

RINGKASAN

Pengelolaan limbah industri adalah masalah internasional yang sulit, terutama terkait limbah tidak terurai seperti material tanah liat dan limbah konstruksi. Indonesia, kaya akan sumber daya energi dan biomassa, seperti batubara dan kelapa sawit. Cadangan batubara Indonesia mencapai $\pm 31,71$ milyar ton dengan produksi rata-rata 775,2 juta ton per tahun. Peningkatan penggunaan batubara dan kelapa sawit di Indonesia, maka semakin meningkat limbah yang dihasilkan. Batubara menghasilkan limbah 11-13 ton *fly ash* dan 2-3 ton *bottom ash* setiap tahunnya. Sedangkan pembakaran cangkang dan fiber kelapa sawit menghasilkan limbah 1-2 juta ton *fly ash* dan 4-5 juta ton *bottom ash* setiap tahunnya. Tingginya kandungan alumina dan silika pada *fly ash* batubara dan kelapa sawit maka dapat dijadikan material zeolit. Alumina dari *fly ash* batubara di ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dan silika dari *fly ash* kelapa di ekstraksi menggunakan metode sol-gel. Ekstrak alumina dan silika digunakan sebagai prekursor utama dalam mensintesis zeolit dengan menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150°C dengan memvariasikan waktu hidrotermal (4, 6, 8, 10, 24, 48, 72 dan 120 jam) dan waktu *aging* (6, 12 dan 24 jam).

Hasil karakterisasi XRF menunjukkan terjadinya peningkatan komposisi senyawa alumina dari *fly ash* batubara dari 12,331% menjadi 88,885% dan silika dari *fly ash* kelapa sawit dari 19,189% menjadi 94%. Hasil sintesis pada variasi waktu hidrotermal dan *aging* telah menunjukkan terbentuknya struktur zeolit melalui hasil spektra FTIR yang muncul serapan pada rentang bilangan gelombang 950-1250 cm^{-1} (vibrasi ulur asimetri TO_4), 750-820 cm^{-1} (vibrasi ulur simetri TO_4), dan 500-650 cm^{-1} (vibrasi cincin ganda zeolit) pada semua sampel hasil sintesis. Hasil analisis data XRD menggunakan *Software X'pert Highscore Plus* menunjukkan pada variasi waktu hidrotermal 6, 10, 48 dan 120 jam terbentuknya fasa zeolite yang merupakan Zeolit ZSM-18 dengan *framework* MEI. Sedangkan pada variasi waktu hidrotermal 4, 8, 24 dan 72 jam serta variasi waktu *aging* 6, 12 dan 24 jam menunjukkan terbentuknya metanatrolite. Hal tersebut berdasarkan ICSD No. 00-043-0057, COD No. 96-900-9397 dan IZA database.

Berdasarkan data kristalinitas dan ukuran kristal pada variasi waktu hidrotermal dan *aging* memiliki pengaruh signifikan terhadap karakteristik kristal yang terbentuk. Pada variasi waktu hidrotermal menunjukkan pola kristalinitas yang tidak linear dan fluktuatif, dengan nilai tertinggi pada 6 jam (14,52%) dan 120 jam (13,17%), namun mengalami penurunan signifikan pada 24 jam (1,81%) dan 72 jam (4,67%), mengindikasikan bahwa proses kristalisasi memiliki titik optimal yang tidak selalu berbanding lurus dengan penambahan waktu. Sementara itu, variasi waktu *aging* menunjukkan terjadinya peningkatan kristalinitas yang lebih konsisten seiring bertambahnya waktu, yang menunjukkan bahwa metode *aging* lebih efektif dalam mengontrol pembentukan struktur kristal. Terkait ukuran kristal, pada variasi waktu hidrotermal dan *aging* memperlihatkan pola yang berbeda, dimana variasi waktu hidrotermal menghasilkan ukuran kristal yang berkorelasi positif dengan waktu, sedangkan variasi waktu *aging* menghasilkan fluktuasi ukuran yang mencerminkan adanya mekanisme rekristalisasi dan pertumbuhan kristal yang kompleks. Hubungan antara metode, waktu perlakuan, kristalinitas, dan ukuran kristal ini sangat mempengaruhi hasil sintesis material. Berdasarkan data analisis BET-BJH menunjukkan luas permukaan mikropori sebesar 1,0588 m^2/g dan mesopori sebesar 14,4980 m^2/g yang terdistribusi 93,19% dengan volume mikropori sebesar 0,000457 cm^3/g dan volume mesopori sebesar 0,057453 cm^3/g yang terdistribusi 99,21%, serta diameter pori rata-rata sebesar 14,89 nm.

