

LAPORAN PENELITIAN

“PEMBUATAN NANOASPAL EMULSI SECARA INSITU DARI BATUAN ASBUTON DENGAN TEKNOLOGI MIKROEMULSI”

RINY YOLANDHA PARAPAT



**INSTITUT TEKNOLOGI NASIONAL
BANDUNG - 2019**

USULAN PATEN

Deskripsi

PEMBUATAN NANOASPAL EMULSI DARI ASBUTON

Riny Yolandha Parapat / Jl.PHH. Mustopha 23 Bandung / rinyyolandha@yahoo.de / Indonesia

Imam Aschuri / Jl.PHH. Mustopha 23 Bandung / aschuri@itenas.ac.id / Indonesia

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan nanoaspal emulsi sebagai bahan pencampur untuk pembuatan jalan beraspal dan metoda pembuatannya.

Latar Belakang Invensi

Aspal merupakan bahan pengikat dalam suatu konstruksi jalan meskipun proporsinya hanya 4 – 10% dari berat total campuran. Aspal yang diperoleh dari minyak bumi atau disebut sebagai aspal minyak, tidak dapat memenuhi kebutuhan aspal yang terus meningkat. Khususnya di Indonesia, pemerintah pada tahun-tahun terakhir ini sedang meningkatkan pembangunan infrastruktur jalan untuk membangun konektivitas sesuai program nawacita sehingga kebutuhan aspal mencapai 1,3 juta ton per tahun. Di lain pihak, Pertamina sebagai penyuplai aspal minyak baru bisa penuhi 30% kebutuhan aspal di dalam negeri (Dunia Energi, 2018). Bahkan menurut perkiraan dari Binamarga, kemungkinan pada tahun 2025 mendatang Pertamina tidak akan lagi memproduksi aspal minyak.

Salah satu cara untuk mengatasi hal ini adalah memanfaatkan aspal alam seperti aspal dari batuan yang terdapat di pulau Buton, atau dikenal dengan nama Asbuton. Deposit aspal di Pulau Buton sangat besar, mencapai 650 juta ton yang adalah kandungan aspal alam terbesar di dunia. Tidak hanya itu, kadar aspal dalam Asbuton yang berkisar antara 10 – 40% merupakan kadar aspal yang cukup besar dibandingkan dengan kadar aspal alam negara-negara lain seperti Amerika sebesar 12 – 15% dan Prancis sebesar 6 – 10% (Wega, 2016). Ironisnya, walaupun potensi sumber daya alam begitu besarnya, namun Indonesia masih belum mampu mencukupi kebutuhan aspal dalam negeri. Rendahnya produksi aspal dari Asbuton disebabkan oleh teknologi pengolahan asbuton yang belum memadai.

Aspal yang terdapat di Pulau Buton memiliki sifat yang berbeda-beda tergantung pada daerah mana Asbuton tersebut diperoleh. Perbedaan tersebut dikarenakan proses

pembentukannya di alam yang heterogen dan bersifat tipikal untuk setiap daerah dan dipengaruhi oleh sifat dan karakteristik batuan/mineral disekelilingnya. Namun, pada umumnya mineral Asbuton terdiri dari batuan dasar batu kapur (*limestone*) yang berasal dari endapan binatang laut, sangat porous dan relatif ringan, sedangkan unsur yang mempengaruhi kekerasan butir mineral asbuton adalah Fe_2O_3 , Al_2O_3 , SiO_2 (Anon, 1931). Dari sudut pandang kualitatif, aspal terdiri dari dua kelas utama senyawa, yaitu *asphaltene* dan *maltene*. *Asphaltene* mengandung campuran kompleks hidrokarbon (5% – 25%) yang terdiri dari cincin aromatik, dan senyawa heteroaromatik yang mengandung belerang, amina, amida, senyawa oksigen (keton, fenol atau asam karboksilat), nikel dan vanadium. Di dalam *maltene* terdapat tiga komponen penyusun yaitu senyawa karbon *saturated* dan *resin*. (Nuryanto, 2008)

