

Pemanfaatan Limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit dalam Optimasi Waktu Kristalisasi ZSM-5 pada Suhu Rendah

Mutiara Dewi Rukmana^{1*}, Yuyun Lusini², Siti Suhartati³, Mahdanisa Aulia⁴

¹⁻⁴Program Studi Analisis Kimia, Akademi Kimia Analisis Caraka Nusantara, Indonesia

Corresponding Author's e-mail: mutiaradewi23@gmail.com



e-ISSN: 2964-2981

ARMADA : Jurnal Penelitian Multidisiplin

<https://ejournal.45mataram.ac.id/index.php/armada>

Vol. 04, No. 09 September, 2026

Page: 5214-5222

DOI:

<https://doi.org/10.55681/armada.v4i9.3820>

Article History:

Received: Juli 05, 2026

Revised: Agustus 13, 2026

Accepted: September 19, 2026

Abstract : This study investigates the utilisation of silica derived from empty fruit bunch palm oil waste for ZSM-5 synthesis at low temperature and the optimisation of crystallisation time. The biomass was ashed at 600 °C, analysed using XRF, and subsequently extracted through alkaline treatment and precipitated using acid. The initial ash contained 5.9% SiO₂, while K₂O and CaO were the dominant components at 40.2% and 40.0%, respectively, requiring demineralisation and silica source mass correction stages. ZSM-5 was crystallised in a polypropylene reactor at 90 °C with variations in crystallisation time of 3, 4, and 5 days, while the precursor composition and reactor geometry were maintained constant. The products were characterised using XRD and FTIR to evaluate the formation of the MFI phase and the development of pentasil framework vibrations. XRD results showed that the 3-day sample was still dominated by an amorphous phase, the 4-day sample began to exhibit MFI structure formation, while the 5-day sample demonstrated sharper and more intense MFI diffraction peaks. FTIR results also revealed the most distinct development of characteristic pentasil bands at a crystallisation time of 120 hours. Based on the integration of XRD and FTIR results, a crystallisation time of 5 days (120 hours) represents the optimum condition among the tested variations at 90 °C.

Keywords : Crystallization Time; Low-Temperature Synthesis; Oil Palm Empty Fruit Bunch; Polypropylene Reactor; Silica; ZSM-5

Abstrak : Penelitian ini mengkaji pemanfaatan silika dari limbah tandan kosong kelapa sawit untuk sintesis ZSM-5 pada suhu rendah serta optimasi waktu kristalisasi. Biomassa diabukan pada 600 °C, dianalisis menggunakan XRF, kemudian diekstraksi dengan basa dan dipresipitasi menggunakan asam. Abu awal mengandung SiO₂ sebesar 5,9%, sedangkan K₂O dan CaO mendominasi masing-masing sebesar 40,2% dan 40,0%, sehingga diperlukan tahap demineralisasi dan koreksi massa sumber silika. ZSM-5 dikristalisasi dalam reaktor polipropilena pada suhu 90 °C dengan variasi waktu 3, 4, dan 5 hari, sementara komposisi prekursor dan geometri reaktor dibuat tetap. Produk dikarakterisasi menggunakan XRD dan FTIR untuk mengevaluasi pembentukan fase MFI dan perkembangan vibrasi kerangka pentasil. Hasil XRD menunjukkan bahwa sampel 3 hari masih didominasi fase amorf, sampel 4 hari mulai memperlihatkan pembentukan struktur MFI, sedangkan sampel 5 hari menunjukkan puncak difraksi MFI yang lebih tajam dan intens. Hasil FTIR juga

menunjukkan perkembangan pita karakteristik pentasil yang paling jelas pada waktu kristalisasi 120 jam. Berdasarkan integrasi hasil XRD dan FTIR, waktu kristalisasi 5 hari (120 jam) merupakan kondisi optimum di antara variasi waktu yang diuji pada suhu 90 °C.

Kata Kunci : Limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit; Reaktor Polipropilena; Silika; Sintesis Suhu Rendah; Waktu Kristalisasi; ZSM-5

PENDAHULUAN

Pemanfaatan limbah industri kelapa sawit menjadi salah satu pendekatan penting dalam meningkatkan nilai guna residu perkebunan sekaligus mengurangi beban lingkungan. Salah satu limbah padat yang dihasilkan dalam jumlah besar adalah tandan kosong kelapa sawit. Limbah tersebut merupakan biomassa lignoselulosa yang masih mengandung komponen organik dan anorganik yang dapat dikembangkan menjadi bahan baku material bernilai tambah. Salah satu komponen anorganik yang berpotensi dimanfaatkan adalah silika. Pemanfaatan tandan kosong kelapa sawit sebagai sumber silika alternatif dapat mengurangi ketergantungan terhadap silika komersial dan mendukung pengembangan proses sintesis material yang lebih berkelanjutan (Rahmat et al., 2021).

