan gel, kondensasi, pengeringan, dan densifikasi. Proses itu diawali dengan mencampurkan logam alkoksida atau garam dalam air atau pelarut yang cocok, misalnya alkohol pada temperatur kamar atau temperatur rendah. Pada proses sol gel, kontrol pH sangat penting untuk mendapatkan endapan yang akan menghasilkan gel yang homogen dengan menambahkan aditif baik larutan asam atau basa. Senyawa organik dengan gugus fungsional hidrofilik (hidroksida atau karboksilat) dalam molekul kecil, seperti asam sitrat, asam

suksinat, asam oksalat, asam tartarat, asam akrilat dan polimer asam poliacrilat (PPA) dan *polyvynil pyrrolidine* (PVP) dapat digunakan dengan sumber ion logam untuk mendapatkan sol yang memiliki ukuran partikel produk yang seragam. Intermediet gel selanjutnya dipanaskan pada suhu 150-300°C untuk menghilangkan komponen organik volatil, kelebihan air, dan lain sebagainya sehingga menghasilkan *powder*. Fasa nanokristal tungga dari oksida logam didapatkan setelah proses kalsinasi pada suhu 400-800°C bergantung pada sifat prekursor yang digunakan.

Prinsip dasar sol-gel adalah pembentukan larutan prekursor dari senyawa yang diharapkan dengan menggunakan pelarut organik, terjadinya polimerisasi larutan, terbentuknya, dan dibutuhkan proses pengeringan dan kalsinasi gel untuk menghilangkan senyawa organik serta membentuk material anorganik berupa oksida. Metode tersebut banyak diaplikasikan dalam bidang pembuatan komposit, keramik, polimer, lensa kontak, dan serat (*fiber*). Metode itu mampu menghasilkan bahan yang halus, seragam (*uniform*), homogen serta kemurniannya tinggi.

Proses sol-gel memiliki dua metode, yakni metode alkoksida dan metode koloid. Metode alkoksida merupakan proses sol-gel yang menggunakan logam alkoksida sebagai prekursor, sedangkan metode koloid adalah teknik sol-gel menggunakan prekursor selain logam alkoksida, misalnya nitrat, karboksilat, asetil asetonat, dan klorida. Faktor yang mempengaruh proses sol-gel yaitu prekursor, pelarut, temperatur, dan aditif. Gambar 3.9 berikut merupakan bagan dari proses sol-gel.

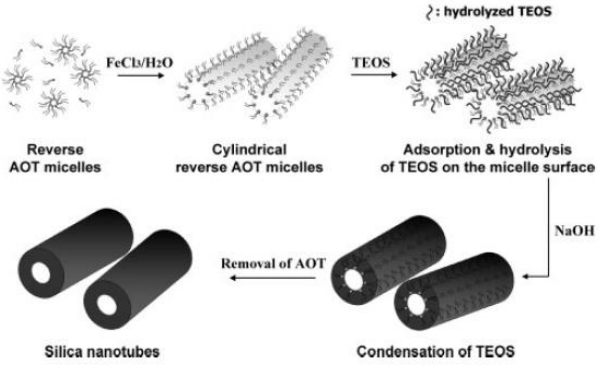


Gambar 3. 9 Bagan proses sol-gel (Brinker,1996)

Berikut merupakan kelebihan dari proses metode sol-gel.

a. Homogenitas produknya tinggi karena reagen-reagen dicampur pada tingkat molekular.
b. Produk yang dihasilkan kemurniannya tinggi, hal ini disebabkan prekursor alkoksida organologam dapat dimurnikan melalui proses distilasi atau rekristalisasi.
c. Suhu yang digunakan relatif rendah.
d. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil.
e. Porositasnya rendah atau tinggi dengan cara memanaskan pada temperatur tertentu.
f. Mampu menghasilkan material glass dalam bentuk *non-amorphous* dengan cara pendinginan dari fasa cair.
g. Mampu menghasilkan keramik dengan kristalinitas yang bagus jika dibandingkan dengan metode konvensional.
h. Mampu menghasilkan material novel.

Penggunaan metode sol-gel telah banyak dilakukan pada berbagai penelitian, salah satunya yaitu pada proses pembuatan silika *nanotube* yang merupakan salah satu dari jenis material keramik. Pada tahun 2004, Jang dan Yoon telah melakukan sintesis silika *nanotube* menggunakan metode sol-gel. Pada penelitian terebut, bahan-bahan yang mereka gunakan yaitu *sodium bis(2-ethylhexyl) sulfosuccinate* 18 g (40,5 mmol), larutan $FeCl_3$ 1,6 mL(17 M) sebagai *template*, 80 mL larutan apolar/AOT (heksana dan isooktana), 2 g TEOS (9,6 mmol) sebagai prekursor silika, larutan NaCl 1,44 mL(4 M) dan *ethanol*. Pertama, *sodium bis(2-ethylhexyl) sulfosuccinate* dilarutkan ke dalam 80 mL larutan apolar/AOT pada temperatur kamar. Setelah itu, sebanyak 1,6 mLlarutan $FeCl_3$ dimasukkan juga ke dalam larutan tersebut kemudian di*stirring* hingga homogen. Selanjutnya, sebanyak 2 g TEOS dimasukkan ke dalam campuran larutan tersebut dan di*stirring* selama 10 jam. Lalu, sebanyak 1,44 mL larutan NaCl dimasukkan ke dalam reaksi tersebut dan di*stirring* hingga terbentuk gel silika, dilakukan selama 3 jam. setelah terbentuk gel, kemudian dicuci dengan *ethanol* untuk menghilangkan pengotor pada gel, lalu dikalsinasi pada temperatur 100°C selama 5 jam untuk mendapatkan silika *nanotube* murni. Gambar 3.10 berikut merupakan skema dari proses sintesis silika *nanotube* dengan metode sol-gel.



Gambar 3. 10 Skema dari proses sintesis silika *nanotube* dengan metode sol-gel (Jang dan Yoon, 2004)

Setelah dikalsinasi dilakukan pengujian karakterisasi pada sampel.

Pada tahun 2010, Banerjee dan Anindya telah melakukan sintesis silika *nanotube* menggunakan variasi air untuk mengatur bentuk dan ukuran struktur nano silika tersebut. Pada penelitian tersebut, mereka menggunakan *sodium dioctyl sulfosuccinate* (AOT) sebagai template pada silika. Pertama, AOT dimurnikan, dikeringkan, dan dilarutkan kedalam n-heptana yang telah disuling. Kemudian, larutan $FeCl_3$ 98% ditambahkan pada larutan AOT dengan variasi yang berbeda. TEOS yang digunakan sebagai prekursor silika dilarutkan bersamaan dengan NaOH untuk membentuk gel silika. Setelah terbentuk gel, larutan HCl ditambahkan pada gel untuk memisahkan garam dan menghasilkan gel silika murni. Setelah itu, larutan gel silika murni dicampurkan dengan larutan AOT dan $FeCl_3$ dan distirring hingga homogen. Setelah homogen, larutan tersebut dicuci dengan air dan etanol secara berkala lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C. setelah terbentuk, dilakukan pengujian SEM dan TEM pada sampel.

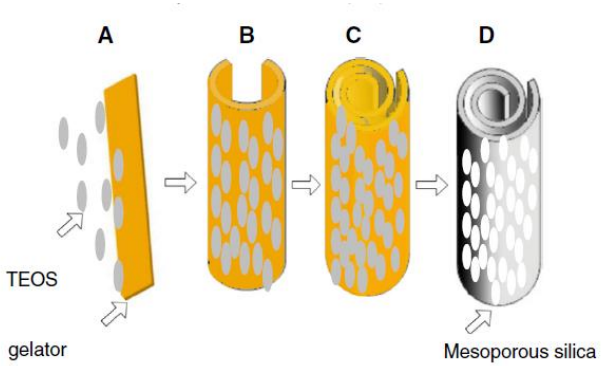
Pada tahun 2010 juga, Adam dan kolega telah melakukan penelitian terkait pembuatan silika *nanotube* yang dicampur dengan timah menggunakan metode sol-gel dimana silika yang

dibuat berasal dari sekam padi (*rice husk*). Pertama, sebanyak 30 gram sekam padi dibersihkan dengan menggunakan HNO_3 1N 750 mL selama 24 jam lalu dicuci dengan aquades hingga pH normal.

Sekam padi yang telah dicuci tersebut dimasukkan kedalam furnace dan dibakar pada temperatur 600°C selama 6 jam hingga menghasilkan abu sekam padi. Abu sekam padi yang dihasilkan dicampur kedalam 750 mL larutan NaOH 1 mol dan diaduk selama 24 jam pada temperatur kamar untuk menghasilkan natrium silikat. Sebanyak 3,6 CTAB (*Cetyltrimethylammonium bromide*) dimasukkan kedalam larutan natrium silikat lalu diaduk hingga homogen. Setelah homogen, larutan tersebut dititrasi dengan 3 mol.L^{-1} HNO_3 hingga mendapatkan pH 3 dan terbentuknya gel pada larutan yang kemudian disentrifugasi, disaring, dan dicuci dengan aseton hingga bersih. Setelah dibersihkan, gel tersebut dikeringkan pada temperatur 100°C selama 24 jam dilanjut dengan proses kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam hingga mendapatkan serbuk silika. Setelah mendapatkan serbuk silika, serbuk tersebut dilarutkan kembali pada 50 mL HNO_3 3 mol/L lalu dititrasi menggunakan 10% wt timah yang dicampur dengan 0,57 gram $SnCl_2.2H_2O$ hingga mendapatkan gel silika-timah *nanotube* lalu di cuci dan dikalsinasi pada furnace hingga mendapatkan serbuk silika-timah *nanotube* murni.

Pada tahun 2011, Jin dan kolega juga telah melakukan penelitian terkait sintesis mesopori silika *nanotube* dengan menggunakan metode sol-gel. Pada penelitian ini, mereka menggunakan APES sebagai surfaktan. Pertama, sebanyak 0,32 g $C_{14\text{-}L\text{-}}$Alas dilarutkan ke dalam *aquades* lalu di*stirring* pada temperatur ruang. Kemudian ditambahkan HCl 0,01 M sebanyak 15-20 mL lalu di*stirring* pada temperatur ruang untuk menghasilkan asam amino. Sebanyak 1,46 g TEOS serta 0,22 g, 0,25 g, dan 0,28 g APES ditambahkan pada larutan asam amino tersebut lalu di*stirring* selama 15 menit pada temperatur 0°C menghasilkan gel putih. Lalu, gel tersebut di*centrifuge* untuk memisahkan endapannya. Setelah di*centrifuge*, larutan dicuci menggunakan *ethanol* dan HCl 1 M, serta dikalsinasi pada

temperatur 550°C selama 5 jam. Gambar 3.11 berikut merupakan skema dari proses pembentukan *nanotube* pada silika.