Bitumen yang terdapat pada Asbuton pada dasarnya tersusun oleh senyawa-senyawa kimia yang memiliki struktur dan komposisi yang berbeda sehingga menentukan sifat reologi dari bitumen. Senyawa organik kompleks bitumen dalam Asbuton terutama disusun oleh senyawa hidrokarbon dan atom-atom N, S dan O dalam jumlah yang kecil, juga beberapa logam seperti vanadium (V), nikel (Ni), besi (Fe), dan kalsium (Ca) dalam bentuk garam organik. *Asphaltenes* dan resin bersifat polar sehingga dapat membentuk miselar yang tersebar dalam senyawa aromatic dan parafin sampai terbentuk koloid. Oleh karena itu, secara fisik bitumen Asbuton merupakan cairan kental senyawa organik, berwarna hitam, lengket, larut dalam karbon disulfida, dimana senyawa penyusun utamanya adalah hidrokarbon aromatik polisiklik (*polycyclic aromatic hydrocarbons*) yang sangat kompak.

Asbuton dalam bentuk butiran umumnya digunakan sebagai sebagai salah satu komponen campuran aspal untuk meningkatkan karakteristik campuran. Ludfi Djakfar dkk. (2014) melaporkan metode pencampuran aspal dingin (*coldmix*) dengan oli bekas sebagai agen peremaja dan solar. Asbuton digunakan sebagai filler untuk mengisi rongga kosong dalam agregat perkerasan daur ulang. Hasil menunjukkan semakin banyak asbuton yang dicampurkan maka nilai stabilitas semakin meningkat. Arief Setiawan dkk. (2011) melaporkan bahwa penambahan sebanyak 8% Asbuton granular dapat meningkatkan stabilitas Marshall. Heriyanto dkk. (2015) juga menemukan hal yang sama yakni semakin besar persen penambahan asbuton butir semakin tinggi nilai stabilitasnya. Namun umumnya, nilai stabilitas yang dicapai tidak memenuhi standar Laston (Lapisan *Aspal* Beton) yaitu lapis permukaan struktural atau lapis pondasi atas, hanya dapat dijadikan alternatif pengganti Latasir (Lapisan Tipis Aspal Pasir).

Secara umum, Asbuton memiliki beberapa kelebihan dibanding aspal minyak, yaitu titik lembeknya lebih tinggi dan ketahanannya cukup tinggi terhadap panas sehingga membuatnya tidak mudah meleleh. Kelebihan tersebut terjadi karena Asbuton mengandung bahan aromatik

dan resin yang tinggi sehingga di dalam campuran. Selain itu, Asbuton mempunyai daya lekat dan kelenturan yang lebih tinggi. Dengan kelebihan-kelebihan tersebut, dapat disimpulkan bahwa Asbuton cocok digunakan untuk lokasi dengan temperatur tinggi dan untuk jalan raya berbeban berat (*heavy loaded highway*).

Karena kualitas aspal dalam batuan Asbuton lebih bagus dari aspal minyak, penelitian untuk mengekstrak aspal terus dilakukan. Beberapa peneliti telah berupaya untuk mengekstrak aspal dari Asbuton. Namun sejauh ini proses yang diterapkan masih tergolong mahal dan melibatkan bahan-bahan pelarut yang berbahaya. Moh. Sidiq dkk. (2013) melakukan ekstraksi bitumen dari mineral Asbuton dengan proses air panas (*hot water*) menggunakan bahan pelarut kerosin dan larutan surfaktan. Proses ekstraksi dilakukan selama 20 menit dengan suhu proses 90 °C dan kecepatan putar pengaduk 1500 rpm. Mereka menemukan (%) recovery bitumen tertinggi adalah 80,8% yakni pada penambahan kerosin 50% dan konsentrasi larutan surfaktan 35 %. Kurniadji (2014) menggunakan pelarut-pelarut yang relatif berbahaya seperti *Trichlor Ethylene* (TCE), Tetra Hidro Furan (THF), furfural dan toluen. Lisminto (1996) menggunakan asam kuat HCl untuk mengekstrak aspal dari Asbuton, sementara Nasikin dkk. (2013) menggunakan larutan asam karbonik sebagai bahan pengeksrak.