Pemanfaatan tandan kosong kelapa sawit sebagai sumber silika perlu diawali dengan pengabuan, ekstraksi, pemurnian, dan karakterisasi komposisi kimia. Hasil analisis awal dilakukan dengan menggunakan X-Ray Fluorescence. Silika hasil ekstraksi selanjutnya dapat dimanfaatkan sebagai bahan penyusun zeolit ZSM-5. ZSM-5 merupakan aluminosilikat kristalin dengan kerangka MFI yang memiliki sistem mikropori tiga dimensi, stabilitas termal dan kimia yang baik, serta sifat keasaman yang dapat diatur melalui rasio Si/Al. Karakteristik tersebut menyebabkan ZSM-5 banyak dikembangkan untuk berbagai proses katalisis, adsorpsi, pertukaran ion, dan pemisahan molekul. Meskipun demikian, kualitas produk tidak dapat ditentukan hanya berdasarkan terbentuknya padatan. Identitas ZSM-5 harus dibuktikan melalui kemurnian fase, kristalinitas, karakteristik vibrasi kerangka, morfologi kristal, dan komposisi unsur penyusunnya (Yu & Zhao, 2022).

Sintesis ZSM-5 secara hidrotermal dipengaruhi oleh sumber silika, komposisi gel, rasio Si/Al, alkalinitas, jumlah air, agen pengarah struktur, suhu, jenis reaktor, dan waktu kristalisasi. Sintesis pada suhu relatif tinggi dapat mempercepat proses nukleasi dan pertumbuhan kristal, tetapi membutuhkan energi yang lebih besar. Sebagai alternatif, ZSM-5 telah dilaporkan dapat disintesis pada suhu di bawah 100 °C menggunakan reaktor berbahan polipropilena. Pada kondisi suhu rendah, komposisi prekursor dan karakteristik reaktor menjadi akin penting karena laju kristalisasi berlangsung lebih lambat dan lebih sensitif terhadap perubahan kondisi proses (Kadja et al., 2016).

Waktu kristalisasi merupakan salah satu parameter utama dalam pembentukan kerangka MFI. Waktu yang terlalu singkat dapat menyebabkan proses nukleasi dan pertumbuhan kristal belum berlangsung secara memadai sehingga produk masih didominasi fase amorf atau memiliki kristalinitas rendah. Sebaliknya, perpanjangan waktu kristalisasi dapat meningkatkan keteraturan struktur, tetapi tidak selalu menghasilkan mutu produk yang lebih baik. Waktu yang terlalu lama dapat meningkatkan konsumsi energi, memperbesar ukuran kristal, meningkatkan aglomerasi, atau memicu terbentuknya fase sekunder. Oleh sebab itu, penentuan waktu kristalisasi optimum perlu mempertimbangkan mutu material dan efisiensi proses secara bersamaan (Nguyen et al., 2023).

Dalam penelitian ini, sintesis ZSM-5 dilakukan pada suhu rendah, yaitu 90 °C, menggunakan reaktor polipropilena dengan geometri dan volume yang sama. Waktu kristalisasi divariasikan selama dimulai dari 1 hari hingga 5 hari, sedangkan komposisi prekursor, posisi reaktor di dalam oven, suhu sintesis, tahapan pencucian, pengeringan, dan kalsinasi dibuat tetap. Pengendalian tersebut diperlukan agar perubahan karakteristik produk dapat dikaitkan terutama dengan waktu kristalisasi, bukan dengan perbedaan kondisi lain yang ikut berubah secara tidak terkendali.

