

Pengaruh Penambahan Silika (SiO₂) Sekam Padi Terhadap Karakteristik Mikrostruktur dan Struktur Aspal dengan Perbandingan Massa 1:0 ; 1:1,5 ; 1:1,6 dan 1:1,7

Letia Oktri Diana^{(1)*}, Simon Sembiring⁽¹⁾, dan Rudy T.M Situmeang⁽²⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Unila, Bandar Lampung 35145.

⁽²⁾Jurusan Kimia FMIPA Unila, Bandar Lampung 35145.

*E-mail: letiaoktrid@gmail.com

Diterima (25 Oktober 2018) Direvisi (15 Nopember 2018)

Abstarct. *Synthesis and characterization of silica rice husk blend asphalt was carried out with a mass ratio of 1:0; 1:1,5; 1:1,6 and 1:1,7 respectively. Rice husk was prepared by sol-gel method as a raw material of silica. Asphalt and silica is mixed by using the solid-sate method, which is heated with a temperature of 110 °C for 4 hours. This study was revealed to investigate the effect of the addition of silica from rice husk on microstructure and asphalt structure. SEM results show the morphology of the asphalt surface without addition of silica which transforms elongated folds and after addition of silica shows uncertain granules more likely seems clusters with grain size (1:1,5 = 4,298 μm, 1:1,6 = 3,103 μm and 1:1,7 = 5,328 μm) respectively. The XRD results show asphaltene amorphous phase in the asphalt sample with two peaks at 2θ = 18,90° and 2θ = 42°. Furthermore, the addition of silica with asphalt able to modify two asphaltene peaks into carbon and silica amorphous peaks.*

Keywords: *Asphalt, silica, rice husk, asphaltene, sol gel.*

Abstrak. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi aspal campuran silika sekam padi dengan perbandingan massa 1:0; 1:1,5; 1:1,6 dan 1:1,7. Sekam padi telah dipreparasi melalui metode *sol gel* sebagai sumber silika. Kemudian, pencampuran aspal dan silika menggunakan metode padatan, yang dioven dengan suhu 110 °C selama 4 jam. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh penambahan silika yang berasal dari sekam padi terhadap mikrostruktur dan struktur aspal. Hasil SEM memperlihatkan morfologi permukaan aspal yang tanpa penambahan silika berbentuk lekukan seperti lipatan memanjang dan setelah penambahan silika menunjukkan butiran yang tidak menentu seperti *cluster* dengan ukuran butir (1:1,5 = 4,298 μm, 1:1,6 = 3,103 μm dan 1:1,7 = 5,328 μm). Kemudian, hasil XRD diperoleh fasa yang terbentuk adalah fasa amorf *asphaltene* pada sampel aspal dengan dua puncak pada 2θ = 18,90° dan 2θ = 42°. Selanjutnya, penambahan silika pada aspal mengubah dua puncak *asphaltene* menjadi puncak amorf karbon dan amorf silika

Kata kunci: Aspal, Silika, Sekam Padi, *Asphaltene*, *sol gel*.

PENDAHULUAN

Aspal merupakan senyawa hidrokarbon berwarna coklat gelap atau hitam pekat yang terdiri dari karbon 82-88%, hidrogen 8-11%, belerang 0-6%, oksigen 0-1,5%, dan nitrogen 0-1% [1]. Aspal memiliki sifat thermoplastis, sehingga aspal akan mencair

jika dipanaskan sampai pada temperatur tertentu dan kembali membeku jika temperature turun [2]. Sifat termoplastis dari aspal ini dapat menyebabkan retakan. Oleh karna itu, beberapa bahan telah digunakan untuk memperbaiki karakteristik, membantu menahan efek suhu dan efek beban aspal. Beberapa bahan

polimer yang telah digunakan untuk memodifikasi dan memperbaiki karakteristik aspal seperti, serat limbah dan limbah plastik [3]. Selain itu, bahan komposit juga dapat digunakan untuk memperbaiki karakteristik aspal. Bahan komposit dapat ditambahkan ke dalam aspal adalah silika [4]. Silika merupakan polimer dari asam silikat yang terdiri dari unit SiO_4 yang saling terkait secara tetrahedral dengan rumusan umum SiO_2 . Silika yang digunakan dalam aplikasi kimia disintesis dari larutan atau reagen silikat lain seperti silika komirsil, dan *fume silica*. Silika juga dapat disintesis dari bahan baku limbah organik seperti ampas tebu dan sekam padi [5].