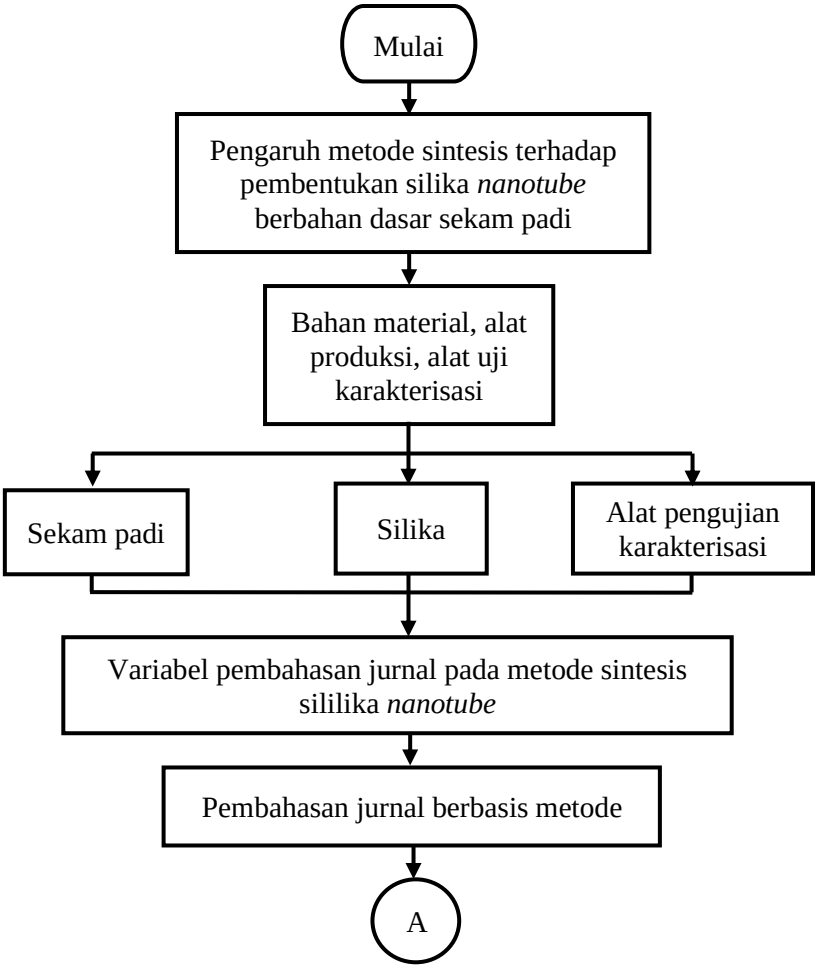


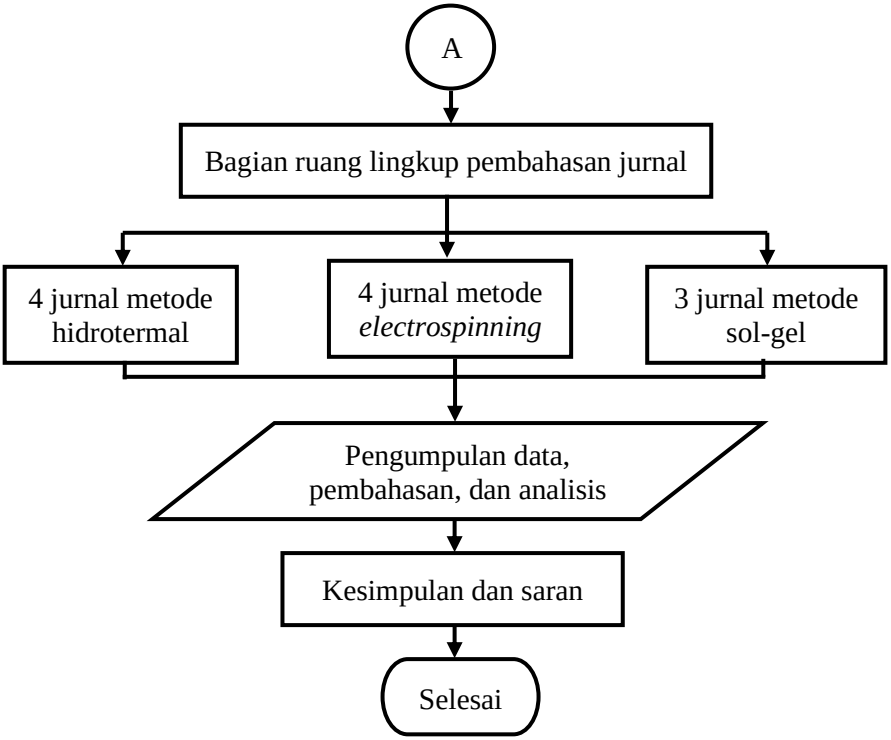
Gambar 3. 11 Skema proses pembentukan *nanotube* pada silika (Jin, dkk., 2011)

Setelah mendapatkan serbuk silika *nanotube*, dilakukan uji SEM dan TEM pada sampel.

3.4 Diagram Alir Pembahasan Jurnal

Gambar 3.12 berikut merupakan diagram alir dari pembahasan jurnal.


Mulai
Pengaruh metode sintesis terhadap pembentukan silika *nanotube* berbahan dasar sekam padi
Bahan material, alat produksi, alat uji karakterisasi
Sekam padi
Silika
Alat pengujian karakterisasi
Variabel pembahasan jurnal pada metode sintesis sililika *nanotube*
Pembahasan jurnal berbasis metode
A



Gambar 3. 12 Diagram alir penelitian pembahasan jurnal

Pada *review* jurnal ini membahas tentang pengaruh metode sintesis terhadap pembentukan silika *nanotube* yang berbahan dasar sekam padi, di mana metode-metode yang digunakan berupa hidrotermal yang pada umumnya menggunakan air sebagai pelarut lalu dimasukkan ke dalam *autoclave*, kemudian metode *electrospinning* di mana material dimasukkan pada jarum *coaxial* dengan menggunakan daya listrik untuk menghasilkan serat gel, dan metode sol-gel yang pada umumnya hasil tersebut berupa gel silika yang kemudian dikeringkan pada temperatur tertentu. Variabel yang digunakan ada ketiga jenis metode tersebut untuk mengetahui metode yang terbaik dalam sintesis silika *nanotube*, di

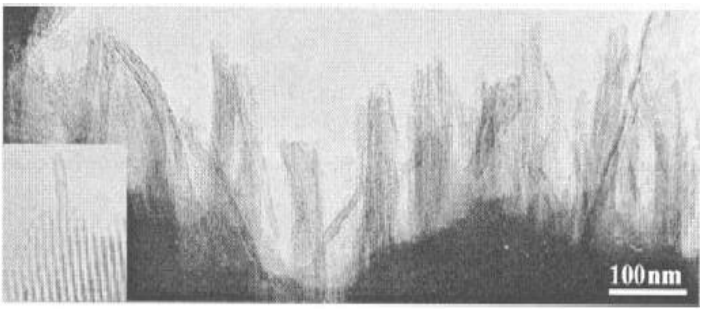
mana terdapat 4 jurnal metode hidrotermal, 4 jurnal metode *electrospinning*, dan 3 jurnal metode sol-gel pada *review* jurnal ini.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengumpulan Data

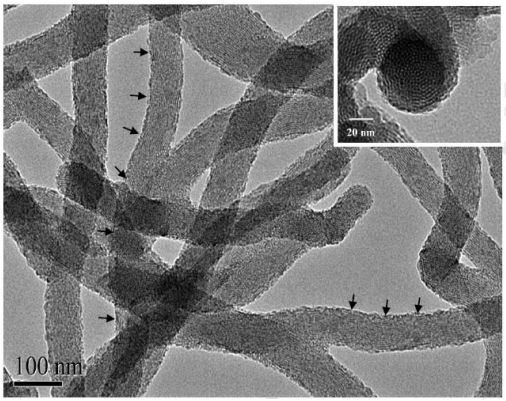
4.1.1 Metode hidrotermal

Pada penelitian Yuan dkk (2003), mereka melakukan uji karakterisasi material berupa TEM pada silika *nanotube*, di mana hasilnya dapat terlihat pada Gambar 4.1. Hasil tersebut menunjukkan panjang *nanotube* yang didapat sebesar 250 nm. Sedangkan pada hasil uji BET, didapat bahwa luas permukaan, ukuran pori, dan tebal dinding pada silika *nanotube* didapat sebesar 1068 m^2/g, 3,6 nm, dan 0,1 nm. Namun pada uji BET, tidak dicantumkan gambar hasil pengujian tersebut.



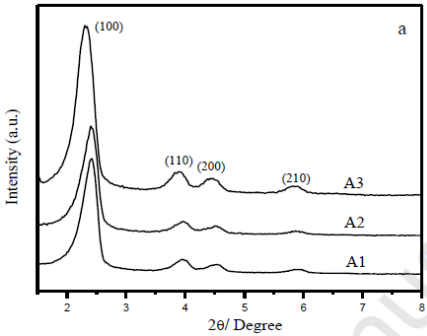
Gambar 4. 1 Hasil pengujian TEM dari sintesis silika *nanotube* (Yuan, dkk., 2003)

Pada hasil penelitian lainnya, Haiqing dkk (2014) juga telah melakukan uji karakterisasi pada sampel. Uji yang dilakukan berupa TEM, XRD, dan N_2 *adsorption*. Pada hasil uji TEM, terlihat bahwa morfologi yang dihasilkan berbentuk tabung dengan rata-rata diameter tabung sebesar 50 – 120 nm. Gambar 4.2 berikut merupakan gambar hasil pengujian TEM pada penelitian tersebut.



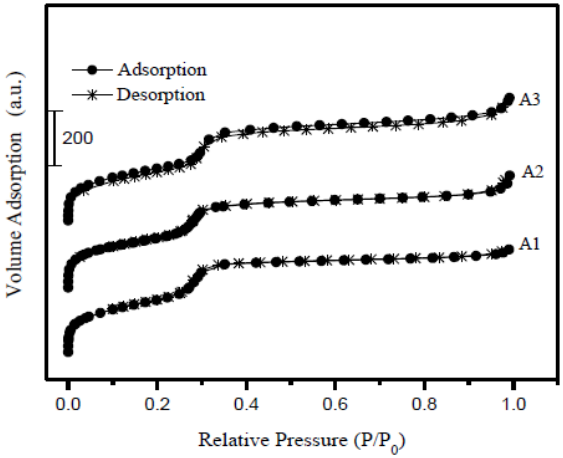
Gambar 4. 2 Hasil uji TEM pada sintesis silika *nanotube* (Haiqing, dkk., 2014)

Lalu pada hasil uji XRD dapat dilihat pada gambar 4.3. Pada gambar tersebut puncak tinggi pada intensitas 100 yang menunjukkan karakteristik dari struktur mesopori pada silika *nanotube*, sedangakan pada sudut yang lebih rendah (110, 200, 210) menunjukkan refleksi dari struktur mesopori 2D heksagonal yang mengindikasikan bahwa struktur heksagonal pada mesopori silika *nanotube* yang terbentuk sangat teratur dan rapi. Gambar 4.3 berikut merupakan hasil uji XRD pada penelitian tersebut.



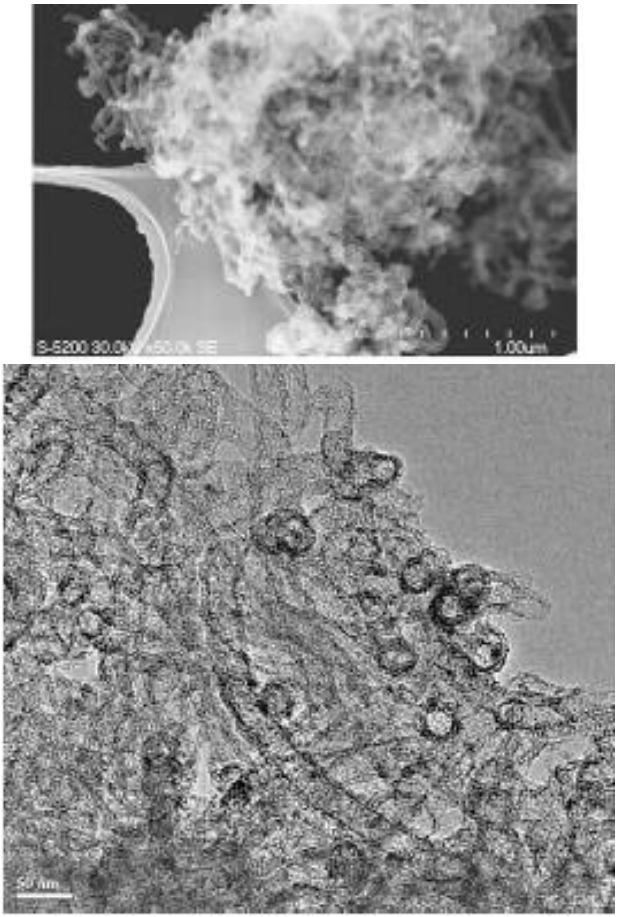
Gambar 4. 3 Hasil uji XRD pada sintesis silika *nanotube* (Haiqing, dkk., 2014)

Sedangkan hasil uji N_2 *adsorption*, mengindikasikan rata-rata nilai ukuran dan volume pori, di mana ukuran pori dan volume pori yang terbentuk sebesar 3,74 nm dan 0,76 cm^3/g serta luas permukaan pori sebesar 958 m^2/g yang dapat dilihat pada Gambar 4.4 berikut.