Asbuton masih memiliki beberapa kelemahan yaitu: kandungan bitumen dan kadar air dalam Asbuton yang tidak merata serta penetrasi bitumen yang kecil yakni < 1 mm (Tamrin, 2016). Melihat kondisi dan sifat Asbuton tersebut, maka perlu dilakukan proses ekstraksi yang maksimal namun ekonomis. Karena penetrasi bitumen yang kecil, pembuatan aspal emulsi dengan penambahan pelarut dalam jumlah yang relatif sedikit masih dapat diterima.

Pada invensi ini, produk yang dihasilkan adalah nanoaspal emulsi yakni aspal emulsi yang mengandung nanopartikel. Nanopartikel yang adalah material berukuran nano merupakan partikel dengan sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (*bulk*) (C. R. Vestal et al. 2004; Cao, Guozhong, 2004). Hal yang utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) adalah luas permukaannya yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain. Selain itu, ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh fisika kuantum (Abdullah M., et al, 2008). Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena fisika kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron sehingga dapat membawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berdampak pada beberapa sifat material seperti kekuatan mekanik, konduktivitas listrik,

perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, dan magnetisasi. Selain itu, perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom berdampak pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut menyebabkan sifat aspal yang mengandung nanopartikel menjadi unggul.

Terlepas dari fakta bahwa bahan bitumen seperti aspal terutama digunakan dalam skala besar, penelitian nanoaspal sendiri mempunyai prospek yang cukup besar untuk aplikasi perkerasan yang memperbaiki sifat mekanik dan fisik nano serta daya tahan kelompok bahan konstruksi. Beberapa peneliti telah mencoba membuat nanoaspal yakni dengan mencampur nanopartikel mineral atau oksidanya ke dalam aspal. Berdasarkan tinjauan literatur, nanopartikel tanah liat (nanoclay) banyak mengandung unsur-unsur kimia Si, Al, O, Fe, Ca, C, dan S adalah bahan utama yang bisa diaplikasikan pada konstruksi aspal (El-Shafie dkk., 2012). Ditemukan juga bahwa partikel nano karbon atau *Carbon Nanotube* (Santagata, 2012), dan nano silika (Yang, 2013) dapat memiliki efek yang signifikan terhadap sifat dan kinerja aspal. Secara umum nanoteknologi akan menghasilkan keuntungan ganda yaitu membuat produk dan proses yang ada dengan biaya lebih efektif, tahan lama dan efisien dibanding dengan produk dan proses pembuatan aspal minyak atau aspal hasil ekstraksi dari Asbuton.

Masalah-masalah yang sering dihadapi pada jalan beraspal konvensional adalah perubahan bentuk, kerentanan terhadap air, keretakan dan penuaan jalan. Untuk mengatasi kelemahan-kelemahan tersebut, penambahan nanomaterial ke dalam aspal minyak untuk meningkatkan kualitas aspal telah diajukan dalam beberapa Paten dari China, seperti penambahan bubuk nanosilika (CN101838468A), nano CeO-MgO (CN102775800B), *nano-organic montmorillonite* (CN107189456A), *nanoclay* (CN105862552A), nano kalsium karbonat (CN101481504A), dan nano komposit epoksi (CN1821325A). Paten mengenai penambahan nano titanium oksida ke dalam campuran aspal Asbuton juga telah diajukan (CN104817850A). Paten-paten yang disebut di atas menyatakan bahwa penambahan nanomaterial ke dalam campuran aspal memberikan beberapa manfaat sebagai berikut:

- a. Meningkatkan kompatibilitas dan stabilitas aspal
- b. Meningkatkan ketahanan terhadap penuaan akibat radiasi sinar UV
- c. Mengurangi kerentanan akibat kelembaban di bawah air
- d. Memperbaiki sifat campuran aspal pada suhu rendah
- e. Meningkatkan daya tahan perkerasan aspal
- f. Meningkatkan resistansi terhadap deformasi atau keretakan jalan
- g. Memberikan kemampuan aspal untuk memulihkan sendiri (*self healing*) dari keretakan