Silika sekam padi dapat diperoleh dengan beberapa metode seperti metode *sol gel*, metode pengendapan atau presipitasi, metode hidrotermal, metode termo-kimia, metode gelombang mikro dan metode *leaching*. Salah satu metode tersebut dengan kemurnian terbaik adalah metode *sol gel*, metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis silika karena metode *sol gel* menggunakan biaya yang relatif murah, teknik yang sederhana, dapat homogenitas ukuran yang tinggi, distribusi ukuran yang merata, dan kemurnian yang tinggi [6].

Berdasarkan uraian di atas, penulis melakukan penelitian mengenai preparasi dan karakterisasi bahan komposit campuran aspal dan silika dari sekam padi untuk aplikasi atap. Karakterisasi yang digunakan yakni, *Scanning Electron Microscopy* dan *Energi Dispersive Spectroscopy* (SEM/EDS) untuk mengetahui mikrostruktur aspal terhadap pengaruh penambahan silika dan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui strukturnya.

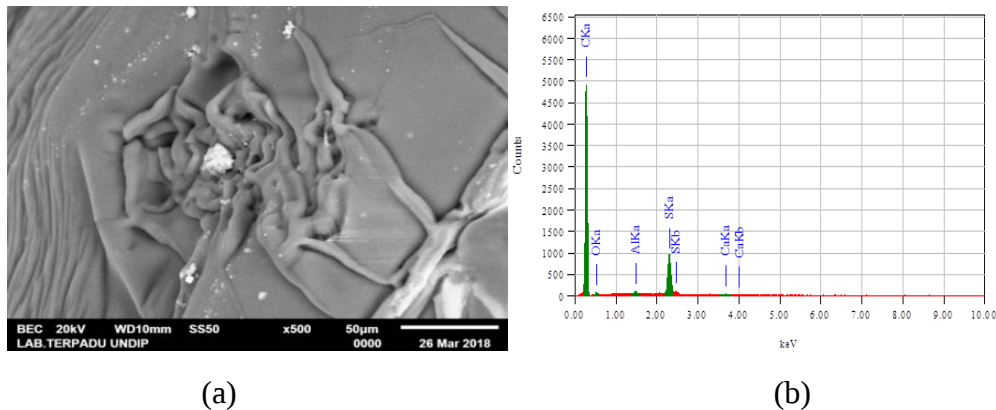
METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aspal, sekam padi, NaOH, HNO_3 dan akuades. Penelitian ini

menggunakan 2 tahap dengan 2 metode (*sol-gel* dan reaksi padatan). Tahap pertama dimulai dengan mengekstraksi silika dari sekam padi untuk mendapatkan bubuk silika sebagai bahan baku campuran komposit aspal silika. Preparasi sekam padi terlebih dahulu dilakukan sebelum di ekstraksi dengan membersihkan sekam padi. Selanjutnya, sekam padi diekstraksi untuk mendapatkan silika dengan menggunakan metode *sol gel*. Langkah-langkah ekstraksi silika dari sekam padi, yaitu sekam yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 50 gram, dimasukkan kedalam *beaker glass* yang berisi NaOH 1,5 % sebanyak 500 ml. Kemudian, dipanaskan dengan kompor listrik 600 Watt selama 30 menit sambil terus diaduk.

Setelah uap menghilang, ditutup dengan aluminium foil dan didiamkan kurang lebih 24 jam, proses ini disebut *aging* (penuaan). Selanjutnya, ampas sekam padi dipisahkan dari ekstrak sekam padi untuk memperoleh *sol* silika (filtrat silika terlarut) kemudian saring filtrat dengan kertas saring dan teteskan larutan HNO_3 10 % ke dalam larutan *sol* silika setetes demi setetes untuk memperoleh *gel* silika, dengan menggunakan *magnetic stirrer* agar homogen. *Gel* yang telah terbentuk didiamkan 24 jam agar terjadi proses *aging* (penuaan). Setelah didapatkan *gel* berwarna coklat kehitaman, kemudian cuci *gel* dengan air hangat hingga *gel* menjadi putih. Selanjutnya keringkan silika *gel* dengan oven pada suhu 110°C selama 8 jam hingga diperoleh silika padatan, lalu digerus hingga halus dan diayak menggunakan 150 mesh agar ukuran partikelnya homogen.