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction untuk mengidentifikasi fase MFI, mendeteksi fase sekunder, dan menentukan kristalinitas relatif. Fourier Transform Infrared Spectroscopy digunakan untuk mengevaluasi vibrasi kerangka Si–O–Si dan Si–O–Al serta keberadaan unit cincin beranggota lima yang menjadi ciri struktur pentasil. Dispersive X-Ray digunakan untuk mengamati kristal yang terbentuk dan keberadaan unsur pengotor. Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini bertujuan memanfaatkan limbah tandan kosong kelapa sawit sebagai sumber silika alternatif, menyintesis ZSM-5 pada suhu 90 °C, serta menentukan waktu kristalisasi optimum melalui variasi 1- 5 hari berdasarkan integrasi hasil XRD dan FTIR.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan desain eksperimen laboratorium untuk mengkaji pengaruh waktu kristalisasi terhadap karakteristik zeolit ZSM-5 yang disintesis pada suhu rendah. Tahapan penelitian meliputi preparasi dan pengabuan tandan kosong kelapa sawit, ekstraksi dan pemurnian silika, penyusunan gel prekursor, kristalisasi dalam reaktor polipropilena pada suhu 90 °C dengan variasi waktu 24, 48, 72, 96, dan 120 jam, pencucian, pengeringan, kalsinasi, karakterisasi menggunakan XRF, XRD, dan FTIR, serta penentuan waktu kristalisasi optimum. Tandan kosong kelapa sawit dicuci menggunakan air bersih untuk menghilangkan tanah dan pengotor yang menempel, kemudian dikeringkan dan diabukan pada suhu 600 °C. Komposisi oksida abu dianalisis menggunakan X-ray Fluorescence (XRF). Sebanyak 25 g abu dicampurkan dengan 250 mL larutan NaOH 1,5%, kemudian diaduk selama 12 jam pada suhu 100 °C. Campuran disaring, dan filtrat yang mengandung natrium silikat ditambahkan larutan HNO₃ 10% secara bertahap hingga pH kurang dari 7 dan terbentuk gel silika. Gel dipisahkan, dicuci menggunakan air demineral panas hingga pH air pencuci mendekati netral, kemudian dikeringkan selama 12 jam, digerus, ditimbang, dan dianalisis kembali menggunakan XRF. Kadar SiO₂ berdasarkan hasil analisis XRF setelah ekstraksi digunakan untuk menghitung massa sumber silika dalam sintesis ZSM-5.

Sintesis zeolit ZSM-5 dilakukan pada suhu rendah menggunakan reaktor berbahan polipropilena dengan lima variasi waktu kristalisasi, yaitu 24, 48, 72, 96, dan 120 jam. Komposisi prekursor mengacu pada penelitian sebelumnya dengan rasio mol Si/Al = 100, H₂O/SiO₂ = 7,79, NaOH/Si = 0,14, dan TPABr/Si = 0,086. Lima reaktor polipropilena dengan bentuk, kapasitas, dan rasio luas permukaan terhadap volume yang sama disiapkan dan diberi kode R-1, R-2, R-3, R-4, dan R-5 untuk waktu kristalisasi masing-masing 24, 48, 72, 96, dan 120 jam. Kelima reaktor ditempatkan pada posisi yang setara di dalam oven agar distribusi panas selama proses kristalisasi relatif sama. Campuran prekursor diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 5 menit hingga homogen. Selanjutnya, silika hasil ekstraksi ditambahkan secara perlahan sambil terus diaduk hingga terbentuk gel prekursor yang homogen. Setelah gel homogen terbentuk, setiap reaktor ditutup rapat dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 90 °C. Setelah waktu kristalisasi yang ditentukan tercapai, masing-masing reaktor dikeluarkan dari oven dan didinginkan hingga suhu ruang.

Padatan hasil sintesis dipisahkan dari larutannya menggunakan penyaringan vakum dengan corong Büchner, kemudian dicuci menggunakan air demineral hingga filtrat mencapai pH mendekati netral. Padatan yang telah dicuci dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama satu malam. Produk kering kemudian digerus hingga menjadi serbuk dan dikalsinasi menggunakan furnace pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk menghilangkan senyawa organik, terutama TPABr yang digunakan sebagai agen pengarah struktur. Produk dari setiap variasi waktu kristalisasi dikarakterisasi menggunakan X-ray Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). XRD digunakan untuk mengidentifikasi pembentukan fase MFI, mendeteksi keberadaan fase sekunder, dan mengevaluasi kristalinitas relatif. FTIR digunakan untuk mengidentifikasi vibrasi kerangka Si–O–Si dan Si–O–Al serta pita cincin beranggota lima yang menjadi karakteristik struktur ZSM-5.

Hasil karakterisasi sampel ZSM-5-24H, ZSM-5-48H, ZSM-5-72H, ZSM-5-96H, dan ZSM-5-120H dibandingkan untuk menentukan pengaruh waktu kristalisasi terhadap pembentukan zeolit ZSM-5. Waktu kristalisasi optimum ditentukan berdasarkan kondisi yang menghasilkan

pola MFI yang paling lengkap, kristalinitas relatif tertinggi atau setara tertinggi, pita FTIR khas pentasil yang jelas, dan kandungan pengotor paling rendah. Seluruh parameter selain waktu kristalisasi, meliputi komposisi prekursor, massa gel, jenis dan ukuran reaktor, posisi reaktor di dalam oven, suhu sintesis, serta tahapan pencucian, pengeringan, dan kalsinasi, dibuat tetap. Apabila dua waktu kristalisasi menghasilkan mutu produk yang setara dalam batas ketidakpastian pengukuran, waktu yang lebih singkat dipilih sebagai kondisi optimum karena lebih efisien dari segi waktu dan energi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi Kimia Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit

Karakterisasi XRF awal menunjukkan bahwa abu tandan kosong kelapa sawit tidak didominasi oleh silika. Komponen mayor adalah K_2O sebesar 40,2% dan CaO sebesar 40,0%, sedangkan SiO_2 hanya sebesar 5,9%. Komponen lain meliputi Cl 5,9%, P_2O_5 2,9%, Fe_2O_3 2,4%, dan SO_3 1,7%. Komposisi tersebut menunjukkan bahwa tahap ekstraksi tidak hanya berfungsi melarutkan silika, tetapi juga harus mengurangi mineral alkali, alkali tanah, dan ion pengotor.