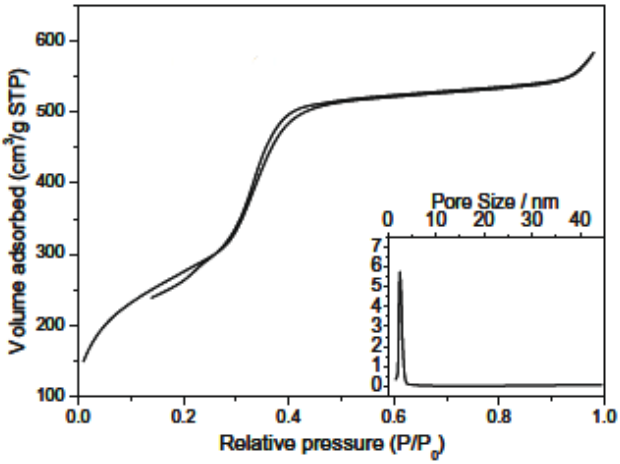
Gambar 4. 4 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* (Haiqing, dkk., 2014)

Pada jurnal lainnya, Wang dkk (2009) juga telah melakukan uji karakterisasi pada sampel. Pada hasil uji SEM, terlihat silika yang dihasilkan berbentuk tubular dengan *nanotube* berongga dengan diameter 20-40 nm yang terbentuk setelah proses kalsinasi. Sedangkan pada gambar TEM memperjelas bahwa morfologi silika yang terbentuk merupakan tabung berongga sesuai yang terlihat pada hasil uji SEM. Gambar 4.5 berikut merukapan hasil uji SEM dan TEM pada penelitian tersebut.



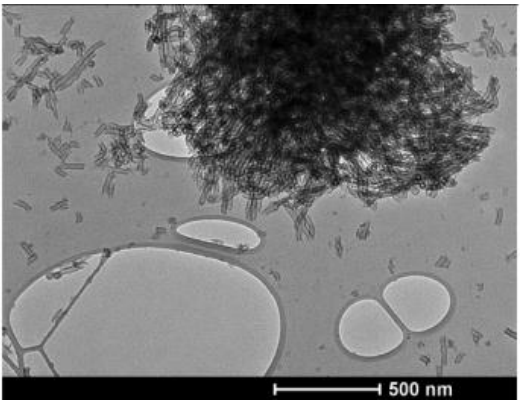
Gambar 4. 5 Gambar SEM pada silika *nanotube* (atas) dan gambar TEM pada silika *nanotube* (bawah) (Wang, dkk., 2009)

Sedangkan pada hasil uji N_2 *adsorption* dapat dilihat pada Gambar 4.6 di bawah ini. Dari hasil tersebut, didapat ukuran pori dan volume pori sebesar 2,5 nm dan 0,84 cm^3/g serta luas permukaan *area* yang terbentuk sebesar 1002 m^2/g



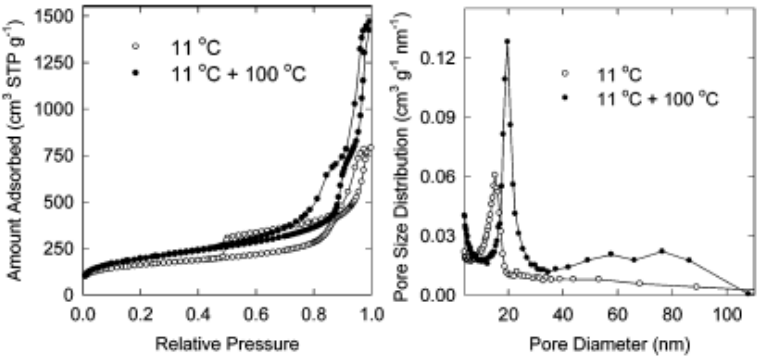
Gambar 4. 6 Hasil uji N_2 *adsorption* pada sintesis silika *nanotube* (Wang, dkk., 2009)

Pada penelitian Huang dan Kruk (2015), didapatkan diameter *nanotube* sebesar dan 19,9 nm. Gambar 4.7 berikut merupakan hasil uji TEM pada sampel silika *nanotube*.



Gambar 4. 7 Hasil uji TEM pada silika *nanotube* (Huang dan Kruk, 2015)

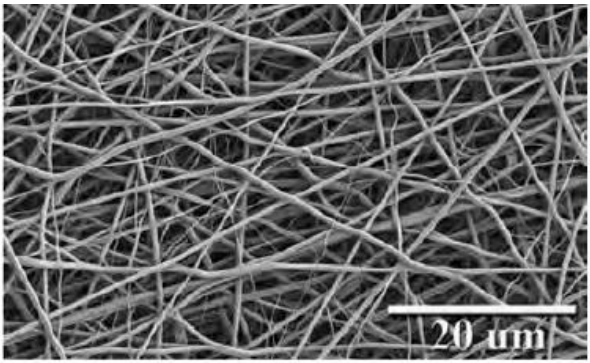
Sedangkan pada hasil uji N_2 *adsorption* didapat volume pori dan ukuran pori yang didapat sebesar, 0,06 cm^3/g, dan 19,9 nm serta nilai *surface area* sebesar 794 m^2/g. Gambar 4.8 berikut merupakan gambar hasil uji N_2 *adsorption* pada sampel silika *nanotube*.



Gambar 4. 8 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* (Huang dan Kruk, 2015)

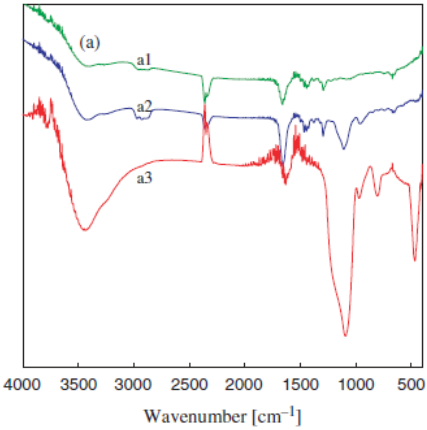
4.1.2 Metode *electrospinning*

Pada jurnal Roh dkk (2008) dilakukan pengujian karakterisasi pada sampel. Pada hasil uji SEM, terlihat morfologi yang terbentuk pada silika adalah *hollow* berongga (*nanotube*) dengan rata-rata diameter *nanotube* sebesar 200-400 nm. Pada hasil uji BET, didapat nilai luas permukaan spesifik pada silika *nanotube* sebesar 607 m^2/g. Gambar 4.9 berikut merupakat gambar hasil uji SEM pada silika *nanotube*.



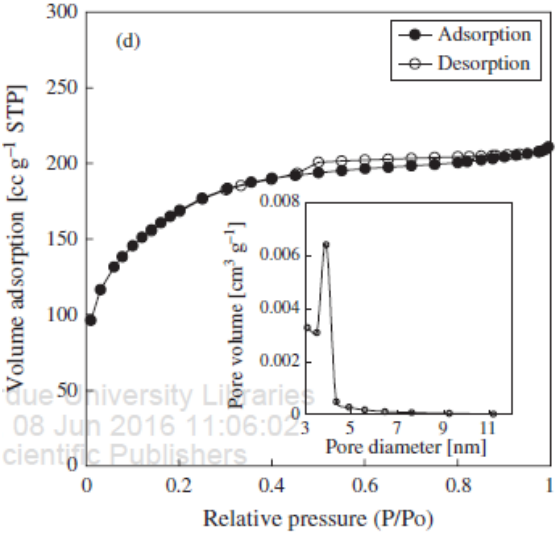
Gambar 4. 9 Hasil uji SEM pada silika *nanotube* (Roh, dkk., 2008)

Pada uji FTIR dapat dilihat pada gambar 4.10, di mana pada gambar a1-a3 berturut turut adalah CH_2, PVP, dan SiO_2. Pada gambar a3 terlihat 3 *peak* tertinggi yaitu 1092, 804, dan 466 cm^{-1}, di mana hasil pada *peak* tersebut mengindikasikan ikatan Si-O-Si yang merupakan struktur dari silika. Gambar 4.10 berikut merupakan gambar dari uji FTIR.



Gambar 4. 10 Hasil uji FTIR pada silika *nanotube* (Roh, dkk., 2008)

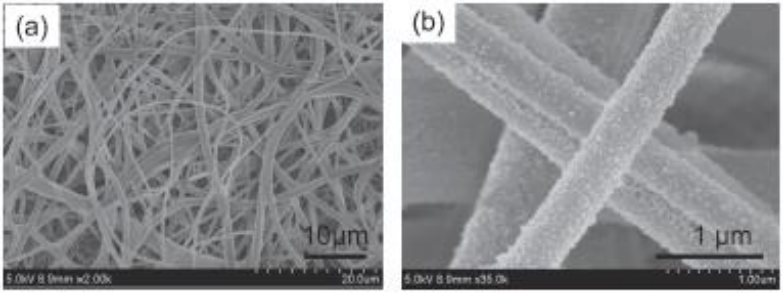
Sedangkan pada hasil uji N_2 *adsorption* didapat ukuran pori pada silika *nanotube* sebesar 2,7 nm. Gambar 4.11 berikut merupakan gambar hasil uji N_2 *adsorption*.



Duke University Libraries
08 Jun 2016 11:06:02
Scientific Publishers

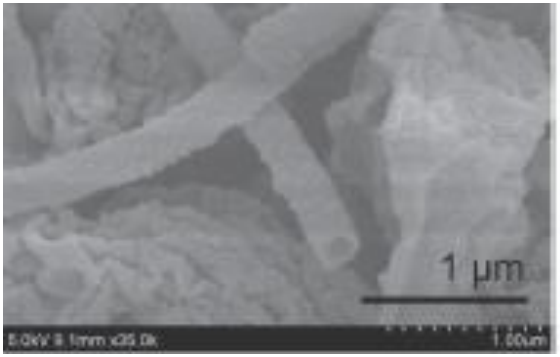
Gambar 4. 11 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika *nanotube* (Roh, dkk., 2008)

Pada penelitian Shirosaki dkk (2012) juga telah dilakukan pengujian pada silika *nanotube*. Gambar 4.12 berikut merupakan gambar hasil pengujian SEM pada *fiber* PVA yang telah direndam dalam silika.



Gambar 4. 12 (a) Struktur mikro *fiber* PVA *elektrospun* setelah direndam selama 2 jam dalam sol silika pada temperartur kamar, dan (b) Gambar perbesaran *fiber* PVA, menunjukkan keberadaan partikel pada *fiber* (Shirosaki,dkk., 2012)

Gambar 4.13 berikut merupakan hasil uji SEM PVA-silika setelah dikalsinasi selama 1 jam

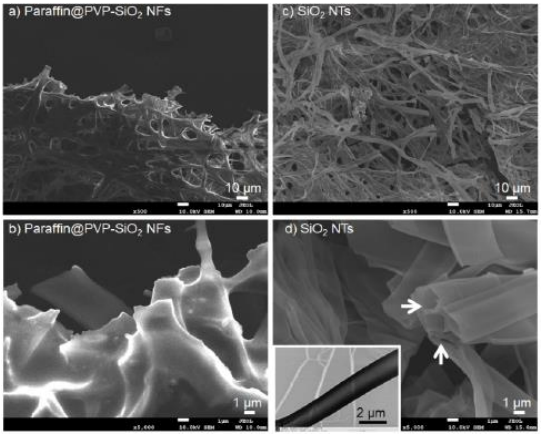


Gambar 4. 13 Hasil uji SEM yang menunjukkan terbentuknya silika *nanotube* ketika dikalsinasi pada temperatur 650ºC (Shirosaki,dkk., 2012)

Dari hasil pengujian tersebut, didapatkan ukuran *tube* yang dihasilkan sebesar 200 nm dengan ukuran partikel sebesar 20 nm.