Selanjutnya, tahap kedua sintesis bahan komposit aspal silika dengan metode *solid state reaction* (reaksi padatan) prosesnya yakni, campur kedua bahan dengan perbandingan massa aspal dan silika (SiO_2) berturut-turut adalah 1:0; 1:1,5; 1:1,6 dan 1:1,7. Larutkan aspal dengan larutan bensin 20 ml, kemudian campurkan silika dalam



(a) (b)
Gambar 1. (a) Morfologi Aspal (b) Spektrum EDS

larutan yang telah dipanaskan dan diaduk hingga tercampur hingga larutan bensin menguap, didapatkan serbuk aspal silika. Lalu menguapkan bensin menggunakan oven selama 4 jam pada suhu 100 °C. Selanjutnya, sampel dikarakterisasi dengan SEM/EDS untuk mengetahui mikrostruktur serta komposisi dan XRD untuk mengetahui struktur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Karakterisasi (SEM/EDS)

Karakterisasi SEM/EDS dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur aspal dan komposisi unsur atau elemen yang terkandung pada aspal, hasil analisis SEM/EDS aspal ditunjukkan pada **Gambar 1**.

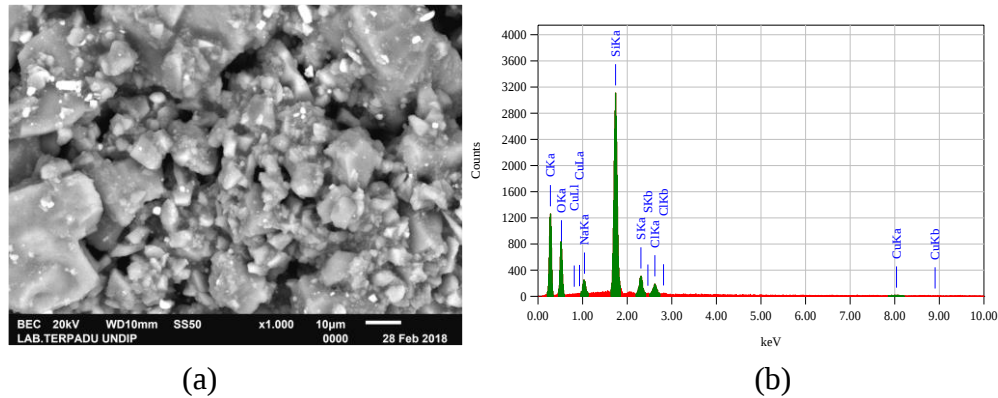
Gambar 1(a) menunjukkan morfologi sampel aspal berbentuk lekukan seperti lipatan-lipatan memanjang dengan ukuran berbeda-beda yang mengindikasikan sampel tidak homogen. Selain itu, mikrostruktur sampel menunjukkan adanya warna gelap dan terang, yang mengindikasikan bahwa permukaan sampel terdiri dari beberapa unsur. Menurut [7],

warna gelap dan terang pada mikrostruktur dipengaruhi oleh nomor atom unsur penyusunnya. Warna terang menunjukkan unsur dengan nomor atom lebih besar dan warna gelap menunjukkan nomor atom yang lebih kecil. Pada mikrostruktur sampel aspal hanya sedikit ditemukan warna terang.

Unsur yang terkandung pada aspal dapat diketahui dengan analisis EDS. Hasil analisis EDS disajikan pada **Gambar 1(b)** menunjukkan bahwa terdapat puncak spektrum unsur karbon (C) dengan puncak tertinggi, hasil ini yang menyebabkan mikrostruktur pada aspal lebih banyak berwarna gelap. Kandungan aspal yang lainnya terdiri dari sulfur (S), oksigen (O), aluminium (Al) dan kalsium (Ca). Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Shell (2003) dimana aspal merupakan senyawa hidrokarbon yang didominasi oleh unsur karbon.