Tabel 1. Komposisi kimia abu tandan kosong kelapa sawit pada suhu 600 °C

No.	Komponen	Kadar (%)
1	CaO	40,0
2	K_2O	40,2
3	SiO_2	5,9
4	P_2O_5	2,9
5	Fe_2O_3	2,4
6	Cl	5,9
7	SO_3	1,7

Berdasarkan data tabel 1 abu tandan kosong kelapa sawit yang diperoleh pada suhu 600°C mengandung SiO_2 sebesar 5,9%. Komposisi tersebut menunjukkan bahwa abu tidak dapat langsung diperlakukan sebagai silika murni dan memerlukan tahapan pengolahan lebih lanjut sebelum digunakan sebagai bahan penyusun zeolit. Kandungan K_2O dan CaO yang tinggi dapat memengaruhi alkalinitas sistem, kelarutan spesies silikat, serta kemungkinan terbentuknya endapan atau fase silikat selain ZSM-5. Kalium residual dapat menambah kontribusi basa di luar jumlah $NaOH$ yang dirancang, sedangkan kalsium dapat membentuk senyawa pengotor selama proses netralisasi dan kristalisasi. Oleh karena itu, ekstraksi silika tidak hanya bertujuan melarutkan dan mengendapkan kembali SiO_2 , tetapi juga berfungsi sebagai tahap demineralisasi. Keberhasilan proses tersebut perlu dibuktikan melalui peningkatan kadar SiO_2 penurunan K_2O dan CaO , serta karakterisasi ulang menggunakan XRF. Massa silika yang digunakan dalam penyusunan prekursor juga harus dihitung berdasarkan kadar SiO_2 aktual setelah ekstraksi, bukan berdasarkan massa abu awal.

Implikasi Kandungan SiO_2 terhadap Stoikiometri Prekursor

Kadar SiO_2 sebesar 5,9% berarti bahwa 100 g abu secara teoretis hanya mengandung 5,9 g SiO_2 sebelum memperhitungkan kehilangan selama ekstraksi, penyaringan, presipitasi, pencucian, dan pengeringan. Oleh karena itu, massa abu tidak dapat digunakan secara langsung sebagai ekuivalen massa silika. Perhitungan prekursor harus didasarkan pada massa produk ekstraksi dan kemurnian SiO_2 hasil XRF ulang. Perbedaan kadar silika antara sampel penelitian dan laporan terdahulu dapat disebabkan oleh varietas tanaman, kondisi tanah, proses pencucian, suhu pembakaran, serta perbedaan basis sampel. Temuan kadar SiO_2 yang rendah bukan alasan untuk mengabaikan bahan baku, melainkan dasar untuk memperkuat tahap demineralisasi dan mengoreksi stoikiometri secara bertanggung jawab.

Dominasi K_2O dan CaO serta Kebutuhan Demineralisasi

K_2O dan CaO yang tinggi dapat memengaruhi alkalinitas gel, kelarutan spesies silikat, dan kemungkinan terbentuknya fase silikat pesaing. Kalium residual dapat menambah kontribusi basa di luar $NaOH$ yang dihitung, sedangkan kalsium dapat membentuk endapan selama netralisasi.

Residu klorida dan oksida minor juga berpotensi mengganggu nukleasi MFI. Keberhasilan ekstraksi harus dibuktikan melalui peningkatan persentase SiO_2 penurunan K_2O dan CaO , serta pelaporan rendemen silika. Gel putih saja, betapapun fotogeniknya bagi dokumentasi laboratorium, bukan bukti kemurnian. XRF ulang diperlukan sebelum silika digunakan dalam perhitungan gel prekursor.