Secara umum, kelemahan dari metoda-metoda yang diajukan oleh paten-paten di atas adalah saat sebelum penambahan nanomaterial ke dalam aspal untuk membuat nanoaspal, material nano tersebut sangat mudah untuk menggumpal. Hal ini disebabkan bahwa nanomaterial memiliki energi permukaan yang kuat dan luas permukaan sehingga mudah sekali atom-atom di permukaannya mengikat atom partikel lain disekitarnya. Kelemahan yang lain adalah, seringkali nano material yang telah dimasukkan ke dalam aspal tidak tersebar merata di dalam campuran karena viskositas aspal yang tinggi. Selain itu, harga beli nano material masih relatif mahal, sehingga aplikasinya masih sulit untuk dilakukan.

Uraian singkat Invensi

Invensi ini merupakan salah satu upaya untuk mengatasi permasalahan yang disebut diatas juga untuk mengatasi kelemahan dari invensi/teknologi yang sudah ada sebelumnya. Invensi ini dapat diterapkan pada Asbuton yang berasal dari daerah Lawele dan Kabungka.

Dalam invensi ini, nanopartikel tidak perlu dibeli dengan harga yang mahal untuk ditambahkan ke dalam aspal, sebaliknya nanopartikel diproduksi langsung (*insitu*) dari proses dan tercampur langsung di dalam sistem. Dengan demikian kelemahan metoda penelitian yang sudah sebelumnya yakni penggumpalan nanopartikel di dalam aspal dan penyebaran nanopartikel yang tidak merata tidak akan terjadi dalam invensi ini. Hal tersebut dapat diwujudkan dengan cara menerapkan suatu alat *Sonifier Homogenizer* dan metode nanoemulsi. Alat tersebut memiliki multifungsi yakni mengecilkan ukuran partikel batuan asbuton sampai ke ukuran nano sehingga dapat mengikat aspal yang terdapat di dalam pori-pori asbuton yang sangat kecil (± 500 nm), sekaligus melepaskan aspal yang menempel kuat di padatan mineral dengan bantuan getaran gelombang ultrasonik yang dihasilkan. Selain itu pemakaian Sonifier juga menghasilkan pengadukan campuran yang sempurna. Dalam hal ini, campuran yang digunakan adalah butiran Asbuton (< 200 mikrometer), Terpentin sebagai pelarut, dan SPAN 60 sebagai surfaktan. Penambahan surfaktan yang juga berjumlah sedikit (2%) adalah untuk membantu pelepasan Aspal yang terikat dengan mineral. Gugus hidrofobik dari surfaktan akan mengikat aspal sehingga membantu menarik aspal dari mineral Asbuton. Sedangkan gugus hifrofilik dari surfaktan akan mengikat mineral Asbuton sehingga membantu memisahkan secara permanen aspal dari mineral agar tidak lengket kembali. Penambahan pelarut yang jumlahnya hanya sedikit (10%) dimaksudkan untuk membantu melarutkan aspal yang terlepas dari mineral. Kelebihan metoda ini adalah selain menghasilkan nanoaspal secara langsung, perolehan aspalnya sangat tinggi (> 99 %) karena ukuran batuan dihaluskan dengan Sonifier sampai hingga 100 nm sehingga aspal yang terdapat di dalam pori-pori dapat diikat.

Pemisahan antara produk nanoaspal emulsi dengan sisa butiran halus Asbuton dilakukan dengan cara memanaskan campuran dan mendinginkannya sampai terlihat dua lapisan. Lapisan atas merupakan nanoaspal emulsi yakni campuran antara aspal, nanopartikel, pelarut, dan surfaktan. Sedangkan lapisan bawah adalah butiran halus mineral Asbuton.

Tahap pencucian dilakukan satu kali dengan pelarut terpentin agar aspal sisa yang masih lengket di butiran mineral dapat lebih sempurna terekstrak. Butiran sisa setelah hasil pencucian kemudian dikeringkan pada temperatur 170 °C untuk diuji kadar aspal yang masih tersisa di butiran. Pada invensi ini, perolehan nanoaspal dapat mencapai 99,3 %.