Aspal dengan Penambahan Silika

Karakterisasi SEM/EDS selanjutnya pada sampel aspal dengan penambahan silika, hasil karakterisasi SEM/EDS sampel aspal silika 1:1,5 ditunjukkan pada **Gambar 2**.

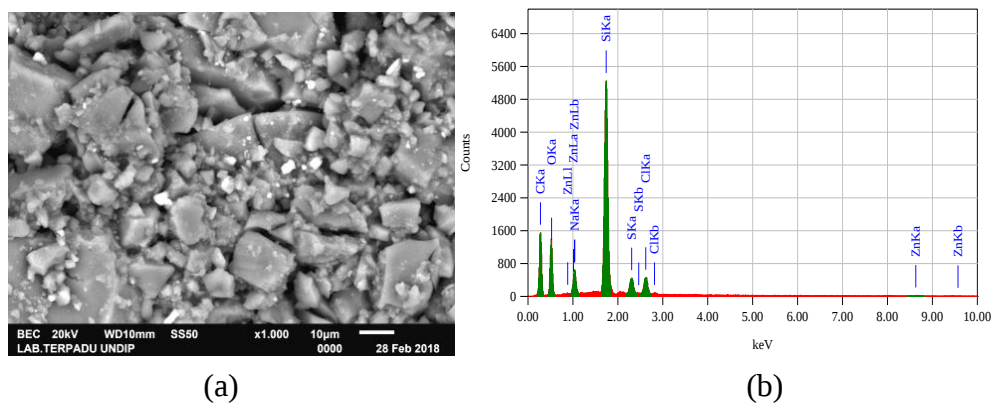


Gambar 2. (a) Morfologi Aspal Silika 1:1,5 (b) Spektrum EDS

Gambar 2(a) terlihat mikrostruktur permukaan sampel 1:1,5 berbentuk *cluster* (gumpalan) atau *agglomerations* [8] dengan ukuran butir berbeda-beda, sedikit pori dan tersebar tidak merata pada permukaan. Perubahan mikrostruktur permukaan dari bentuk lekukan seperti lipatan-lipatan menjadi butiran gumpalan disebabkan karena silika bereaksi dengan aspal, sehingga silika tersebar pada permukaan aspal [9]. Dimana butiran gumpalan dengan ukuran partikel berkisar 0,510 μm – 15,404 μm dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 4,298 μm.

Gambar 2(b) merupakan spektrum EDS, terlihat adanya komposisi utama,

yaitu karbon (C), oksigen (O), silikon (Si) dan unsur lain sebagai komposisi minor. Kehadiran silika sekam padi kemungkinan terjadi struktur atau fase Si-O-Si, Si-O dan $\text{Si}(\text{OH})_4$ [9]. Kemudian, dari EDS karbon mengalami penurunan dengan penambahan silika sekam padi. Penurunan persentase karbon secara drastis dibandingkan sampel sebelumnya (**Gambar 1(b)**) yaitu dari 91,63% menjadi 68,86% (**Gambar 2(b)**). Dimana menurut [10], menurunnya kandungan karbon akibat berdifusinya ke dalam silika, dikarenakan ukuran molekul karbon lebih kecil dari ukuran molekul silika. Selanjutnya, analisis SEM/EDS sampel 1:1,6 ditunjukkan pada **Gambar 3**.