Rancangan Optimasi Waktu Kristalisasi

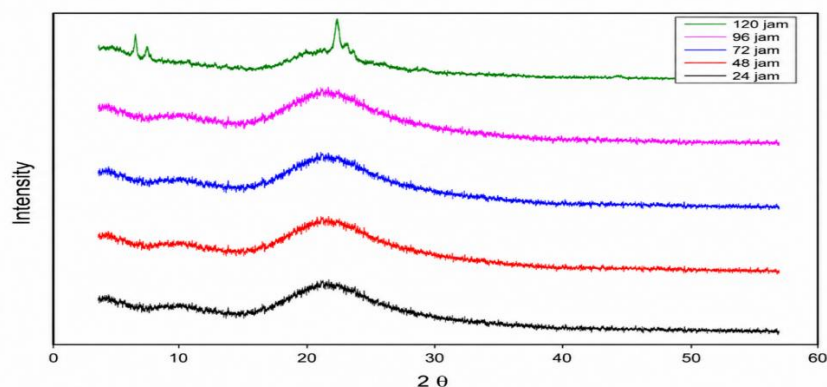
Variasi 1, 2, 3, 4, dan 5 hari dipilih untuk mengamati perkembangan kristalisasi ZSM-5 pada suhu 90°C . Sampel 1-3 hari mewakili tahap kristalisasi lebih singkat, sampel 4 hari mengikuti kondisi dasar yang telah dilaporkan pada sintesis suhu rendah dalam reaktor polipropilena, dan sampel 5 hari digunakan untuk menilai apakah perpanjangan waktu menghasilkan peningkatan kristalinitas atau hanya menambah kebutuhan energi. Interpretasi optimasi tidak boleh didasarkan pada satu parameter. Puncak XRD yang tinggi perlu didukung oleh pola MFI lengkap, pita FTIR yang konsisten, dan morfologi yang seragam. Sampel dengan kristalinitas tinggi tetapi mengandung fase sekunder tidak langsung dinyatakan optimum. Demikian pula, pita FTIR yang menyerupai MFI tidak cukup apabila XRD masih menunjukkan latar amorf.

Karakterisasi XRD ZSM-5

XRD merupakan bukti utama terbentuknya keteraturan kristalin MFI. Produk ZSM-5 yang terkristalisasi baik diharapkan memperlihatkan refleksi sekitar 2θ $7,9^\circ$, $8,8^\circ$, $23,1^\circ$, $23,9^\circ$, dan $24,4^\circ$ sebagai satu pola yang konsisten. Latar berbentuk gundukan dan puncak yang melebar menunjukkan fraksi amorf yang tinggi, sedangkan puncak tambahan dapat berasal dari mineral sisa atau fase aluminosilikat non-MFI (Xiong et al., 2021).

Tabel 2. Refleksi XRD karakteristik kerangka MFI dan makna analitisnya

2θ referensi	Penetapan	Makna interpretatif
sekitar $7,9^\circ$	Refleksi MFI sudut rendah	Menunjukkan keteraturan awal kerangka pentasil
sekitar $8,8^\circ$	Refleksi MFI sudut rendah	Menguatkan identifikasi kerangka ZSM-5
sekitar $23,1^\circ$	Kelompok refleksi intensitas tinggi	Digunakan dalam evaluasi kristalinitas relatif
sekitar $23,9^\circ$	Kelompok refleksi intensitas tinggi	Membedakan fase MFI dari latar amorf
sekitar $24,4^\circ$	Kelompok refleksi intensitas tinggi	Melengkapi sidik jari kristalin MFI
Gundukan lebar	Fase amorf	Menunjukkan silika atau aluminosilikat belum terkristalisasi
Puncak tambahan	Fase sekunder atau pengotor	Dicocokkan dengan mineral sisa atau fase zeolit lain



Gambar 1. Difraktogram XRD ZSM-5 pada waktu kristalisasi 24, 48, 72, 96, dan 120 jam

Kristalinitas relatif sebaiknya dihitung menggunakan jumlah luas beberapa puncak MFI, bukan hanya tinggi satu puncak, untuk mengurangi bias akibat orientasi preferensial dan noise.

Nilai tersebut bersifat relatif terhadap bahan acuan dan hanya sah dibandingkan apabila seluruh sampel diukur dengan kondisi instrumen yang sama. Pada penelitian ini kristal yang terbentuk hanya pada waktu 5 hari sehingga penghitungan kristalinitas tidak dilakukan. Difraktogram XRD memperlihatkan adanya perubahan struktur material seiring dengan bertambahnya waktu kristalisasi. Sampel ZSM-5 yang dikristalisasi selama 0-72 jam menunjukkan pola berupa gundukan lebar, terutama pada daerah 2θ sekitar $20-25^\circ$.

