

Abu bagas sebagai limbah industri gula memiliki kandungan silika cukup tinggi. Pemanfaatan limbah ini terbatas untuk pembuatan batako dan tanah urug. Tujuan penelitian ini secara umum adalah mempelajari korelasi kondisi proses pembuatan silika struktur nano dari abu bagas terhadap sifat silika struktur nano dan mempelajari proses komponding silika struktur nano di dalam matriks karet alam.

Penelitian ini dibagi ke dalam dua tahapan yaitu (1) sintesis silika struktur nano dengan metode sol-presipitasi dan (2) penggunaan silika struktur nano pada proses komponding karet alam. Tahap sintesis silika struktur nano dilakukan dengan mengalsinasi abu bagas lalu mendisolusi silika dalam abu terkalsinasi menggunakan larutan natrium hidroksida. Larutan natrium silikat yang diperoleh diencerkan menjadi larutan natrium silikat primer dan sekunder. Larutan natrium silikat primer dinetralkan dengan asam sulfat membentuk silika terpresipitasi. Struktur agregat silika yang terbentuk diperkuat dengan natrium silikat sekunder. Variasi yang digunakan yaitu waktu aliran 100 mL natrium silikat sekunder (1-3 jam), pH (7-11), temperatur (60-90°C), konsentrasi larutan natrium silikat primer (14,6-58,5 g-SiO₂/L), dan konsentrasi larutan natrium silikat sekunder (19,5-117,0 g-SiO₂/L). Karakterisasi silika dilakukan dengan SEM, TEM, XRD, XRF, FTIR, PSA, dan TGA. Tahap komponding dilakukan dengan mencampur silika struktur nano dengan karet alam di dalam *internal mixer* dengan volume 310 mL. Variasi yang digunakan yaitu metode sintesis silika struktur nano (tanpa sintesis, *xerogel*, dan silika terpresipitasi), kadar TESPT (0 dan 2,7 phr), waktu komponding (15-24 menit), kecepatan rotor (40-80 rpm), temperatur awal komponding (80-100°C), temperatur sintesis silika struktur nano (60-90°C), dan kadar silika (0-60 phr). Karakterisasi yang dilakukan meliputi viskositas Mooney, kadar karet terikat, karakteristik pematangan kompon, dispersi silika, dan kekuatan mekanis vulkanisat. Selanjutnya dicari kisaran nilai gradien kecepatan proses komponding yang memberikan dispersi yang baik.

Data XRF menunjukkan bahwa alumina adalah pengotor utama dan pola XRD mengkonfirmasi fase amorf dari silika struktur nano. *Yield* silika turun secara drastis di atas pH 10. *Yield* silika turun pada temperatur 60°C sampai dengan 80°C dan kemudian meningkat pada 90°C. Silika struktur nano yang diperoleh memiliki diameter partikel primer < 40 nm dan aglomerat berstruktur fraktal. Semakin pekat kadar silika pada larutan natrium silikat primer dan sekunder, semakin tinggi pH, dan semakin tinggi temperatur, dihasilkan ukuran partikel primer silika yang semakin besar.

Penambahan natrium silikat sekunder mampu menghasilkan struktur aglomerat silika yang terbuka sehingga mudah dipecah pada proses komponding. Hal ini ditunjukkan dengan dispersi silika yang mampu mencapai rating *excellent* pada semua variasi parameter proses komponding. Silika terpresipitasi dari abu bagas memiliki kemampuan memperkuat karet yang jauh lebih tinggi dibandingkan *xerogel* maupun abu bagas.

Penambahan *coupling agent* TESPT mampu mempercepat pematangan kompon serta meningkatkan kekuatan tarik dan kekerasan vulkanisat. Perhitungan gradien kecepatan menunjukkan bahwa dispersi yang baik dalam tingkat mastikasi yang tidak berlebihan diperoleh pada kisaran 8,2-11,3 detik⁻¹. Silika yang disintesis pada temperatur 70°C cocok diterapkan pada proses yang tidak membutuhkan prosesabilitas kompon yang tinggi namun mempersyaratkan kekuatan mekanis yang tinggi. Sebaliknya silika yang disintesis pada temperatur 90°C cocok diterapkan pada proses yang membutuhkan prosesabilitas kompon yang tinggi namun mempersyaratkan kekuatan mekanis yang tidak

unggul. Kekuatan mekanis terbaik diperoleh pada kadar silika 40 phr. Silika hasil penelitian ini mampu menghasilkan vulkanisat yang memenuhi standar mutu 1 SNI 0778-2009. Model mekanistik yang diusulkan dapat menggambarkan dengan baik evolusi densitas ikatan silang pada proses vulkanisasi karet alam menggunakan sulfur serta mampu menggambarkan dengan baik aksi *scorch delay* oleh akselerator CBS.