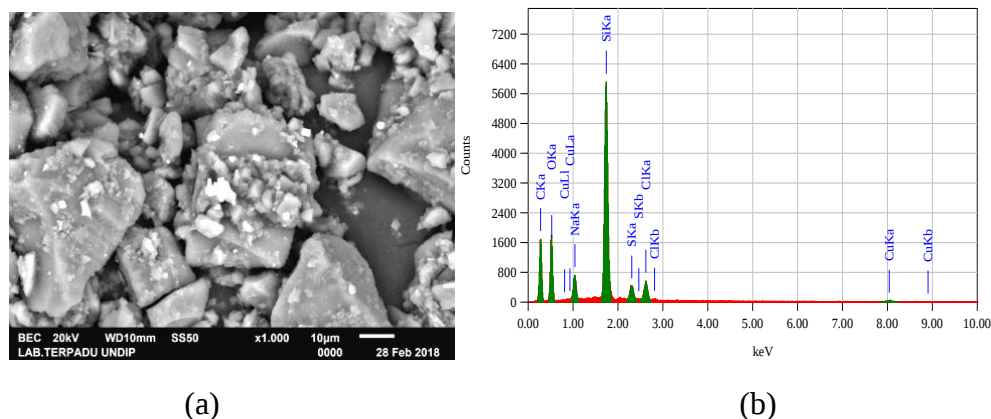
Gambar 3. (a) Morfologi Aspal Silika 1:1,6 (b) Spektrum EDS

Hasil analisis SEM **Gambar 3(a)** menunjukkan mikrostruktur permukaan berbentuk *cluster* dengan butiran berbeda-beda, ukuran partikel lebih kecil dari sampel 1:1,5, yaitu 0,694 μm – 17,784 μm dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 3,103 μm.

Selanjutnya, hasil analisis mikrostruktur (**Gambar 3(a)**) mengindikasikan bahwa permukaan aspal lebih banyak terlapis oleh silika dibandingkan sampel 1:1,5, dimana perbedaan warna terang dan gelap pada mikrostruktur, terlihat berkurang warna gelap

disebabkan karena penambahan silika. Hasil analisis EDS **Gambar 3(b)** menunjukkan kehadiran unsur dominan yakni karbon, oksigen dan silikon yang sama pada sampel sebelumnya (1:1,5). Penambahan silika mengakibatkan kandungan silikon bertambah dan karbon

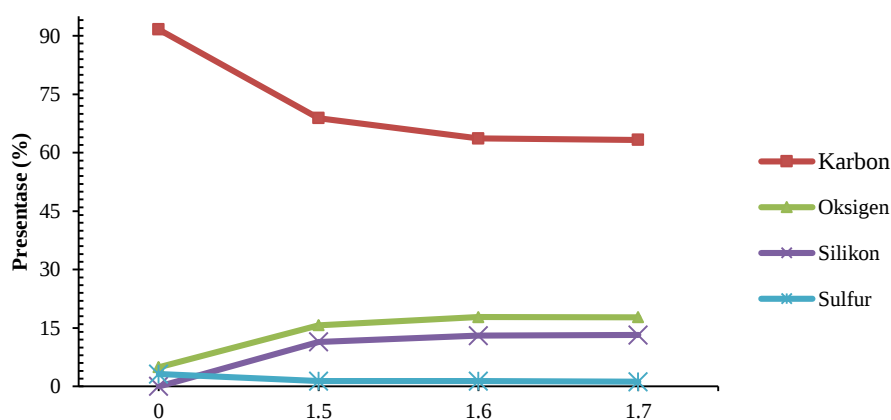
menurun. Hasil ini sesuai dari hasil SEM dimana penambahan silika mengakibatkan butiran silika lebih tersebar merata pada permukaan aspal. Selanjutnya hasil SEM/EDS sampel 1:1,7 ditunjukkan **Gambar 4**.



Gambar 4. (a) Morfologi Aspal Silika 1:1,5 (b) Spektrum EDS

Berdasarkan hasil analisis mikrostruktur sampel pada **Gambar 4(a)** menunjukkan permukaan yang sama dengan sampel sebelumnya (1:1,6) berbentuk *cluster* (gumpalan) dengan butiran berbeda-beda. Selain itu memiliki ukuran partikel sekitar $0,744\ \mu\text{m} - 31,904\ \mu\text{m}$ dengan rata-rata ukuran partikel $5,328\ \mu\text{m}$, dimana bentuk partikelnya lebih besar dari sampel 1:1,6. Berdasarkan analisis EDS pada **Gambar 4(b)**, adanya puncak-puncak unsur dominan yang sama seperti pada sampel 1:1,6 yaitu karbon, oksigen, silikon dan sulfur.