Pola tersebut menunjukkan bahwa produk masih didominasi oleh fase amorf. Puncak-puncak karakteristik kerangka MFI pada daerah 2θ sekitar $7-9^\circ$ dan $23-25^\circ$ belum teramati secara jelas. Hasil ini mengindikasikan bahwa waktu kristalisasi selama tiga hari belum cukup untuk menghasilkan pembentukan kristal ZSM-5 secara purna. Pada sampel ZSM-5-4H dengan waktu kristalisasi 96 jam, mulai terlihat sejumlah puncak pada daerah 2θ sekitar $7-9^\circ$ dan $23-25^\circ$. Kemunculan puncak tersebut menunjukkan bahwa proses nukleasi dan pertumbuhan kerangka MFI telah mulai berlangsung. Namun, puncak yang terbentuk masih relatif lebar dan memiliki intensitas lebih rendah dibandingkan sampel 120 jam. Latar amorf juga masih terlihat, sehingga sampel empat hari diperkirakan mengandung campuran fase kristalin dan amorf. Dengan demikian, ZSM-5 telah mulai terbentuk, tetapi tingkat kristalinasinya belum optimal.

Sampel ZSM-5 yang dikristalisasi selama 120 jam memperlihatkan puncak-puncak difraksi yang lebih tajam dan berintensitas lebih tinggi. Puncak pada daerah 2θ sekitar $7-9^\circ$ dan $23-25^\circ$ mendukung terbentuknya struktur MFI yang menjadi ciri zeolit ZSM-5. Peningkatan ketajaman dan intensitas puncak menunjukkan bahwa perpanjangan waktu kristalisasi hingga lima hari meningkatkan keteraturan struktur dan derajat kristalinitas produk. Oleh karena itu, berdasarkan pola difraktogram, waktu kristalisasi 120 jam merupakan kandidat kondisi optimum di antara ketiga variasi yang diuji. Meskipun demikian, pada sampel 120 jam juga terlihat beberapa puncak tambahan di luar kelompok puncak utama MFI. Secara keseluruhan, hasil XRD menunjukkan bahwa bertambahnya waktu kristalisasi dari 24 menjadi 120 jam meningkatkan pembentukan fase kristalin. Sampel 72 jam masih bersifat dominan amorf, sampel 96 jam menunjukkan tahap awal pembentukan struktur MFI, sedangkan sampel 120 jam memperlihatkan kristalinitas paling tinggi. Nilai persentase kristalinitas belum dapat ditentukan hanya berdasarkan tampilan grafik dan harus dihitung dari luas puncak karakteristik menggunakan data mentah XRD.

Karakterisasi FTIR ZSM-5

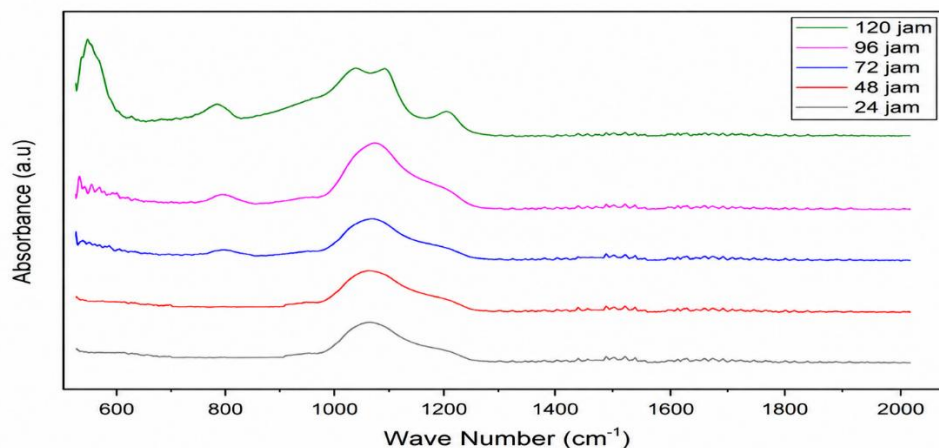
FTIR melengkapi XRD dengan menunjukkan struktur lokal ikatan dalam silika dan aluminosilikat. Pita $420-470\text{ cm}^{-1}$ dikaitkan dengan pembengkokan TO-T; pita $540-560\text{ cm}^{-1}$ dengan cincin beranggota lima khas MFI; pita $790-805\text{ cm}^{-1}$ dengan regangan simetris; pita $1050-1100\text{ cm}^{-1}$ dengan regangan asimetris internal; dan pita $1200-1250\text{ cm}^{-1}$ dengan regangan asimetris eksternal. Pita air dan hidroksil dapat muncul sekitar 1630 dan $3200-3600\text{ cm}^{-1}$.

Tabel 3. Pita FTIR rujukan untuk verifikasi kerangka ZSM-5

Wilayah pita (cm^{-1})	Penugasan vibrasi	Makna terhadap sintesis
420-470	Pembengkokan T-O-T	Jaringan dasar silikat atau aluminosilikat
540-560	Cincin beranggota lima MFI	Penanda penting unit struktur ZSM-5
790-805	Regangan simetris T-O-T	Mendukung pembentukan kerangka terpolimerisasi
1050-1100	Regangan asimetris internal	Pita utama kerangka Si-O-Si dan Si-O-Al
1200-1250	Regangan asimetris eksternal	Menguatkan keteraturan kerangka zeolit
sekitar 1630	Pembengkokan H-O-H	Air teradsorpsi dalam pori atau permukaan
3200-3600	Regangan O-H	Silanol, hidroksil, dan air terikat

Sumber: Gao *et al.* (2018) dan Wang *et al.* (2024).