Pada penelitian Shen dkk (2017), juga telah dilakukan pengujian pada sampel. Pada Gambar 4.14 menunjukkan hasil

ukuran dan morfologi dari PVP-SiO_2 NF dan silika *nanotube*. Parafin *elektrospun* yang disintesis menghasilkan banyak serat nano (Gambar 4.14a) yang menunjukkan bahwa metode *electrospinning* sangat efektif digunakan untuk mensintesis material berserat. Sedangkan pada hasil silika *nanotube* parafin PVP-SiO_2 NF dikalsinasi pada temperatur 600°C. Hasil kalsinasi tersebut menunjukkan silika *nanotube* masih mempertahankan struktur berserat pada PVP-SiO_2 NF yang memilik diamater 2320 ± 568 dengan ketebalan dinding sebesar 303 ± 25 nm yang terlihat pada Gambar 4.14c. Pada Gambar 4.14d terlihat bahwa proses kalsinasi menyebabkan struktur berongga pada silika *nanotube* yang terlihat jelas pada bagian tengah dan pinggir morfologi silika dikarenakan perbedaan kerapatan elektron yang tinggi antara pusat dan tepi silika *nanotube* yang dilihat berdasarkan hasil uji TEM. Berikut merupakan gambar hasil uji SEM dan TEM pada sintesis silika *nanotube* menggunakan metode *coaxial electrospinning*.

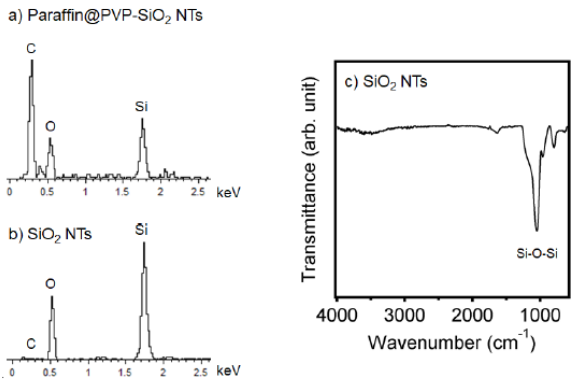


Gambar 4. 14 Hasil uji SEM pada paraffiin PVP-SiO_2 NF (a dan b); SiO_2 NTs (c); dan hasil uji TEM pada silika nanotube (d) (panah menunjukkan bentuk *tube*) (Shen, dkk., 2017)

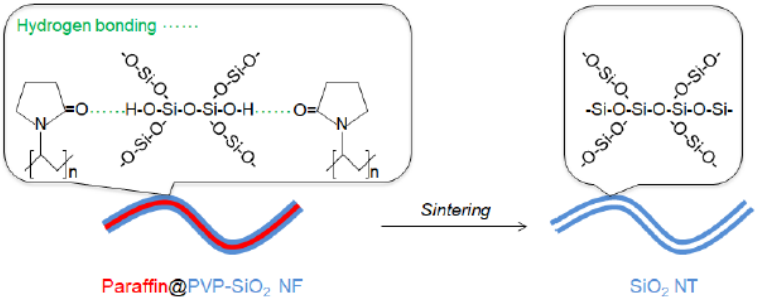
Pada hasil uji EDS, *spectrum* menunjukkan bahwa parafin PVP-SiO_2 NF mengandung unsur yang didominasi ole C, O, dan

Si yang terlihat pada gambar 4.15a, sedangkan pada silika *nanotube* unsur mengandung unsur O dan Si (gambar 4.15b). hilangnya unsur C menegaskan bahwa pada proses *sintering* terjadi penghapusan komponen organik dan pembentukan struktur tubular. Untuk memperjelas lagi, pada gambar 4.15c terlihat hasil uji silika *nanotube* di mana *peak* tertinggi pada angka 1050 cm^{-1} yang mengindikasikan bahwa adanya ikatan Si-O-Si, yang menjelaskan terbentuknya silika *nanotube*.

Selain itu tidak ada *peak* lain yang terdata pada uji tersebut yang menunjukkan silika yang terbentuk merupakan silika murni tanpa adanya pengotor pada saat proses *sintering*. Hal ini terjadi karena pada saat proses *electrospinning* silika dilapiskan oleh PVT yang digunakan sebagai *template*. PVT digunakan sebagai matriks pendukung pada sintesis silika *nanofiber*. Ikatan hidrogen antara PVT dengan silika mendukung pembentukan lapisan PVP-SiO_2 pada inti selubung parafin PVP-SiO_2 NF yang dapat dilihat pada gambar 4.16. Lalu setelah di*sintering*, lapisan PVP tersebut sepenuhnya terhapus dan terbentuk silika *nanotube* murni.

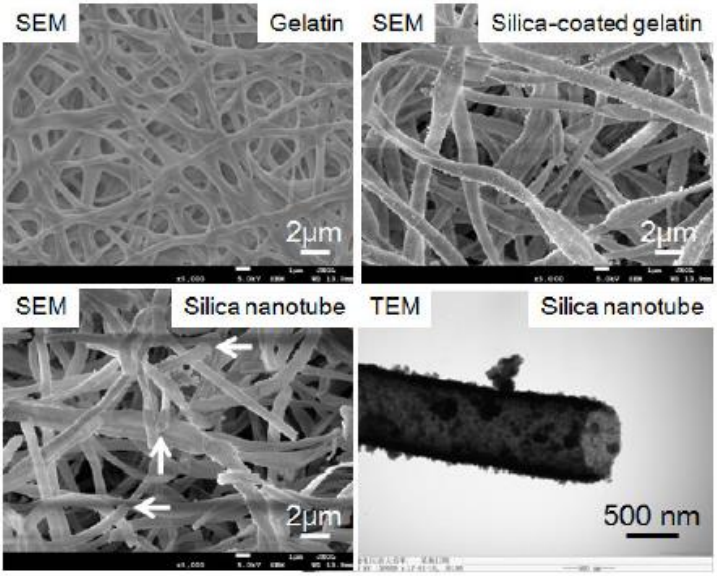


Gambar 4. 15 Hasil uji EDS pada parafin PVP-SiO_2 NF (a), silika *nanotube* (b), dan hasil uji FTIR pada silika *nanotube* (c) (Lulu, dkk., 2017)



Gambar 4. 16 Mekanisme terbentuknya parafin PVP-SiO_2 NF hingga menjadi silika *nanotube* (Shen, dkk., 2017)

Pada penelitian Guo dkk (2017) juga telah dilakukan hasil pengujian pada sampel. Sebelumnya, *nanofiber* gelatin telah berhasil disiapkan melalui *electrospinning*. Untuk menghasilkan silika *nanotube*, gelatin *nanofiber* harus disiapkan dalam bentuk sol-gel terlebih dahulu. Pada Gambar 4.17 terlihat hasil uji SEM pada gelatin *nanofiber*, silika dengan lapisan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube*. Pada Gambar 4.17 juga memperlihatkan hasil uji TEM pada silika *nanotube* yang menunjukkan bahwa proses sintesis tersebut berhasil dilakukan.

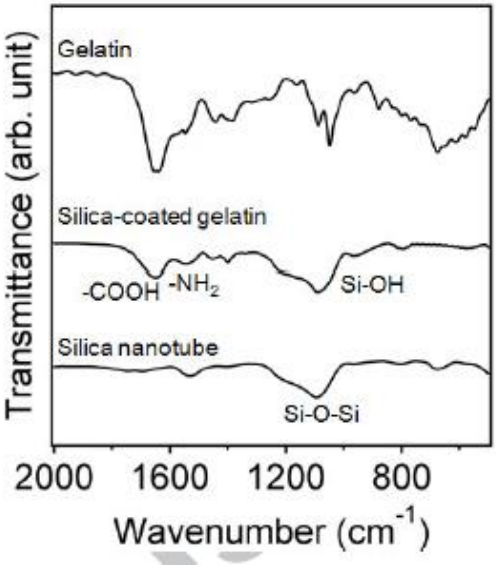


Gambar 4. 17 Hasil uji SEM pada gelatin *nanofiber*, silika yang dilapiskan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube* (SEM dan TEM) (Guo, dkk.,2017)

Gelatin *nanofiber* memiliki permukaan yang halus dengan rata-rata diameter 447-699 nm, sedangkan pada gelatin *nanofiber* silika memiliki struktur berserat yang terbentuk oleh gelatin *nanofiber* yang memiliki rata-rata diameter 667-967 nm. Setelah dikalsinasi pada temperatur 600°C, terbentuknya silika dengan struktur tubular berongga (*tube*) yang memiliki rata-rata diameter 400-596 nm.

Selanjutnya hasil uji FTIR pada gelatin *nanofiber*, silika dengan lapisan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube* terlihat pada Gambar 4.18. Untuk gelatin *nanofiber*, dua puncak tertinggi terdapat pada *peak* 1657 cm^{-1} dan 1534 cm^{-1} di mana masing-masing *peak* digolongkan pada karboksi dan amino. Pada silika yang dilapiskan gelatin *nanofiber*, terdapat dua puncak tertinggi di mana pada dua puncak tersebut, ikatan yang terbentuk adalah Si-

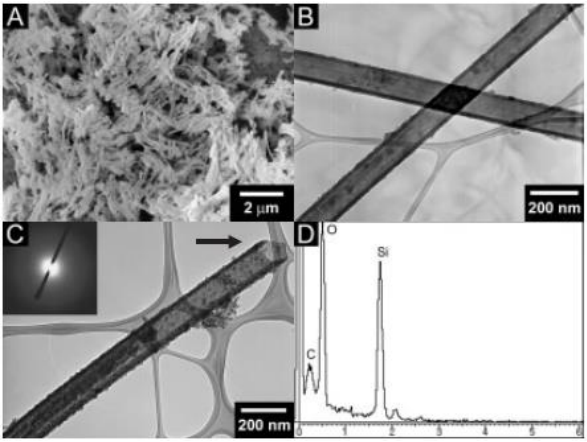
OH dan Si-O-Si, menunjukkan bahwa hidrolisis dan kondensasi pada TEOS sebagai prekursor silika terjadi pada sistem dasar. Setelah dikalsinasi, *peak* pada gelatin *nanofiber* menghilang menyisakan *peak* silika yang mengindikasikan terbentuknya silika *nanotube* murni.



Gambar 4. 18 Gambar spectrum FTIR pada gelatin *nanofiber*, silika dengan lapisan gelatin *nanofiber*, dan silika *nanotube* (Guo, dkk.,2017)

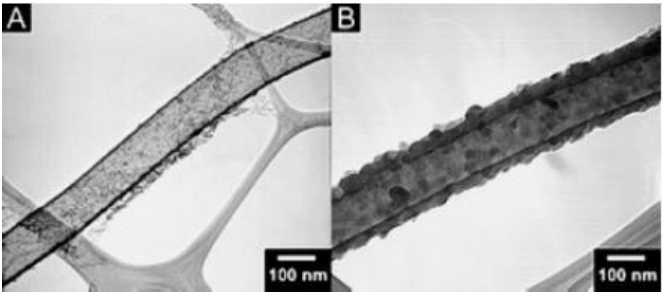
4.1.3 Metode sol-gel

Pada penelitian Jang dan Yoon (2004), telah dilakukan uji karaktersasi pada sampel. Gambar 4.19 berikut merupakan gambar dari hasil uji pada sampel.