Berdasarkan penambahan silika yang bertambah pada sampel aspal mengakibatkan persentase kandungan unsur silikon naik dan karbon semakin menurun, hasil ini sesuai dengan hasil SEM dimana perbedaan warna terang dan gelap pada permukaan sampel ini memperlihatkan warna terang lebih terlihat dominan, diketahui bahwa karbon (6) memiliki nomor atom lebih kecil dari silikon (14). Selanjutnya dilakukan perbandingan kandungan unsur pada masing-masing sampel ditunjukkan pada **Gambar 5**.

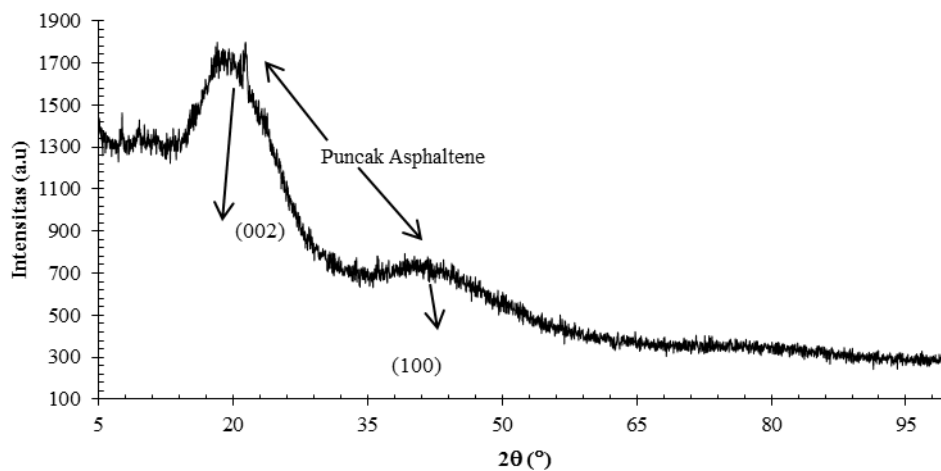


Gambar 5. Perbandingan Kandungan Unsur Pada Sampel

Perbandingan kandungan unsur dari hasil EDS sampel aspal dengan penambahan silika memperlihatkan menurunnya persentase unsur karbon dan sulfur serta naiknya unsur oksigen dan silikon. Turunnya persentase karbon dan sulfur diakibatkan aspal berreaksi terhadap silika tetapi karbon masih mendominasi sampel.

Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel. Pengujian dilakukan pada 4 buah sampel komposit aspal silika dengan perbandingan massa 1:0; 1:1,5; 1:1,6 dan 1:1,7. Hasil XRD sampel aspal dan penambahan silika dapat dilihat pada **Gambar 6 dan 7**.