Pengujian bahwa kandungan aspal yang tersisa pada butiran sisa sudah sangat sedikit ($< 0.07\%$) dilakukan dengan IR, SEM, TEM dan EDX. Untuk menganalisis jenis kristalinitas dari nanopartikel dalam nanoaspal dilakukan investigasi dengan XRD. Perhitungan perolehan (Yield) nanoaspal adalah dengan prinsip neraca massa yakni: berat aspal yang terkandung dalam nanoaspal (lapisan atas) dibagi dengan berat awal aspal dalam Asbuton (sebelum diproses).

Uraian Singkat Gambar

Langkah-langkah pembuatan nanoaspal dari batuan Asbuton disajikan pada gambar-gambar berikut ini:

Gambar 1 menyajikan tahap pembuatan nanoaspal emulsi dari butiran kasar Asbuton.

Gambar 2 menyajikan tahap sonikasi dengan menggunakan alat sonifier homogenizer

Gambar 3 menyajikan tahap pemisahan nanoaspal emulsi dalam *water bath*

Gambar 4 memperlihatkan tahap pencucian dengan pelarut sambil diaduk dengan pengaduk magnetik

Gambar 5 menunjukkan tahap pemisahan kedua setelah pencucian

Uraian Lengkap Invensi

Invensi ini merupakan suatu aplikasi dari nanoteknologi dengan menggunakan prinsip nanoemulsi. Nanoemulsi adalah campuran antara komponen hidrofilik, dalam hal ini adalah nanopartikel mineral Asbuton, dan komponen hidrofobik yaitu campuran dari aspal dan pelarut. Produk yang dihasilkan pada invensi ini adalah nanoemulsi sehingga dapat dikategorikan dalam aspal modifikasi. Produk ini disebut dengan nanoaspal emulsi yang merupakan campuran antara aspal, nanopartikel, pelarut, dan surfaktan. Dalam hal ini aspal dan nanopartikel diperoleh langsung dari batuan Asbuton.

Metoda pembuatan nanoaspal ini meliputi 4 tahap yakni tahap pengecilan ukuran batuan Asbuton, pembentukan nanoaspal, pemisahan dan pencucian. Pada tahap pengecilan ukuran, batuan asbuton digiling dan dihaluskan dengan menggunakan mortar hingga berukuran rata-rata 200 mikrometer. Partikel hasil gerusan kemudian disaring dengan saringan mesh 70 sehingga partikel yang masih kasar dapat dikumpulkan dan dikembalikan ke mortar untuk dihaluskan kembali. Butiran halus Asbuton yang berukuran < 200 mikrometer dikumpulkan dalam suatu wadah sampai jumlah beratnya sesuai kebutuhan. Untuk setiap percobaan, butiran Asbuton yang halus diambil sebanyak 100 g dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 200 ml.

Selanjutnya ke dalam gelas kimia 200 ml yang lain dimasukkan SPAN 60 (sebagai surfaktan) sebanyak 6,32 g dan Terpentin (sebagai pelarut) sebanyak 20 g. Terpentin dipilih sebagai pelarut yang digunakan karena terpentin memiliki 2 komponen aromatik yang dominan yaitu α dan β pinene dengan komposisi mencapai 80%. Variasi pelarut yang lain yang dapat digunakan adalah solar atau kerosin.

Asbuton halus (< 200 mikrometer) 100 g dimasukkan pelan-pelan ke dalam gelas kimia yang berisi campuran surfaktan dan pelarut sambil diaduk dengan spatula secara perlahan-lahan sampai terlihat bahwa seluruh adonan campuran sudah menyatu dengan baik. Campuran tersebut kemudian ditutup dan akan diproses selanjutnya dengan sonikasi.