Kata Kunci: *Fly Ash* Batubara, *Fly Ash* Kelapa Sawit, Zeolit, Waktu Hidrotermal, Waktu *Aging*.

SUMMARY

Industrial waste management is a difficult international issue, especially regarding non-degradable waste such as clay materials and construction waste. Indonesia, is rich in energy and biomass resources, such as coal and oil palm. Indonesia's coal reserves reach $\pm$ 31.71 billion tons with an average production of 775.2 million tons per year. Increasing the use of coal and oil palm in Indonesia, the more waste is generated. Coal produces 11-13 tons of fly ash and 2-3 tons of bottom ash each year. Meanwhile, burning palm oil shells and fibers produces 1-2 million tons of fly ash and 4-5 million tons of bottom ash annually. The high content of alumina and silica in coal and palm fly ash can be used as zeolite material. Alumina from coal fly ash was extracted using hydrothermal method and silica from coconut fly ash was extracted using sol-gel method. The alumina and silica extracts were used as the main precursors in synthesizing zeolites using the hydrothermal method at 150°C by varying the hydrothermal time (4, 6, 8, 10, 24, 48, 72 and 120 hours) and aging time (6, 12 and 24 hours).

XRF characterization results showed an increase in the composition of alumina compounds from coal fly ash from 12.331% to 88.885% and silica from palm fly ash from 19.189% to 94%. The synthesis results on the variation of hydrothermal time and aging have shown the formation of zeolite structures through the results of FTIR spectra that appear in the range of wave numbers 950-1250 cm^{-1} (TO4 asymmetry stretching vibrations), 750-820 cm^{-1} (TO4 symmetry stretching vibrations), and 500-650 cm^{-1} (zeolite double ring vibrations) in all synthesized samples. The results of XRD data analysis using X'pert Highscore Plus Software showed that in the variation of hydrothermal time of 6, 10, 48 and 120 hours the formation of zeolite phase which is Zeolite ZSM-18 with MEI framework. While the variation of hydrothermal time of 4, 8, 24 and 72 hours and the variation of aging time of 6, 12 and 24 hours showed the formation of methanatrolite. This is based on ICSD No. 00-043-0057, COD No. 96-900-9397 and IZA database.

Based on crystallinity data and crystal size, the variation of hydrothermal time and aging has a significant influence on the characteristics of the crystals formed. The hydrothermal time variation showed a non-linear and fluctuating crystallinity pattern, with the highest values at 6 hours (14.52%) and 120 hours (13.17%), but experienced a significant decrease at 24 hours (1.81%) and 72 hours (4.67%), indicating that the crystallization process has an optimal point that is not always directly proportional to the addition of time. Meanwhile, the aging time variation showed a more consistent increase in crystallinity as time increased, indicating that the aging method is more effective in controlling the formation of the crystal structure. Regarding crystal size, hydrothermal and aging time variations show different patterns, where hydrothermal time variations produce crystal sizes that are positively correlated with time, while aging time variations produce size fluctuations that reflect the existence of complex recrystallization and crystal growth mechanisms. This relationship between method, treatment time, crystallinity, and crystal size greatly affects the results of material synthesis. Based on BET-BJH analysis data, the micropore surface area of 1.0588 m^2/g and mesopores of 14.4980 m^2/g were distributed 93.19% with micropore volume of 0.000457 cm^3/g and mesopore volume of 0.057453 cm^3/g were distributed 99.21%, and the average pore diameter was 14.89 nm.

Keywords: Coal Fly Ash, Palm Oil Fly Ash, Zeolite, Hydrothermal Time, Aging Time.