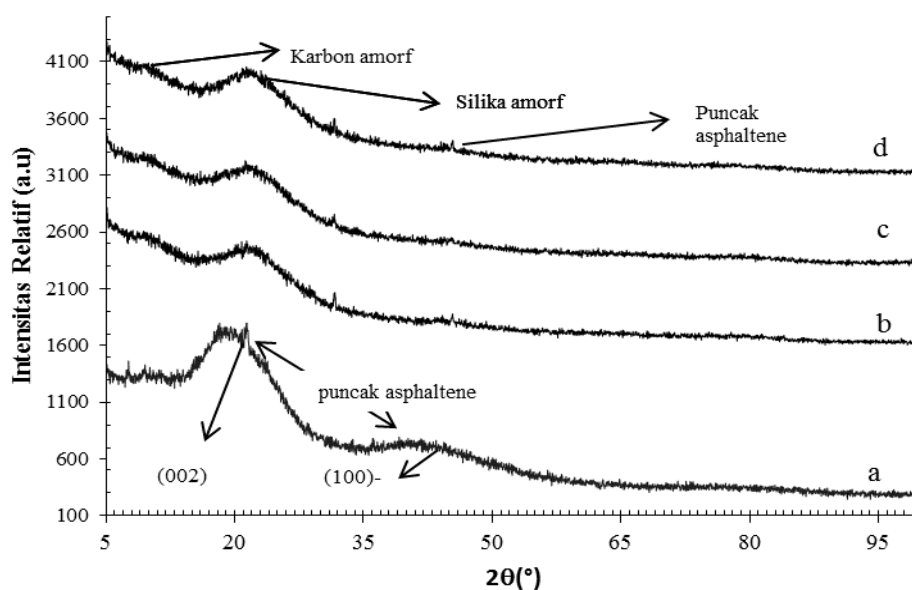


Gambar 6. Spektrum XRD Sampel aspal

Gambar 6 spektrum XRD sampel aspal, menunjukkan sampel dalam fasa amorf. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan [11] menyatakan bahwa aspal murni memiliki fasa amorf. **Gambar 6** terlihat kehadiran dua puncak *asphaltene*, salah satunya pada $2\theta = 18,90^\circ$ [12] dengan rentang 2θ (antara $14,33^\circ - 31,48^\circ$) merupakan representasi dari pola karbon aktif [13] dikarenakan adanya rantai alifatik atau cincin jenuh kental.

Selanjutnya, satu puncak *asphaltene* lain pada $2\theta = 22,44^\circ$ yang

mengindikasikan karbon (PDF-411487), kandungan tersebut merupakan puncak *graphene* atau (002) [14] yang dibentuk oleh molekul aromatik struktur aspal. Menurut [15] aromatik merupakan rantai karbon bersifat non-polar. Kemudian, terdapat bukit dengan puncak $2\theta = 42^\circ$ diantara $35,40^\circ - 60,97^\circ$ hasil ini serupa seperti yang telah dilakukan [16]. Dimana puncak pita lemah atau (100) yang disebabkan pengaruh tetangga terdekat dalam struktur cincin.



Gambar 7. Spektrum XRD (a) aspal (b) 1:1,5 (c) 1:1,6 (d) 1:1,7

Gambar 7(a) merupakan hasil XRD aspal yang sudah dibahas pada **Gambar 6**. Selanjutnya, spektrum XRD **Gambar 7(b)** menunjukkan bahwa sampel 1:1,5 memiliki fasa amorf dimana terdapat dua puncak pada rentang $2\theta = 8^\circ - 12^\circ$ dan $2\theta = 16^\circ - 25^\circ$. Pada sampel 1:1,5 menunjukkan puncak yang berbeda dengan sampel aspal. **Gambar 7(a)** terbentuk dua puncak *asphaltene* dimana setelah penambahan silika, *asphaltene* mengalami degradasi terlihat menurunnya puncak *asphaltene* pada $2\theta = 42^\circ - 47^\circ$ serta membentuk struktur amorf yakni amorf karbon pada $2\theta = 10,026^\circ$ dan terbentuk fasa amorf silika pada $2\theta = 21,6^\circ$ (PDF-27 1615) (Simanjuntak, *et al.*, 2012).

Gambar 7(c) menunjukkan sampel memiliki fasa amorf dimana terdapat dua puncak yang sama dengan sampel sebelumnya. Pada sampel ini masih terlihat puncak *asphaltene* pada rentang $2\theta = 42^\circ - 46^\circ$ tetapi dengan intensitas yang menurun. Selanjutnya, terlihat lekukan atau bukit fasa amorf karbon antara rentang $2\theta = 8,747^\circ - 12,211^\circ$ dengan puncak $10,2911^\circ$ dan terbentuknya bukit fasa amorf silika pada rentang $2\theta = 16,295^\circ - 26,939^\circ$ dengan puncak $21,9651^\circ$. **Gambar 7(d)** sampel