Sonifier Homogenizer kemudian disiapkan beserta probe sonotrodenya. Probe sonotrode yang terbuat dari paduan logam titanium dipasang di sonifier. Campuran Asbuton halus, pelarut dan surfaktan yang di dalam gelas kimia diletakkan di bawah probe, namun probe tidak boleh menyentuh dasar gelas kimia agar gelas kimia tidak pecah karena gelombang frekuensi yang sangat tinggi dari sonifier. Sonikasi umumnya menghasilkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 20 kHz (20000 siklus gelombang per detik) atau lebih tinggi lagi. Persen amplitudo gelombang sonifier diatur di angka 70%. Waktu sonikasi diatur selama 15 menit dengan jeda 30 detik setiap 2 menit sonikasi. Jeda antar proses sonikasi bertujuan agar

sonifier tidak mengalami pemanasan yang berlebih (*overheating*). Energi dari gelombang suara menyebabkan gesekan dalam larutan campuran sehingga menimbulkan panas.

Gelas kimia berisi campuran yang akan disonikasi diletakkan di dalam wadah yang berisi air (Gambar 2) sehingga pada saat proses sonikasi dilakukan, campuran nanoaspal emulsi tidak terlalu panas karena air dapat menyerap panas dari campuran. Setelah proses sonikasi selesai, gelas kimia yang berisi campuran kemudian diletakkan di dalam *waterbath* untuk dipanaskan dan dijaga suhu tetap 70 °C selama 30 menit agar terbentuk 2 lapisan yang stabil. Lapisan atas merupakan nanoaspal emulsi yang tersusun dari aspal hasil ekstraksi, nanopartikel mineral, pelarut, dan surfaktan. Lapisan atas kemudian dipisahkan sedangkan lapisan bawah yang merupakan butiran halus residu dengan sisa aspal yang masih menempel di permukaannya. Pemisahan dilakukan dengan cara menuangkan lapisan atas ke dalam suatu wadah sampel dan dijaga agar padatan residu sisa tidak ikut terambil.

Untuk mendapatkan yield yang maksimum, dilakukan proses pencucian lapisan bawah yaitu dengan menambahkan pelarut terpentine sebanyak 10 gram sambil diaduk selama 5 menit dengan pengaduk magnetik (Gambar 4). Selanjutnya campuran disentrifugasi selama 15 menit dan didiamkan hingga terbentuk dua lapisan lagi (Gambar 5). Lapisan atas hasil pencucian kemudian dipisahkan dan digunakan sebagai produk samping yakni aspal modifikasi. Pemisahan juga dilakukan dengan cara menuangkan lapisan atas ke dalam suatu wadah sampel dan dijaga agar padatan residu sisa tidak ikut terambil.

Langkah selanjutnya adalah menghitung perolehan (Yield) nanoaspal. Perhitungan perolehan (*Yield*) nanoaspal adalah dengan prinsip neraca massa yakni: berat aspal yang terkandung dalam nanoaspal emulsi (lapisan atas) dibagi dengan berat awal aspal dalam Asbuton (sebelum diproses). Untuk mengetahui berat awal aspal dari batuan Asbuton secara eksak, satu percobaan yang khusus dilakukan tersendiri dengan tahap yang sama seperti di atas (Gambar 3). Perbedaannya adalah, butiran halus sisa dicuci sampai bersih dengan pelarut kemudian dikeringkan pada temperatur 170 °C selama 3 jam. Residu terus dicuci sampai berat kering mineralnya sudah tetap, yang artinya adalah tidak ada lagi aspal dalam butiran sisa. Larutan total hasil pencucian (M) ditampung dan ditimbang. Banyaknya aspal yang diikat dihitung dengan menggunakan prinsip neraca massa. Berat aspal yang ada pada butiran sisa (lapisan bawah) adalah berat larutan M – berat total pelarut yang digunakan untuk mencuci.