Gambar 4. 19 A) Hasil uji FESEM pada silika *nanotube*, B&C) Hasil uji TEM, dan D) Hasil uji EDX (Jang dan Yoon, 2004)

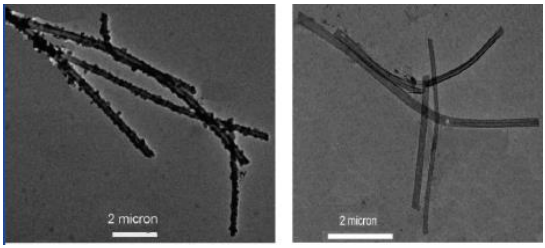
Gambar 4.20 berikut merupakan perbandingan jenis larutan apolar pada uji TEM.



Gambar 4. 20 Hasil uji TEM pada larutan apolar A) Heksana, dan B) Isooktana (Jang dan Yoon, 2004)

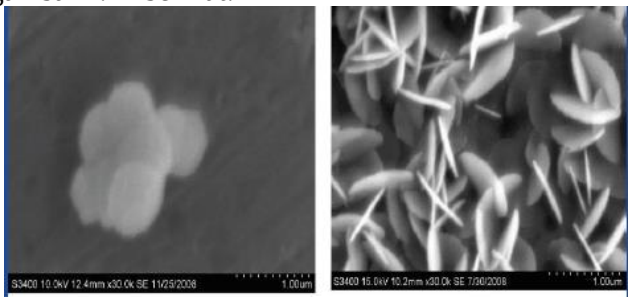
Dari hasil uji tersebut, didapat panjang *tube* yang didapat pada silika *nanotube* adalah 90-150 nm dengan tebal dinding sebesar 11-15 nm pada larutan apolar heksana dan 155-205 nm dengan ketebalan dinding 30-38 nm pada larutan apolar isooktana.

Pada penelitian lainnya, Banerjee dan Anindya (2010) juga telah melakukan uji karakterisasi pada silika *nanotube* yang telah diteliti. Gambar 4.21 berikut merupakan gambar hasil uji TEM pada sampel.



Gambar 4. 21 hasil uji TEM pada sampel dengan rasio molar AOT 2 (kiri) dan 4 (kanan) (Banerjee dan Anindya, 2010)

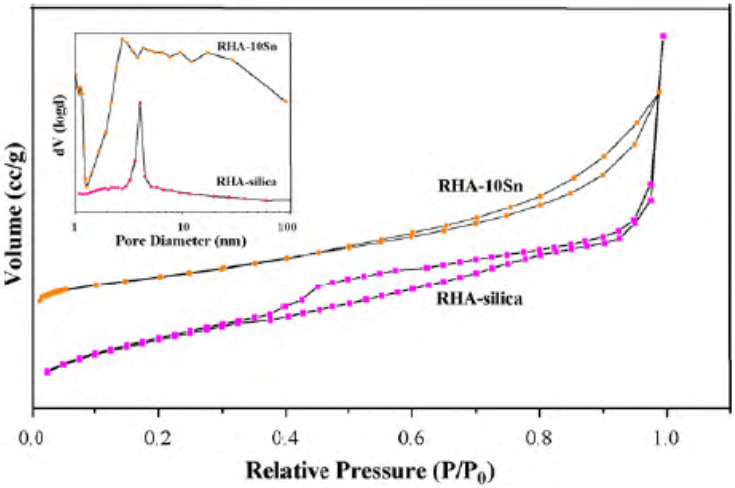
Pada gambar terebut, diketahui bahwa diameter *nanotube* silika pada rasio molar AOT 2 sebesar 363 nm sedangkan pada rasio molar AOT 4 didapat sebesar 125 nm. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar rasio molar AOT yang digunakan makan akan menghilangkan bentuk *nanotube* pada silika dan mengubahnya menjadi bentu seperti cakram yang dapat dilihat pada gambar 4.22 berikut.



Gambar 4. 22 Hasil uji SEM pada sampel dengan rasio molar AOT 10 (kiri) dan 22 (kanan) (Banerjee dan Anindya, 2010)

Pada penelitian lainnya, Adam dkk (2010) juga telah melakukan uji karakterisasi pada silika *nanotube* yang dibuat.

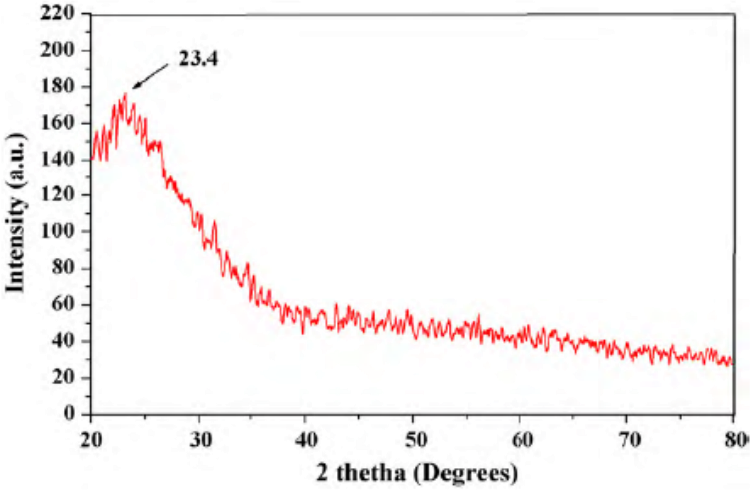
Gambar 4.23 berikut merupakan hasil uji N_2 *adsorption* pada silika-timah *nanotube* yang dibuat dari sekam padi



Gambar 4. 23 Hasil uji N_2 *adsorption* pada silika dan silika-timah *nanotube* (adam, dkk., 2010)

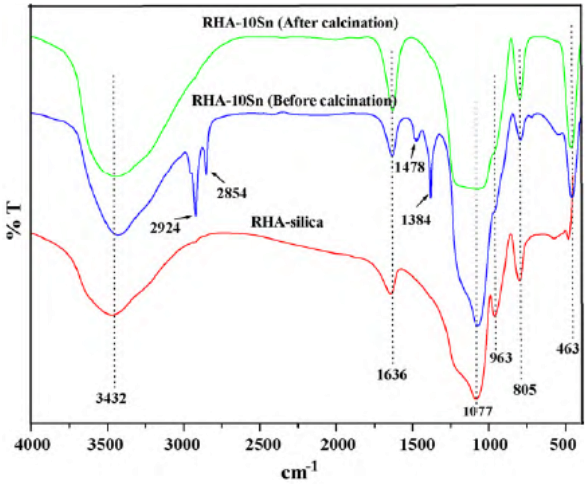
Pada gambar tersebut kurva *isotherm* yang terbentuk merupakan kurva tipe IV yang merupakan kategori material berpori dengan ukuran mesopori. Dari kurva tersebut didapat bahwa *surface area* yang terbentuk sebesar 607 m^2/g dengan diameter dan volume pori sebesar 7,39 nm dan 1,18 cc/g.

Pada hasil uji XRD, silika yang dibuat dari sekam padi menghasilkan fasa amorfus sedangkan timah oksida yang dibuat yang harusnya kristalin tidak terbentuk. Hal ini dikarenakan partikel timah oksida tersebut terlalu kecil dan terdispersi dengan baik oleh silika. Gambar 4.24 berikut merupakan gambar hasil uji XRD pada penelitian ini.



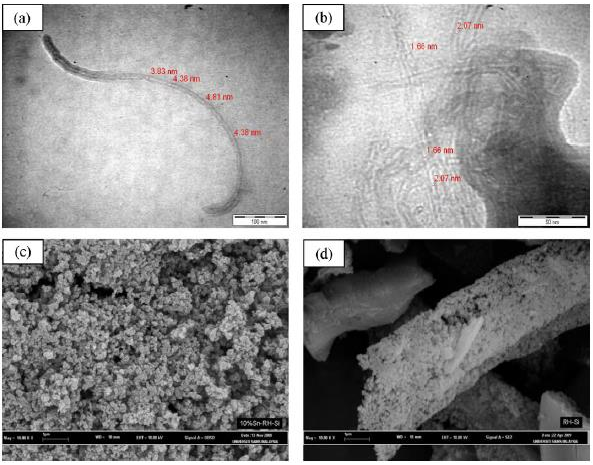
Gambar 4. 24 Hasil uji XRD pada silika-timah *nanotube* dari sekam padi (adam, dkk., 2010)

Pada hasil uji FTIR, dapat dilihat pada Gambar 4.25. pada hasil tersebut, silika-timah *nanotube* yang dihasilkan memiliki ikatan Si-O-Si. Hal ini terjadi karena selain timah oksida yang terdispersi oleh silika, pada proses sebelumnya telah dilakukan kalsinasi sehingga pengotor yang terdapat pada silika terbuang. Penambahan CTAB pada silika juga mempengaruh terbentuknya ikatan pada silika tersebut.



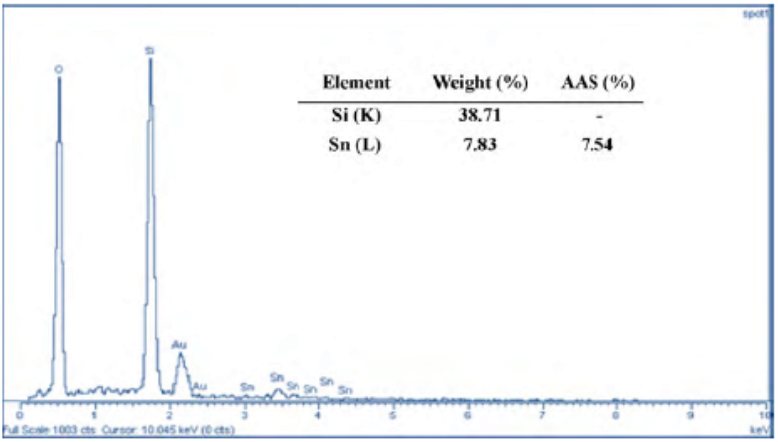
Gambar 4. 25 Hasil uji FTIR silika dan silika-timah *nanotube* dari sekam padi (Adam, dkk., 2010)

Pada hasil uji TEM dan SEM yang dapat dilihat pada Gambar 4.26 yang menampilkan gambar silika-timah *nanotube* pada perbesaran 110 dan 300K.



Gambar 4. 26 Hasil uji TEM (a, b) dan hasil uji SEM (c,d) pada silika-timah *nanotube* (Adam, dkk., 2010)

Pada gambar tersebut terlihat partikel berbentuk tabung berongga dengan rata – rata diameter internal 1,66 – 2,07 nm dan diameter eksternal 2,62 – 3,70 nm. *Nanotube* tersebut memiliki rongga pada bagian dalam dinding dengan ujung *nanotube* terbuka. Pada gambar bagian c, terlihat bahwa partikel tersebut berbentuk bola, hal ini dikarenakan pada proses reaksinya, silika secara bertahap untuk mengkristal untuk membentuk jaringan Si-O-Si. Jaringan tersebut berinteraksi dengan CTAB sehingga strukturnya berubah menjadi bentuk tabung yang berpori. Namun, pada hasil tersebut timah yang menempel pada silika tidak sepenuhnya terdispersi sehingga masih menempel sedikit pada silika. Untuk mengetahuinya dapat dilihat pada Gambar 4.27 berikut.