Spektrum silika hasil ekstraksi dibandingkan dengan produk 1, 2, 3, 4, dan 5 hari. Penguatan pita sekitar 550 cm^{-1} bersamaan dengan pita sekitar 800 dan $1050\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ mendukung perkembangan unit pentasil. Namun, penetapan ZSM-5 tidak boleh hanya didasarkan pada satu pita karena silika amorf dan aluminosilikat lain dapat memberikan pita yang saling tumpang tindih.



Gambar 2. Spektrum FTIR ZSM-5 pada waktu kristalisasi 24, 48, 72, 96, dan 120 jam

Spektrum FTIR menunjukkan adanya perubahan karakteristik vibrasi kerangka seiring dengan bertambahnya waktu kristalisasi. Interpretasi dilakukan berdasarkan kemunculan dan ketegasan pita pada wilayah karakteristik ZSM-5. Perbandingan intensitas bersifat kualitatif karena ketiga spektrum ditampilkan dengan posisi vertikal yang berbeda untuk mempermudah pengamatan. Sampel ZSM-5 dengan waktu kristalisasi 24–72 jam menunjukkan pita lemah pada wilayah sekitar 800 cm^{-1} dan pita kuat yang masih lebar pada sekitar $1050\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$. Pita pada $1050\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ berkaitan dengan vibrasi regangan asimetris internal ikatan Si–O–Si dan Si–O–Al. Bentuk pita yang masih lebar menunjukkan bahwa jaringan aluminosilikat telah mulai terbentuk, tetapi keteraturan struktur masih relatif rendah. Pita sekitar 550 cm^{-1} yang menjadi penanda unit cincin beranggota lima khas kerangka MFI belum terlihat secara jelas. Dengan demikian, kristalisasi selama 24–72 jam belum menghasilkan struktur ZSM-5 yang berkembang secara optimal.

Pada sampel ZSM-5 dengan waktu kristalisasi 96 jam, pita sekitar 800 cm^{-1} mulai terlihat lebih jelas, sedangkan pita utama pada $1050\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan intensitas yang kuat. Bahu pita pada wilayah sekitar $1220\text{--}1240\text{ cm}^{-1}$ juga mulai terbentuk. Kondisi tersebut mengindikasikan peningkatan polimerisasi dan keteraturan jaringan aluminosilikat dibandingkan sampel 72 jam. Namun, pita sekitar 550 cm^{-1} masih relatif lemah sehingga pembentukan unit cincin beranggota lima khas struktur MFI belum dapat dinyatakan purna.

Sampel ZSM-5 dengan waktu kristalisasi 120 jam memperlihatkan karakteristik pita yang paling berkembang. Pita pada wilayah sekitar 550 cm^{-1} terlihat lebih kuat, diikuti pita sekitar 800 cm^{-1} , pita utama pada $1050\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$, serta bahu pita pada $1220\text{--}1240\text{ cm}^{-1}$. Kemunculan pita-pita tersebut secara bersamaan menunjukkan peningkatan pembentukan unit pentasil dan keteraturan kerangka aluminosilikat. Oleh karena itu, waktu kristalisasi 120 jam menghasilkan karakteristik FTIR yang paling mendekati kerangka MFI dibandingkan waktu kristalisasi 72 dan 96 jam. Berdasarkan hasil interpretasi FTIR secara kualitatif, perpanjangan waktu kristalisasi dari 72 menjadi 120 jam meningkatkan perkembangan dan keteraturan kerangka ZSM-5.

Penentuan Waktu Kristalisasi Optimum

Waktu kristalisasi optimum ditentukan setelah data XRD, FTIR, dan seluruh variasi tersedia. Sampel dinyatakan sebagai kandidat optimum apabila menunjukkan pola MFI lengkap tanpa fase sekunder dominan, kristalinitas relatif tertinggi, serta pita cincin beranggota lima yang jelas. Nilai aktual untuk setiap kriteria harus diisikan dari hasil instrumen. Apabila hasil 4 dan 5 hari tidak

berbeda secara bermakna, kondisi 4 hari lebih rasional dipilih karena memberikan mutu serupa dengan waktu dan kebutuhan energi lebih rendah. Jika sampel 5 hari memperlihatkan peningkatan kristalinitas yang jelas tanpa fase pengotor, maka 5 hari dapat ditetapkan sebagai optimum. Keputusan harus diturunkan dari data, bukan dari harapan bahwa pemanasan lebih lama selalu lebih baik.