Pengujian kualitatif bahwa kandungan aspal yang tersisa pada butiran sisa (residu) sudah sangat sedikit dilakukan dengan *Infra Red Spectrofotometer* (IR), sedangkan pengujian kuantitatif dilakukan dengan analisis *Energy Dispersive X-Ray* (EDX). Hasil analisis dengan IR

membuktikan bahwa kadar aspal yang direpresentasikan dengan puncak spektra disekitar 3000 cm^{-1} yang ada pada butiran Asbuton sebelum diproses menjadi sangat kecil setelah diproses. Hasil analisis dengan EDX menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun nanopartikel di dalam nanoaspal emulsi sangat mirip dengan unsur-unsur dalam nanopartikel tanah liat (*nanoclay*) yang sudah dilakukan peneliti lain. Banyaknya kandungan aspal yang tersisa dalam residu dapat direpresentasikan dengan besarnya persentase unsur C (unsur utama penyusun aspal) dalam sampel.

Analisis menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) dilakukan untuk membuktikan keberadaan nanopartikel di dalam aspal. Sampel untuk pengujian dengan TEM dilakukan dengan mengambil sekitar 0,5 ml nanoaspal emulsi kemudian dicuci dengan terpentin dan disentrifugasi. Hal ini dilakukan sampai beberapa kali sampai padatan halus yang dicuci terlihat bersih. Padatan yang sudah bersih kemudian diambil dan ditaruh di atas *silica wafer* untuk diinvestigasi dengan TEM.

Struktur tiga dimensi dari nanopartikel mineral yang terdapat di dalam nanoaspal emulsi dan juga partikel halus sisa (residu di lapisan bawah) dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Untuk menganalisis jenis kristalinitas dari nanopartikel dalam nanoaspal dilakukan investigasi dengan XRD. Analisis menggunakan XRD menunjukkan berbagai jenis kristal dari nanopartikel di dalam nanoaspal emulsi. Langkah untuk menyiapkan sampel untuk pengujian dengan SEM dan XRD sama dengan langkah persiapan sampel untuk TEM, hanya untuk XRD, padatan yang disiapkan untuk sampel analisisnya harus lebih banyak.

Klaim

1. Suatu metoda pembuatan nanoaspal emulsi beserta langkah-langkahnya yang tertera pada Gambar 1. Langkah-langkah dalam metoda dalam pembuatan nanoaspal emulsi dalam invensi ini adalah:
 - a) Mengecilkan ukuran Asbuton dengan menggunakan mortar atau alat lain yang dapat menggerus Asbuton
 - b) Menyaring ukuran partikel dan mengumpulkannya dalam suatu bejana. Ukuran yang dapat digunakan adalah < 1000 mikron. Dalam hal ini ukuran yang terbaik adalah jika menggunakan ukuran butiran halus < 200 mikron.
 - c) Menyiapkan butiran halus Asbuton dari langkah (b) sebanyak 100 g
 - d) Memasukkan secara perlahan butiran dari langkah (c) ke dalam bejana berisi campuran surfaktan dan pelarut.