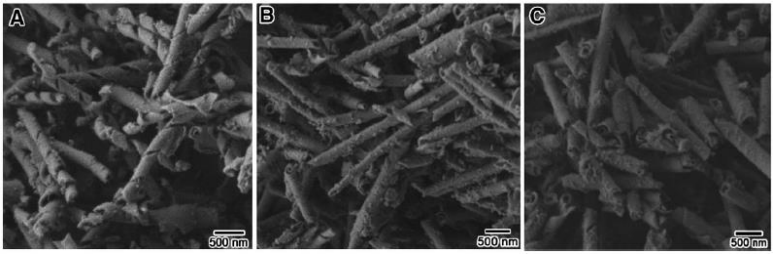


Gambar 4. 27 Hasil uji EDX pada silika-timah *nanotube* (Adam, dkk., 2010)

Hasil tersebut menunjukkan bahwa masih ada sedikit partikel timah yang menempel pada silika namun tidak mengubah fasa dari silika tersebut.

Pada penelitian lainnya, Jin dkk (2011) juga telah melakukan uji karakterisasi pada silika *nanotube* yang mereka buat. Morfologi dan struktur silika disesuaikan dengan mengubah komposisi molar sintesis 1.0 C14-L-Alas : 0.15HCl : xAPES : 7.0 TEOS : 1780H2O,

x=1.0, 1.15 and 1.25 Gambar 4.27 berikut merupakan hasil uji SEM pada sampel.



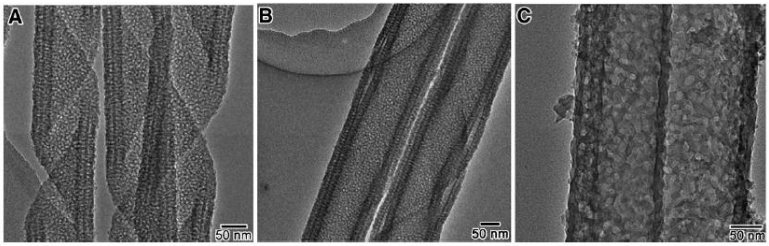
Gambar 4. 28 Hasil uji SEM pada sampel, dengan massa APES 0,22 g (A), 0,25 g (B), 0,28 g (C) (Jin, dkk., 2011)

Dari hasil uji SEM pada sampel, dapat disimpulkan bahwa bahan silika mesopori dengan morfologi heliks hanya dapat terbentuk berdasarkan rasio molar APES sekitar 1. Berdasarkan gambar 4.28A, sampel secara eksklusif membentuk strukutur heliks dengan lebar 200-250 nm, yang membentuk struktur tabung dengan panjang 500-700 nm dan diameter luar 150-200 nm. Pada gambar 4.28B terjadi pembentukan *nanotube* dengan meningkatkan rasio molar APES menjadi 1,15 di mana diameter luar dan dalam berukuran 150-200 nm dan 60-65 nm. Jika dilihat lebih jelas lagi, ujung pada silika *nanotube* memiliki bentuk seperti multilayer.

Pada Gambar 4.28C, sintesis dilakukan dengan menggunakan rasio molar APES sebesar 1,25 di mana pada sampel tersebut mempertahankan morfologi *nanotube* yang sama dengan diameter luar 250-300 nm dan panjang sekitar 500 nm. Struktur multilayer pada ujung silika *nanotube* terlihat sangat jelas. Diameter luar tabung meningkat dan panjangnya berkurang pada peningkatan rasio molar APES. Ini menunjukkan bahwa tranformasi silika mesopori dari bentuk heliks ke bentuk *nanotube* dapat dilakukan dengan meningkatkan rasio molar APES.

Struktur mikro yang bervariasi dari sampel dengan meningkatnya rasio molar APES dapat dilihat pada gambar TEM

(gambar 4.29). Pada gambar 4.29A silika berbentuk heliks dengan ketebalan 30-40 nm yang memiliki bentuk pori tidak teratur yang tegak lurus terhadap sumbu pusat tabung. Dengan meningkatkan rasio molar APES, dari 1 ke 1,25 menunjukkan bahwa dinding *nanotube* terdiri dari saluran *nanoscal* yang tidak teratur dan jauh lebih besar dari ukuran mesopori yang dapat dilihat pada gambar 4.29B. Hal ini mengindikasikan bahwa mesopori silika *nanotube* sangat sensitif terhadap komposisi molar APES.



Gambar 4. 29 Hasil uji TEM pada sampel dengan APEX 0,22 g (A), 0,25 g (B), dan 0,28 g (C) (Jin, dkk., 2011)

Pada rasio molar APES 1,15, silika *nanotube* dapat disintesis dengan kualitas tinggi di mana setelah pelepasan *template*, struktur heliks dan *nanotube* mesopori silika dapat difungsikan menjadi amino yang difungsikan pada permukaan pori. Pada dasarnya, ketika rasio molar APES ditingkatkan ketika disintesis, akan terbentuk *nanotube* dalam *nanotube* serta pH reaksi meningkat yang menyebabkan peningkatan laju polimerisasi silika pada APES dan TEOS. Dengan polimerisasi lebih lanjut dan kondensasi silika akan terjadi ketidakseimbangan muatan pada permukaan membran yang diberikan oleh reaksi kondensasi dari silika dengan pengurangan pH dalam reaksi. Hal tersebut mendukung kelengkungan membran ke dalam morfologi *nanotube* dalam *nanotube*.

4.2 Pembahasan

Dari beberapa *review* jurnal yang telah dilakukan, dibuat sebuah rangkuman dari tiga metode sintesis tersebut. Tabel 4.1

berikut merupakan hasil *review* jurnal dengan tiga metode yang telah dilakukan

Tabel 4. 1 Hasil *review* jurnal silika *nanotube* dengan metode hidrotermal, *electrospinning*, dan sol-gel

Metode	*Reagents*	Bentuk	UkuranDimensi	Peneliti
Hidrotermal	TEOS, CPCl, amonia	*Nanotube bundles*	Luas permukaan spesifik sebesar 1068 m^2/g dengan ukuran pori 3,6 nm	Yuan, dkk (2003)
	TEOS, CTAB, amonia, CNT	*Nanotube bundles with hexagonal mesopores*	Luas permukaan spesifik sebesar 958 m^2/g dengan ukuran dan volume pori 3,74 nm dan 0,76 cm^3/g	Haiqing, dkk., (2008)
	TEOS, P123, CTAB, amonia	*Tubular mesopores*	Luas permukaan spesifik sebesar 1002 m^2/g dengan volume dan ukuran 1,7 cm^3/g dan 2,5 nm	Wang, dkk., (2009)
	TEOS, HCl, *toluene*, F127	*Hollow nanospheres*	Luas permukaan spesifik 694 m^2/g dengan volume dan ukuran pori 0,06 cm^3/g dan 19,9 nm	Huang dan Kruk (2015)
Electrospinning	TEOS, PVP, HCl, P123, *ethanol*	*Hollow nanosphere*	Luas permukaan spesifik sebesar 607 m^2/g dengan ukuran pori 2,7 nm	Roh,dkk., (2008)
	TEOS, *ethanol*, PVA, amonia	*Hollow tubular*	Ukuran pori sebesar 20 nm	Shirosaki dkk., (2012)
	CH_3COOH, gelatin, TEOS, amonia	*Tubular nanospheres*	Didapat rata-rata diameter pori sebesar 400-596 nm	Guo, dkk., (2017)
Sol-gel	Sekam padi, $SnCl.2H_2O$, HNO_3, aseton, CTAB	*Nanotube mesopores*	Didapat *surface area* 607 m^2/g dengan diameter pori 7,39 nm	Adam dkk, (2010)

Dari tabel di atas dapat diketahui bahwa pada metode hidrotermal, rata-rata luas permukaan spesifik silika *nanotube* yang didapat sebesar 900-1500 m^2/g dengan ukuran pori dan volume pori yang dihasilkan sebesar 2-10 nm dan 0,01-0,90 cm^3/g. Hal ini dikarenakan terjadinya perpindahan panas pada material selama proses hidrotermal berlangsung yang membuat perubahan morfologi dan peningkatan porositas pada material. Semakin tinggi temperatur hidrotermal yang digunakan, maka ukuran *nanotube* yang dihasilkan juga semakin panjang, serta peningkatan ukuran pori yang dihasilkan. Namun, untuk ukuran pori juga tergantung pada template yang dipakai pada silika. Pada metode *electrospinning*, struktur silika *nanotube* yang dihasilkan lebih besar dari pada metode hidrotermal. Hal ini dikarenakan metode hidrotermal mampu mengontrol pori pada silika sehingga pori yang dihasilkan dapat diatur ukurunnya.

Berbeda dengan metode *electrospinning* yang menggunakan jarum suntik untuk membentuk *nanotube* pada silika. Fungsi jarum suntik pada *electrospinning* hanya digunakan untuk menggabungkan antara *template* dengan silika agar morfologi yang terbentuk seperti *nanotube*. Selain itu, pada metode ini terdapat perubahan viskositas, dimana material yang terbentuk sebelum dilakukan metode *electrospinning* memiliki nilai viskositas sangat kecil (cair) sedangkan pada saat larutan tersebut dimasukkan pada jarum koaksial, terjadi perubahan viskositas yang signifikan menjadi besar (padat) namun tidak padat sepenuhnya. Perubahan viskositas terjadi karena perubahan suhu pada saat proses *electrospinning* berlangsung. Karena *electropsinning* menggunakan daya dari listrik yang menyebabkan pada larutan yang telah dimasukkan pada jarum koaksial terjadi pemadatan agar material yang dihasil kan menjadi berserat. Hasilnya yaitu berupa serat gel panjang yang dibuat secara melingkat atau spiral.

Dari hasil data di atas, didapat bahwa rata-rata luas permukaan spesifik pada silika *nanotube* sebesar 600-700 m^2/g dengan diameter pori sebesar 400-700 nm. Selain itu, umumnya silika yang dihasilkan seperti serat dikarenakan metode

electrospinning sangat bagus digunakan pada material berserat. Namun pada hasil uji SEM dan TEM terlihat jelas bahwa morfologi silika tersebut berbentuk tabung (*tube*).

Sedangkan pada metode sol-gel ukuran pori silika *nanotube* yang dihasilkan hampir sama dengan metode *electrospinning*. Rata-rata ukuran diameter *nanotube* yang dihasilkan berkisar antara 200-500 nm. Hal ini dikarenakan metode sol-gel juga tidak dapat mengontrol ukuran pori selama proses reaksi, sehingga pori yang dihasilkan besar. *Surface area* yang didapat juga sama dengan metode *electrospinning* yaitu sekitar 600 – 700 m^2/g.

Pada proses sol-gel, silika *nanotube* yang dihasilkan memiliki kemurnian yang tinggi seperti pada metode hidrotermal hal ini dikarenakan pada proses tersebut, silika dapat dimurnikan melalui proses destilasi atau rekristalisasi yang membuat pengotor yang menempel pada silika menghilang. Namun dari segi hasil SEM dan TEM, morfologi yang terbentuk tidak sebaik atau sebagus metode hidrotermal dan *electrospinning* karena pada metode sol-gel tidak memiliki teknik khusus untuk mengubah morfologi pada silika, hanya mengandalkan surfaktan atau pelarut yang digunakan saja dalam perubahan morfologi silika. Selain itu, pada metode ini pori yang terbentuk tidak beraturan atau tidak memiliki bentuk yang pasti sehingga ukuran pori yang dihasilkan tergantung template penggunaan yang dipakai. Oleh karena itu, metode sol-gel kurang direkomendasikan dalam proses sintesis silika *nanotube*.

Terlepas dari perbedaan dari segi ukuran pori yang telah dijelaskan sebelumnya, pada uji FTIR, sintesis silika *nanotube* ditiap metode memiliki hasil yang sama, di mana pada hasil uji FTIR, ikatan yang terbentuk berupa ikatan Si-O-Si yang merupakan ikatan yang terbentuk pada silika (SiO_2). Namun pada hasil uji XRD, pada metode hidrotermal dan sol-gel memiliki kurva yang berbeda dengan metode *electrospinning*. Hal ini dikarenakan bahan-bahan dasar pada pembuatan silika *nanotube* berbeda-beda. Umumnya, pada metode hidrotermal dan sol-gel, bahan yang digunakan tidak beracun sehingga silika yang dihasilkan berbentuk

amorf, sedangkan pada metode *electrospinning*, bahan yang digunakan lebih beracun seperti PVA dan PVP sehingga silika yang dihasilkan berbentuk kristalin.