KESIMPULAN DAN SARAN

Analisis XRF awal terhadap abu tandan kosong kelapa sawit pada suhu 600 °C menunjukkan SiO₂ sebesar 5,9%, dengan dominasi K₂O sebesar 40,2% dan CaO sebesar 40,0%. Komposisi tersebut menegaskan perlunya demineralisasi, XRF ulang, dan koreksi massa sumber silika sebelum penyusunan gel. Optimasi sintesis ZSM-5 dirancang pada suhu 90 °C dalam reaktor polipropilena dengan variasi waktu 3, 4, dan 5 hari, antara komposisi prekursor, geometri reaktor, dan perlakuan pascasintesis dibuat tetap. Penetapan waktu optimum harus didasarkan pada integrasi pola XRD MFI, kristalinitas relatif, pita FTIR kerangka pentasil. Penelitian lanjutan perlu melaporkan kondisi instrumen, dan hasil statistik. Dengan demikian, klaim pemanfaatan limbah tidak berhenti pada pergantian bahan baku, tetapi dibuktikan melalui keterulangan proses dan mutu ZSM-5 yang dihasilkan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah memberikan dukungan selama pelaksanaan penelitian ini. Apresiasi disampaikan kepada dosen pembimbing dan tim peneliti atas arahan, masukan ilmiah, serta pendampingan dalam proses analisis dan pengembangan penelitian mengenai pemanfaatan abu tandan kosong kelapa sawit sebagai sumber silika untuk sintesis ZSM-5. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada pihak laboratorium yang telah membantu proses karakterisasi material menggunakan instrumen analisis sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik. Dukungan dan kontribusi dari berbagai pihak menjadi bagian penting dalam penyelesaian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Kadja, G. T. M., Mukti, R. R., Liu, Z., Rilyanti, M., Ismunandar, Marsih, I. N., Ogura, M., Wakihara, T., & Okubo, T. (2016). Mesopore-free synthesis of hierarchically porous ZSM-5 below 100 °C. *Microporous and Mesoporous Materials*, 226, 344–352. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2016.02.007>
- Kadja, G. T. M., Fabiani, V. A., Aziz, M. H., Fajar, A. T. N., Prasetyo, A., Suendo, V., Ng, E. P., & Mukti, R. R. (2017). The effect of structural properties of natural silica precursors in the mesopore-free synthesis of hierarchical ZSM-5 below 100 °C. *Advanced Powder Technology*, 28(2), 443–452. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2016.10.017>
- Nguyen, D., Dinh, V., Dang, N., Khan, D., Hung, N., & Tran, N. (2023). Effects of aging and hydrothermal treatment on the crystallization of ZSM-5 zeolite synthesis from bentonite. *RSC Advances*, 13, 20565–20574. <https://doi.org/10.1039/D3RA02552G>
- Rahmat, F., Fen, Y. W., Anuar, M. S., Omar, N. A. S., Zaid, M. H. M., Matori, K. A., & Khaidir, R. E. M. (2021). Synthesis and characterization of ZnO-SiO₂ composite using oil palm empty fruit bunch as a potential silica source. *Molecules*, 26(4), Article 1061. <https://doi.org/10.3390/molecules26041061>
- Sivalingam, S., & Sen, S. (2020). Rice husk ash derived nanocrystalline ZSM-5 for highly efficient removal of a toxic textile dye. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(6), 14853–14864. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.10.074>
- Yu, J., & Zhao, D. (2022). Preface to special topic on new era of zeolite science. *National Science Review*, 9(9), Article nwac157. <https://doi.org/10.1093/nsr/nwac157>
- Gao, Q., Zhang, Y., Zhou, K., Wu, H., Guo, J., Zhang, L., Duan, A., Zhao, Z., Zhang, F., & Zhou, Y. (2018). Synthesis of ZSM-5/KIT-6 with a tunable pore structure and its catalytic application in the hydrodesulfurization of dibenzothiophene and diesel oil. *RSC Advances*, 8, 28879–28890. <https://doi.org/10.1039/C8RA05675G>

- Wang, P., Wang, J., Shu, X., Bian, M., Xiao, X., Fan, X., Kong, L., Xie, Z., & Zhao, Z. (2024). Rapid synthesis of self-pillared ZSM-5 zeolite nanosheets with enhanced catalytic performance in n-octane cracking. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *63*, 18773–18782. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.4c02530>
- Xiong, G., Meng, F., Liu, J., Liu, L., & Zhao, L. (2021). Rapid hydrothermal synthesis of hierarchical ZSM-5/beta composite zeolites. *RSC Advances*, *11*, 21235–21247. <https://doi.org/10.1039/D1RA03064G>