- e) Memproses campuran dengan sonifer untuk pembentukan nanoaspal emulsi. Waktu sonikasi diatur selama 15 menit dengan jeda 30 detik setiap 2 menit sonikasi.
Waktu sonikasi dapat dilakukan dalam rentang 10 menit – 2 jam. Jeda sonikasi dapat dilakukan dalam rentang 1 detik – 5 menit setiap 30 detik – 1 jam sonikasi.
Saat sonikasi, bejana yang berisi campuran diletakkan di dalam bejana yang berisi air.
 - f) Mengambil bejana dari rangkaian sonifier dan kemudian memanaskan campuran sampai 70 °C di dalam *waterbath* selama 30 menit.
Pemanasan dapat dilakukan dalam rentang 50 – 150 °C selama 5 menit – 2 jam.
 - g) Memisahkan lapisan atas dari lapisan bawah dari campuran hasil proses di langkah (c)
 - h) Mencuci endapan halus di lapisan bawah hasil dari proses langkah (f) dengan pelarut sebanyak 10 ml. Pencucian dapat dilakukan dengan pelarut sebanyak 5 – 500 ml (Gambar 4). Hasil pencucian ditampung dan dijadikan produk kedua yakni aspal emulsi.
2. Suatu metoda pembentukan nanopartikel dari Asbuton dengan menggunakan *Sonifier Homogenizer*.
 3. Suatu alat *Sonifier* yang memiliki prinsip kerja yang sama dengan sonifier yang digunakan dalam invensi ini yakni dengan prinsip sonifikasi dengan menggunakan probe sonotrode.
 4. Suatu kondisi yang digunakan baik salah satu atau keseluruhan untuk mengoperasikan Sonifier adalah:
 - Amplitudo = rentang 30 - 90%
 - Waktu = rentang 5 - 60 menit
 - Jeda = rentang 1 detik - 5 menit
 5. Suatu rentang penggunaan ukuran butiran Asbuton sebelum digunakan dengan sonifier adalah dari 0,1 – 1000 mikron
 6. Suatu alternatif jenis surfaktan selain SPAN 60 yang dapat digunakan yaitu SPAN 65.
 7. Suatu alternatif jenis pelarut selain Terpentin yang dapat digunakan yaitu Solar.
 8. Suatu kondisi operasi yang digunakan di klaim no.1 langkah (f), pemanasan dapat dilakukan dengan kisaran 50 – 125 °C, tergantung jenis pelarut dan surfaktan yang dapat digunakan (di klaim no 6 dan 7).
 9. Suatu komposisi (dalam persen berat) yang digunakan dalam pembuatan nanoaspal emulsi yaitu:
 - Butiran Asbuton sesuai klaim no. 1 (b) yaitu 79.2 %
 - Pelarut sesuai klaim no. 7 yaitu 15,8 %
 - Surfaktan sesuai klaim no. 6 yaitu 5 %

10. Suatu jenis probe sonotrode sonifier yang digunakan terbuat dari titanium alloy (Ti-Al6-V4). Probe ini menghantar gelombang mekanik longitudinal ke dalam sampel. Bahan ini tahan panas (*thermo-resistant*) dan anti karat. Probe ini meningkatkan kekuatan amplitudo. Makin tinggi amplitudo semakin intensif proses sonikasinya.

Abstrak

PEMBUATAN NANOASPAL EMULSI DARI ASBUTON

Invensi ini adalah mengenai suatu metoda pembuatan nanoaspal emulsi dari butiran Asbuton. Nanoaspal emulsi yang dihasilkan adalah terdiri dari aspal, SPAN 60 sebagai surfaktan, Terpentin sebagai pelarut dan nanopartikel mineral Asbuton yang diperoleh langsung dari proses. Prinsip pembuatan nanoaspal emulsi ini adalah perpaduan antara proses ekstraksi aspal dari butiran Asbuton sekaligus pembentukan langsung nanopartikel dari mineral Asbuton. Perpaduan proses ini yang diwujudkan dengan penggunaan metoda sonikasi frekuensi tinggi, bukan hanya mengakibatkan besarnya perolehan aspal oleh karena pengecilan ukuran Asbuton namun juga membentuk nanopartikel mineral Asbuton yang dapat meningkatkan kinerja aspal. Menurut hasil karakterisasi dengan SEM dan TEM, Asbuton memiliki pori-pori yang banyak dan sangat kecil (> 500 nm) dimana aspal terperangkap. Hal inilah yang sesungguhnya menyebabkan hasil ekstraksi dari para peneliti sebelumnya belum ada yang mencapai 90%. Dengan invensi ini, bukan saja aspal yang diperoleh tinggi (mencapai 99,37%) namun juga membentuk nanoaspal emulsi yakni aspal emulsi yang mengandung nanopartikel. Dengan adanya nanopartikel dalam aspal, sifat dan kinerja aspal dapat meningkat secara signifikan.

Metoda yang digunakan pada proses pembuatan nanoaspal emulsi ini meliputi tiga tahap yakni: tahap penggerusan, tahap pembentukan nanoaspal emulsi, dan tahap pencucian. Metoda yang digunakan dalam invensi ini dapat mengatasi masalah-masalah yang dihadapi oleh peneliti lain yakni: penggumpalan nanopartikel, penyebaran nanopartikel yang tidak merata dan mahalnya harga beli nano material yang ditambahkan.