4.3 Kritik

Dari pembahasan di atas, dapat diketahui bahwa tiap metode menghasilkan material dengan kemurnian tinggi. Hal ini dikarenakan pada proses akhir ditiap metode dilakukan kalsinasi untuk menghilangkan pengotor pada prekursor. Namun, perlu diketahui juga, bahwa tiap metode memiliki kelebihan dan kekurangan. Seperti pada pori yang dihasilkan, tiap metode memiliki ukuran pori yang berbeda. pori yang dihasilkan pada metode hidrotermal lebih baik dari pada metode *electrospinning* dan sol-gel. Hal ini dikarenakan fungsi hidrotermal sendiri mampu mengontrol ukuran pori pada prekursor dengan memanfaatkan perpindahan panas pada material selama proses hidrotermal berlangsung yang membuat perubahan morfologi dan peningkatan porositas pada material. Semakin tinggi temperatur hidrotermal yang digunakan, maka ukuran *nanotube* yang dihasilkan juga semakin panjang, serta peningkatan ukuran pori yang dihasilkan.

Tabel 4.2 merupakan tabel kelebihan dan kekurangan yang dimiliki pada tiap metode. Dari tabel tersebut dapat kita ketahui bahwa metode yang lebih efisien yang digunakan adalah metode hidrotermal. Hal ini dikarenakan metode hidrotermal mampu mengontrol pori pada prekursor serta morfologi yang terbentuk juga tergantung dari penggunaan temperatur yang digunakan. besar kecilnya pori yang dihasilkan umumnya sangat dibutuhkan pada beberapa aplikasi seperti katalis, *drug delivery*, dan penyimpanan energi. Karena dengan ukuran pori yang besar, *surface area* yang terbentuk akan semakin besar sehingga kapasitansi yang dihasilkan juga akan semakin besar. Hal ini sangat berpengaruh pada aplikasi yang membutuhkan kemampuan penyerapan (material absorben) dan penyimpanan yang besar. selain itu, serbuk yang dihasilkan juga sangat murni dan cepat bereaksi pada saat proses. Hal ini dikarenakan pada saat proses

hidrotermal, terjadi peningkatan temperatur dan tekanan yang tinggi sehingga material yang disintesis mengalami reaksi yang cukup signifikan

Dari *review* jurnal yang telah dilakukan, terdapat beberapa data hasil uji karakterisasi tidak dicantumkan dan dijelaskan secara detail oleh peneliti sehingga ada beberapa jurnal yang tidak dapat dibandingkan. Oleh karena itu butuh data pendukung untuk membandingkan jurnal tersebut dengan lainnya agar *review* yang dihasilkan lebih konkrit. Hampir tiap jurnal membahas hasil uji SEM, TEM, dan BET. Namun, beberapa pengujian lainnya seperti XRD dan FTIR tidak dilakukan oleh semua jurnal sehingga sulit untuk membandingkan hasil dari tiap jurnal tersebut. Selain itu, data uji lain juga sangat dibutuhkan untuk beberapa aplikasi seperti penyimpanan energi. Pada aplikasi tersebut dibutuhkan uji CV (*cyclic voltametry*) untuk mengetahui kapasitansi material, agar material tersebut memiliki standarisasi dalam penggunaannya pada aplikasi penyimpanan energi. Selain itu, pada *review* jurnal yang telah dilakukan, silika yang digunakan menggunakan bahan TEOS dikarenakan TEOS mengasilkan kandungan silika lebih dari 97% sehingga TEOS dijadikan bahan konvesional dalam proses sintesis silika. Namun, harga TEOS sangat mahal sehingga perlu penggunaan biaya yang cukup besar jika dalam pemakaian yang banyak.

Tabel 4. 2 Kelebihan dan kekurangan tiap metode sintesis

Metode	Kelebihan	Kekurangan
Hidrotermal	• Terbentuk *powder* secara langsung dari larutan • Ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan prekursor dan kondisi hidrotermal yang berbeda • Kerekatifan bubuk yang dihasilkan tinggi • Temperatur yang digunakan rendah	• Solubilitas material awal harus diketahui • *Slurry* hidrotermal bersifat korosif • Penggunaan bejana tekanan tinggi akan berbahaya jika terjadi kecelakaan
Electrospinning	• Metode yang digunakan sederhana • Dapat digunakan pada berbagai macam material terutama material serat • Material yang dihasilkan bersifat kristalin	• Membutuhkan daya listrik yang besar selama proses sintesis
Sol-gel	• Homogenitas produknya tinggi karena *reagen-reagen* dicampur pada tingkat molekular • Suhu yang digunakan relatif rendah • Material bersifat kristalin • Porositas tergantung temperatur yang digunakan	• Membutuhkan prekursor yang relatif mahal • Waktu pemprosesan relatif lama • Terjadi penyusutan yang besar dalam pemprosesan • Menggunakan pelarut organik yang bersifat toksik

Oleh karena itu, penggunaan sintesis silika dapat diganti dengan bahan yang lebih murah dan ramah lingkungan seperti sekam padi

yang memiliki kadar silika sebesar 89-97%. Selain itu, silika dari sekam padi bersifat *amorphous* karena berasal dari alam, sehingga sangat cocok digunakan diberbagai aplikasi seperti *drug delivery*, katalis, keramik, dan penyimpanan energi (Helmi, 2019).

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari *review* jurnal yang telah dilakukan yaitu bahwa metode sintesis dengan menggunakan hidrotermal dinilai lebih baik dan efisien, hal ini dikarenakan:

1. Sintesis dengan metode hidrotermal menghasilkan struktur silika *nanotube* dengan rata-rata luas permukaan spesifik tertinggi sekitar 900 – 1500 m^2/g dan rata-rata ukuran pori yang kecil yaitu 2 – 10 nm berdasarkan hasil uji BET, serta menghasilkan silika *nanotube* fase amorfus dengan diameter *nanotube* 10 – 100 nm berdasarkan hasil uji XRD, SEM, dan TEM.
2. Metode tersebut dinilai lebih ramah lingkungan karena menggunakan air sebagai pelarut. Serbuk yang dihasilkan juga lebih reaktif sehingga proses pembentukan material sangat cepat.

5.2 Saran

Adapun saran dari dan bagi *review* jurnal ini adalah sebagai berikut.

1. *Raw* material silika yang dipakai dapat diganti dengan sekam padi yang lebih ekonomis dan ramah lingkungan
2. Perlunya data pengujian tambahan dan pendukung untuk membandingkan hasil sintesis ditiap metode.

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

DAFTAR PUSTAKA

A. & Aziz, M., 2016. “Sintesis dan Karakterisasi Material Berpori Berbasis Mineral Silika Pulau Belitung”. **Teknologi Mineral dan Batubara**, Volume 12, pp. 161-170.

Adam, Farook., Jimmy N.A., Radhika T., & Asri M.N., 2010. “Silica-Tin Nanotubes Prepared from Rice Husk Ash by Sol-Gel Method: Characterization and Its Photocatalytic Activity”. **Applied Surface Science**, volume 257, pp. 811-816.

Alfianto, R., 2011. “Kajian Pembuatan Arang Aktif Dari Sekam Padi Dengan Teknik Pelarutan Silika”. **Skripsi**, Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Banerjee, Subhasree & Anindya Datta.2010. “Photoluminescent Silica Nanotubes and Nanodisks Prepared by the Reverse Micelle Sol-Gel Method”. **Langmuir Articel**, Volume 26, pp. 1172-1176.

Calzon, J. G. & Garcia, M. D., 2012. “Synthesis and Analytical Potensial of Silica Nanotubes”. **Trends in Analytical Chemistry**, Volume 35, pp. 27-38.

De Lima, S. De Vasconcelos, R.P., Paiva, O.A., Cordeiro, G.C., Chaves, M., Toledo, R.D., Fairbairn, E.., 2011. “Production of silica gel from residual rice husk ash”. **Quim Nova**, Volume 34, pp. 71-75.

Diana, L. O., 2019. “Pengaruh Penambahan SIlika Sekam Padi Terhadap Karakterstik Mikrostruktur dan Struktur Aspal Dengan Perbandingan Massa 1:0; 1:1,5; 1:1,6 Dan 1”. **Skripsi**, Bandar Lampung: Universitasa Lampung.

Falaah, A. F., Cifriadi, A. & Kumoro, A. C., 2016. “Produksi Silika Amorf Dari Sekam Padi Untuk Filler Barang Jadi Karet Menggunakan Fldized Bed Combustor”. **Warta Perkaretan**, pp. 77-88.

Fahmi, H. & Nurfalah, A. L., 2016. “Analisa Daya Serap Silika Ger Berbahan Dasar Dasar Abu Sekam Padi”. **Jurnal Ipteks Terapan**, Volume 10, pp. 176-182.

Faizul, C. P., A. & B., F., 2013. "Review of Extraction of Silica from Agricultural". **Advance Material Research**, Volume 626, pp. 997-1000.

Ghorbani, F., Sanati, A. M. & Maleki, M., 2015. "Production of Silica Nanoparticles from Rice Husk as Agricultural Waste by Environmental Friendly Technique". **Environmental Studies of Persian Gulf**, Volume 2, pp. 56-65.

Guo, L. Wawng, Tianlong., Jia, Lan., Chen, Song., Huang, Di., Chen, Weiyi., 2017. "Synthesis and Drug Delivery Property of Silica Nanotubes Prepared Using Gelatin Nanofibers as novel sacrificed template". **Materials Letters**, Volume 4, pp. 320-322

Hindrayawati, N dan Alimuddin., 2010. "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH)". **Jurnal Kimia Mulawarman**. Volume 7, No. 2, 75-77

Huang, L. & Kruk, M., 2015. "Versatile Surfactant/Swelling-Agent Template for Synthesis of Large-Pore Ordered Mesoporous Silicas and Related Hollow Nanoparticles". **Chemistry of Materials**, Volume 27, pp. 676-689.

Jang, Jyongsik & Hyonseok Yoon, 2004. "Novel Fabrication of Size-Tunable Silica Nanotubes Using a Reverse-Microemulsion-Mediated Sol-Gel Method". **Advanced Material**, Volume 16, pp. 9-10.

Ji, L., Lin, Z., Medford, A. & Zhang, X., 2009. "Porous Carbon Nanofibers from Electrospun Polyacrylonitrile/SiO2 Composites as an Energy Storage material". **Carbon**, Volume 47, pp. 3346-3354.

Jin, H., Lijun Wang, & Naici Bing. 2011. "Mesoporous Silica Helical Ribbon and Nanotube-within-a-nanotube Synthesized by Sol-Gel Self Assembly". **Materials Letters**, Volume 65, pp. 233-235.

Katsuki, H., Furuta, S., Watari, T. & Komameni, S., 2005. "ZSM-5 Zeolite/Porous Carbon Composite: Conventional and Microwave-Hydrothermal Synthesis From Carbonized

Rice Husk". **Microporous and Mesoporous Materials**, Volume 86, pp. 145-151.

Kresge, C. T. & Roth, W. J., 2013. "The Discovery of Mesoporous Molecular Sieves From the Twenty Year Perspective". **The Royal Society of Chemistry**.

Liu, M., 2011. "Synthesis of Semi-terminated Silica Nanotubes". **Journal Advanced Material Research**, Volume 236-248, pp. 1721-1724.