Kata kunci: abu bagas, karet alam, komponding, silika struktur nano

ABSTRACT

Bagasse ash, as a sugar industry waste, has a high silica content. Utilization of this waste is limited to making bricks and landfills. Therefore this research analyzed the correlation between process condition of nanostructured silica production from bagasse ash and its properties. It also determined the compounding process of nanostructured silica in a natural rubber matrix.

This research was divided into 2 stages, namely (1) the synthesis of nanostructured silica by sol-precipitation method and (2) the utilization of nanostructured silica in the natural rubber compounding process. The first stage was carried out by dissolving silica in calcined bagasse ash using sodium hydroxide solution. The obtained sodium silicate solution was diluted into primary and secondary sodium silicate solutions. The primary sodium silicate solution was neutralized with sulfuric acid to form precipitated silica. The silica aggregate structure formed was reinforced with secondary sodium silicate. The variations used were 100 mL of secondary sodium silicate flow time (1-3 h), pH (7-11), temperature (60-90°C), the concentration of primary sodium silicate solution (14.6-58.5 g-SiO₂/L), and the concentration of secondary sodium silicate solution (19.5-117.0 g-SiO₂/L). Furthermore, the silica properties were evaluated by SEM, TEM, XRD, XRF, FTIR, PSA, and TGA. The compounding step was carried out by mixing nanostructured silica with natural rubber in an internal mixer with a volume of 310 mL. The variations used were the nanostructured silica synthesis method (without synthesis, xerogel, and precipitated silica), TESPT content (0 and 2.7 phr), compounding time (15-24 min), rotor speed (40-80 rpm), initial compounding temperature (80-100°C), nanostructured silica synthesis temperature (60-90°C), and silica content (0-60 phr). The properties evaluated were Mooney viscosity, bound rubber content, cure characteristic of the compound, silica dispersion, and mechanical properties of the vulcanizate. Meanwhile, the value range for the velocity gradient of the compounding process that gives good dispersion was evaluated.

The XRF data showed that alumina was the main impurity and the XRD pattern confirmed the amorphous phase of the nanostructured silica. Silica yield decreased drastically above pH 10. The yield decreased from 60°C to 80°C before increasing at 90°C. The nanostructured silica obtained had a primary particle diameter of < 40 nm and agglomerates with a fractal structure. Higher silica content in the primary and secondary sodium silicate solutions, higher pH, and higher temperature produced larger silica primary particle size.

Secondary sodium silicate was able to produce open silica agglomerate structures that were easily broken down in the compounding process. This was indicated by the silica dispersion that achieved an excellent rating on all variations of the compounding process parameters. The result showed that precipitated silica from bagasse ash has a much higher ability to strengthen rubber than xerogel or bagasse ash.

The addition of TESPT as a coupling agent accelerated the cure of the compound and increased the tensile strength and hardness of the vulcanizate. Calculation of the velocity gradient showed that a good dispersion with an acceptable mastication effect was obtained in the range of 8.2 - 11.3 s⁻¹. Silica synthesized at 70°C was suitable for processes not requiring high compound processability but significant mechanical strength. Conversely, silica synthesized at 90°C was suitable for processes requiring high compound processability without significant mechanical strength. The best mechanical strength was obtained at a silica content of 40 phr. The silica used from this research

produced vulcanizate that met the grade 1 quality standard of SNI 0778-2009. The proposed mechanistic model was able to describe the evolution of crosslink density in the vulcanization process of natural rubber using sulfur and to describe the scorch delay action by the CBS accelerator.

Keywords: bagasse ash, natural rubber, compounding, nanostructured silica