menunjukkan berfasa amorf, dengan bentuk lekukan atau bukit sama dengan sampel sebelumnya (**Gambar 7b dan c**), yaitu bukit atau lekukan *asphaltene* yang berkurang dari sampel sebelumnya (b dan c) menjadi rentang 2θ antara $44^\circ - 46^\circ$, fasa amorf karbon (antara $8,316^\circ - 12,881^\circ$) dengan puncak $10,395^\circ$ dan fasa amorf silika (antara $2\theta = 16,295^\circ - 26,939^\circ$) dengan puncak $22,1991^\circ$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat ditarik kesimpulan bahwa dengan penambahan silika 1,5; 1,6 dan 1,7 dapat mengubah mikrostruktur aspal dari berbentuk lekukan menjadi *cluster* dengan butiran dan ukuran partikel masing-masing $4,298 \mu\text{m}$; $3,103 \mu\text{m}$; dan $5,328 \mu\text{m}$. Kemudian, semakin tinggi penambahan silika pada sampel aspal maka, persentase kadar karbon (C), sulfur (S) menurun dan naiknya persentase silikon (Si), oksigen (O) dan natrium (Na) pada sampel. Serta berdasarkan hasil XRD penambahan silika menyebabkan perubahan struktur dua

puncak *asphaltene* yang menyebabkan hadirnya puncak amorf karbon dan amorf silika, dimana amorf silika menutupi salah satu puncak *asphaltene* dan bergesernya salah satu

puncak *asphaltene* lainnya dari $2\theta = 42^\circ$ menjadi $2\theta = 45^\circ$.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Read and D. Whiteoak, *The Shell bitumen handbook*. 2003.
- [2] S. Sukirman, "Perkerasan Lentur Jalan Raya," *Nova*, 1999.
- [3] H. K. Lindberg *et al.*, "Genotoxic effects of fumes from asphalt modified with waste plastic and tall oil pitch," *Mutat. Res. - Genet. Toxicol. Environ. Mutagen.*, 2008.
- [4] C. Ouyang, S. Wang, and Y. Zhang, "Density Polyethylene/Silica Compound Modified Asphalts with High Temperature Storage Stability," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 101, pp. 472–479, 2005.
- [5] S. Chandrasekhar, P. N. Pramada, P. Raghavan, K. G. Satyanarayana, and T. N. Gupta, "Microsilica from rice husk as a possible substitute for condensed silica fume for high performance concrete," *J. Mater. Sci. Lett.*, 2002.
- [6] I. A. Rahman and V. Padavettan, "Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites a review," *Journal of Nanomaterials*. 2012.
- [7] W. Masrukan and Aditoiyanto, "No Title," in *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Newton dan Sinar-X*, 1999, pp. 79–82.
- [8] X. Shi, L. Cai, W. Xu, J. Fan, and X. Wang, "Effects of nano-silica and rock asphalt on rheological properties of modified bitumen," *Constr. Build. Mater.*, 2018.
- [9] H. Yao *et al.*, "Properties and Chemical Bonding of Asphalt and Asphalt Mixtures Modified with Nanosilica," *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 6, no. 1, pp. 1–45, 2012.
- [10] S. W., S. Sembiring, and S. K., "Effect of Pyrolysis Temperatures on Composition and Electrical Conductivity of Carbosil Prepared From Rice Husk," *Indones. J. Chem.*, vol. 12, no. 2, pp. 119–125, 2012.
- [11] Z. You *et al.*, "Nanoclay-modified asphalt materials: Preparation and characterization," *Constr. Build. Mater.*, 2011.
- [12] M. D. Nazzal, S. Kaya, T. Gunay, and P. Ahmedzade, "Fundamental Characterization of Asphalt Clay Nanocomposites," *J. Nanomechanics Micromechanics*, 2012.
- [13] M. S. Cortizo, D. O. Larsen, H. Bianchetto, and J. L. Alessandrini, "Effect of the thermal degradation of SBS copolymers during the ageing of modified asphalts," *Polym. Degrad. Stab.*, 2004.
- [14] N. Nciri, J. Kim, N. Kim, and N. Cho, "An in-depth investigation into the physicochemical, thermal, microstructural, and rheological properties of petroleum and natural asphalts," *Materials (Basel)*, 2016.
- [15] R. Permana and Imam, "Studi Sifat-

Sifat Reologi Aspal yang
Dimodifikasi Limbah Tas Plastik,” in
Simposium XII FSTPT, 2009, pp. 26–
37.
[16] H. Ezzat, S. El-Badawy, A. Gabr, E.

S. I. Zaki, and T. Breakah,
“Evaluation of Asphalt Binders
Modified with Nanoclay and
Nanosilica,” in *Procedia
Engineering*, 2016.