Lu, Y. Huang, J.. Yu, G.. Cardenas, R.. Wei, S.. Wujcik, E.. Guo,, Z.., 2017. "Coaxial Electrospun Fibers: Applications in Drug Delivery and Tissue Engineering". **WIREs Nanomed**, Volume 8, pp. 654-677

Luo L, Cui R, Qiao H, Chen K, Fei Y, Li D, Pang Z, Liu K, Wei Q., 2014. "High Lithium Electroactivity Of Electrospun Cufe2o4 Nanofibers As Anode Material For Lithium-Ion Batteries". **Electrochim Acta**, 144:85–91.

Mohamed, R. M., Mkhalid, I. A. & Barakat, M. A., 2015. "Rice Husk Ash as a Renewable Source for The Production of Zeolite NaY and Its Characaterization". **Arabian Journal of Chemistry**, Volume 8, pp. 48-53.

Muniandy, L., Adam, F., Mohammed, A. R. & Ng, E.-p., 2014. "The Synthesis and Characterization of High Purity Mixed Microporous/Mesoporous Activated Carbon from Rice Husk Using Chemical Activation With NaOH and KOH". **Microporous an Mesoporous Materials**, Volume 197, pp. 316-323.

Nethirajan, S., R., G. & L., W., 2009. "Potential of Silica Bodies(Phytoliths) for Nanotechnology". **Trends Biotechnol**, Volume 27, pp. 461-467.

Ningsih, Sherly Kasuma W., 2016. "Sintesis Anorganik". **Book**, Padang: UNP Press.

Noyan, E., Onder, E., Sarier, N. & Arat, R., 2018. "Development of Heat Storing Poly(acrylonitrile) Nanofibers by Coaxial Electrospinning". **Thermochim Acta**, Volume 662, pp. 135-148.

P.N. Minoofar, B., Dunn, J. & Zink, J. A., 2005. "Chemical". **Soc**, Volume 127.

Patel, N. et al., 2012. "Superior hydrogen production rate by catalytic hydrolysis of ammonia borane using Co-B nanoparticles supported over mesoporous silica particles". **Catalysis Communications**, Volume 23, pp. 39-42.

Purwaningsih, D., 2009. "Adsorpsi Multi Logam Ag(I), Pb(II), Cr(III), Cu(II) Dan Ni(II) Pada Hibrida Etilendiamino-Silika Dari Abu Sekam Padi". **Penelitian Saintek**, Volume 14, pp. 59-76.

Rahmat, N., A Z, A. & A R, M., 2010. "Mesoporous Santa Barbara Amorphous-15, types, synthesis and its applications towards biorefinery production". **American Journal of Applied Sciences**, Volume 7, pp. 1579-1586.

Roh, Sung Hee., Lee, Yoon Ah., Lee, Jae wook., & Sun II Kim, 2008. "Preparation and Characterization of Electrospun Silica Nanofibers from PVP/P123 Blended Polymer Solution". **Nanoscience and Nanotechnology**, Volume 8, pp. 5147-5151

Rohman, M. & Subagio, A., 2013. "Studi Karakteristik Kelistrikan Komposit Carbon Nanotube-Polyvynilidene-Flouride(CNT-PVDF)". **Youngster Physics Journal**, pp. 35-40.

Sardi, I., 2006. "Identifikasi Silika Amorf dari Sekam Padi". **Skripsi**, Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Satish, C., 1997. "Waste Materials Used in Concrete Manufacturing". **Skripsi,** Westwood, New Jersey, USA: Noyes Publications.

Sembiring, S. & Simanjuntak, W., 2015. "**Silika Sekam Padi: Potensinya Sebagai Bahan Baku Keramik Industri**". Yogyakarta: Plantaxia.

Shelke, V. R., Bhagade & Mandavgane, S. A., 2010. "Mesoporous Silica From Rice Husk". **Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis**, Volume 5, pp. 63-67.

Shen, L. Yao, Yunhong., Wang, Tianlong., Jia, Lan., Chen, Song. 2018. "Synthesis and Microstructure of Silica Nanotubes Via a Coaxial Electrospinning Route". **Material Science and Engineering**, p. 439.

Shirosaki, Y., Yoshihara, H., Chen, S., Blevins, M., Nakamura, Y., Hanagata, N., Hayakawa, S., Stamboulis, A., dan Oshaka, A. 2012. "Electrospun Poly(Vinyl Alcohol) as a Template of Silica Hollow And Solid Micro-Fibrous Mats". **Journal of Ceramic Society**, Volume 11, pp. 520-524.

Simovic, S., Ghouci-Eskandar, Nasrin., Sinn, Aw Moon., Losic, Dusan., Prestidge, Clive A. 2011. "Silica Materials in Drug Delivery Applications". **Current Drug Discovery Technologies**, Volume 8, pp. 250-268.

Tang, F., Li, L. & Chen,, D., 2012. "Mesoporous Silica Nanoparticles: Synthesis Biocompatibility and Drug Delivery". **Adv. Master**, Volume 24, pp. 1504-1534.

Tian, M. Long, Y., Xu, D., Wei, S., Dong, Z. 2018. "Hollow Mesoporous Silica Nanotubes Modified with Palladium Nanoparticles for Enviromental Catalytic Applications". **J. Colloid Interf. Sci**, Volume 521, pp. 132-140.

Ulfah, F., S. & Manurung, P., 2017. "Reversibilitas Reaksi Elektrokimia pada Elektroda Superkapasitor Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi yang Dikalsinasi pada Suhu 450, 550, dan 650C". **Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika**, pp. 31-36.

Wang, H., Qian, W., Gao, S., Du, J., Chen, J., Wang, J. 2014. "Controllable Synthesis and Catalytic Performance of Mesoporous Silica Nanotube Micro-reactor". **Applied Catalysis A: General**.

Wang, Z., Chen, B., Quan, G., Li, F., Wu, Q., Dian, L., 2012. Increasing the oral bioavailability of poorly water-soluble carbamazepine using immediate-release pellets supported on SBA-15 mesoporous silica**. Int. J. Nanomed**. 7 (1), 5807-5818

Wang, Z. L. Shan, Z., Zhang, F., Wei, F. S., Xiao, J. 2009. "One-Pot Hydrothermal Synthesis Of Mesostructured Silica Nanotube". **Journal of Colloid and Interface Science**, Volume 335, p. 264.

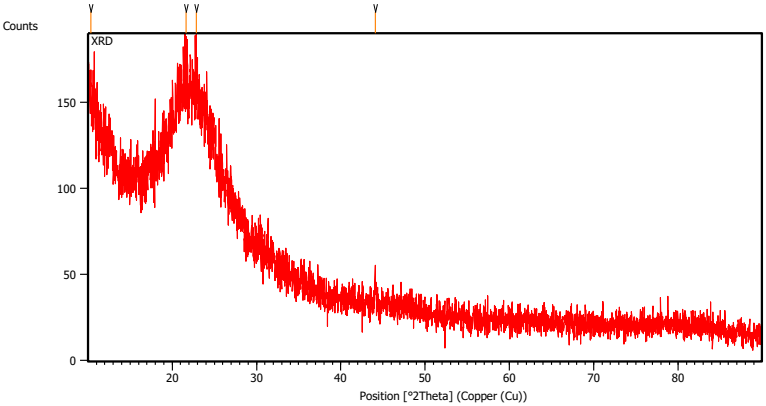
Yalcin, N. & Sevinc, V., 2001. "Studies of Silica From Rice Husk". **Ceramics International**, Volume 27, pp. 219-224.

Yuan, Z. Y., Su, B. L., & Zhou, W., 2003. "Direct and Post Hydrothermal Treatments in Ammoniated Solution for The Morphogenesis of Mesoporous Silica Nanotube". **Studies in Surface Science and Catalysis**, p. 146.

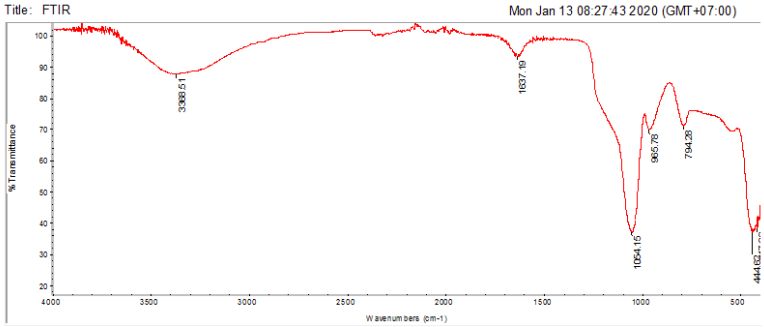
Zhou, Q. Fan, T., Li, Y., Chen, D., Liu, S., Li, X. 2019. "Hollow-Structure NiCo Hydroxide/Carbon Nanotube Composite for High-Performance Supercapacitor". **Journal of Power Sources**, Volume 426, pp. 111-115.

LAMPIRAN

1. XRD Silika Mesopori



2. FTIR Silika Mesopori



(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada pembuatan laporan tugas akhir ini penulis mendapatkan banyak bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimaksih kepada

1. Ibu Hariyati Purwaningsih S.Si., M.Si. dan Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. serta Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir atas bimbingannya selama pelaksanaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir.
2. Bapak Sigit Triwicaksono S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS.
3. Orang tua dan keluarga besar yang selalu mendoakan, memberi semangat, motivasi, dan dukungan.
4. MT18 yang telah menemani perjalanan kuliah dari jaman maba hingga saat ini. Angkatan **TOTALITAS, INTEGRITAS, BERKARAKTER.**
5. Partner TA triska yang selalu membantu saya dalam mengerjakan TA terutama dibagian format laporan dan tata bahasa, sebelum di asistensi. Sisanya beban hehe. Canda deng.
6. Sobat kons gurun yang menjadi tempat penghilang stres dikala pengerjaan TA, yang selalu membagikan canda tawa dan gibahnya.
7. Teman – teman lab kimia material yang menjadi tempat berdiskusi meskipun pada akhirnya tidak ada inti diskusi sama sekali malah jadinya main kartu
8. Kawan SMA saya jayong yang selalu jadi tempat nginap saya tiap sabtu dan minggu untuk bermain FIFA.
9. Teman – teman teknik pertambangan unsyiah 2015 yang pernah berjuang bersama yang juga selalu menemani saya ketika liburan semester.
10. Pihak – pihak lainnya yang belum bisa disebutkan satu satu karena saya lupa siapa lagi yang berkontribusi dalam pengerjaan TA ini.

(*Halaman ini sengaja dikosongkan*)

BIODATA PENULIS

Penulis bernama lengkap Muhammad Dayyan Naharevy. Lahir dari pasangan Elvyda dan Eviana Tarmizi di Bogor pada tanggal 28 Agustus 1997. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di Sekolah Dasar Yayasan Pendidikan Mayang Mangurai Jambi, Sekolah Menengah Pertama Yayasan Pendidikan Mayang Mangurai Jambi, Madrasah Aliyah Negeri Insan Cendekia Jambi. Penulis sempat melanjutkan pendidikan di Teknik Pertambangan Unsyiah Aceh pada tahun 2015 kemudian pindah kuliah di jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS pada tahun 2016 melalui jalur SBMPTN. Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi staff Kaderisasi LDJ Ash-Haabulkahfi 2017/2018, Staff Departemen Sosial Masyarakat Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS 2017/2018, dan Kepala Departemen Internal INDOCOR ITS Student Chapter 2017/2018. Penulis juga merupakan Fungsionaris Departemen Sosial Masyarakat Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS 2018/2019 dan Sekertaris Jendral Ash-Haabulkahfi 2018/2019. Selain itu, penulis juga pernah menjadi Asisten Laboratorium Kimia Material Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun 2017-2019. Penulis melaksanakan Kerja Praktik di PT. Dirgantara Indonesia (Persero) selama kurang lebih dua bulan. Penulis mengakhiri studi S1-nya dengan mengambil bidang Material Inovatif khususnya material terbarukan yaitu silika *nanotube* yang berbahan dasar sekam padi. Penulis dapat dihubungi melalui alamat *e-mail* dan nomor telepon: dayyannaharevy@gmail.com dan 085295293653.