

PENGARUH WAKTU AGING PADA MODIFIKASI PORI ZEOLIT ALAM DENGAN *CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE* (CTABr)

T. E. Purbaningias¹, P. Kurniawati², B. Wiyantoko³, D. Prasetyoko⁴, Suprpto⁵

^{1, 2, 3}Program Studi D III Analis Kimia, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, Indonesia

^{4, 5}Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya, Indonesia

e-mail: tri.esti.p@uii.ac.id

Abstrak

Penelitian bertujuan untuk melihat pengaruh waktu aging pada sintesis material mesopori. Material mesopori hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, FTIR dan fisisorpsi nitrogen. Analisis XRD menunjukkan bahwa variasi waktu aging berpengaruh pada struktur mesopori dari zeolit alam (MZ). Spektrum FTIR menunjukkan adanya silanol dan siloksan pada sampel MZ dan modifikasi zeolit alam (MMZ). Hal ini membuktikan bahwa sampel MZ dan MMZ pada semua variasi waktu aging merupakan material kaya silika. Analisis fisisorpsi nitrogen memberi informasi bahwa penambahan waktu aging menyebabkan diameter pori yang lebih besar dan luas permukaan spesifik yang lebih kecil serta dibandingkan dengan bahan baku (zeolit alam, MZ) karena keterlibatan surfaktan kationik (CTABr) selama sintesis.

Kata kunci: Zeolit alam, mesopori, waktu aging

Abstract

This study investigated effect of aging time on synthesis of mesopore materials. Characterization materials used XRD, FTIR and nitrogen physisorption. XRD diffractograms shown variations aging time caused the mesopores structure of natural zeolite (MZ). All FTIR spectra shown presence of silanol and siloxane in the sample MZ and modified of natural zeolite (MMZ). It is proved that all the samples MZ and MMZ on any variation is economical silica-based material. Meanwhile physisorption nitrogen profiles gave information that the addition of aging time lead a larger pore diameter and smaller specific surface area as well as than raw material because of cationic surfactant involvement during synthesis.

Keywords : Natural zeolite, mesoporous, aging time

PENDAHULUAN

Material alam banyak dimanfaatkan sebagai adsorben karena cukup mudah ditemukan dan harganya cukup murah. Pemanfaatan material alam yang sering digunakan sebagai adsorben alam adalah zeolit alam. Zeolit alam dapat digunakan sebagai adsorben dalam pemurnian nilam untuk peningkatan kualitas ekspor minyak nilam (Purbaningtyas, Wiyantoko, Kurniawati, & Sari, 2014). Untuk meningkatkan daya dan efektivitas adsorpsi dari adsorben alam dilakukan modifikasi berupa sistem mesopori. Material mesopori akan memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan luas permukaan adsorben alam yang belum dimodifikasi, sehingga kontak *binding site* pada adsorben dan adsorbat akan semakin luas. Menurut IUPAC, material porous dibagi menjadi tiga kelas; material mikropori (ukuran pori-pori < 2nm), mesopori (2–50nm), dan makropori (>50nm) (Sing et al., 1985). Contoh material porous seperti *clay*, alumina anodik, karbon nanotubes dan yang berhubungan dengan karbon porous lainnya. Diantara semua material mikropori, zeolit dikenal yang terbaik, karena mempunyai distribusi ukuran mikropori yang seragam dan sempit pada sistem pori-porinya (Wang, Wenbo, Wuzong, & Marc-Olivier, 2009). Molekul mesopori memiliki pori-pori yang cukup besar, sehingga dapat digunakan untuk polimer dan senyawa yang berukuran besar lainnya serta menghasilkan dispersi partikel yang lebih baik (Zhang, Kenneth, Balkus, Inga, & John, 2008). Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian mengenai pembuatan material berpori meso dari zeolit alam.

Lee et al., (2008) melakukan sintesis material mesopori dari zeolit konvensional menggunakan surfaktan kationik *cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr) sebagai bahan pengarah mesostruktur. Skema proses sintesis dapat dilihat pada Gambar 1. Pada langkah awal kandungan logam Si dan Al dalam zeolit konvensional didekonstruksi menjadi nano material dengan cara melarutkannya dalam larutan NaOH.

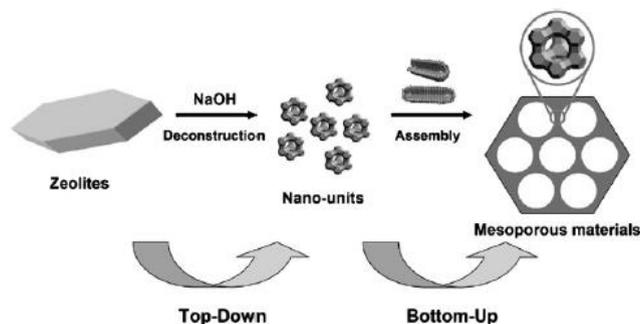
Selanjutnya kandungan logam tersebut dikonstruksi ulang dengan cara pembentukan ulang menggunakan CTABr sebagai pengarahnya. Langkah terakhir adalah kalsinasi, pada proses ini CTABr akan terdekomposisi dan hilang dari material sehingga akan terbentuk pori meso pada material tersebut (Lee et al., 2008).

Efektivitas penggunaan surfaktan dalam modifikasi pori dapat dipengaruhi oleh berbagai macam parameter, salah satunya adalah aging. Aging adalah suatu langkah dalam proses nukleasi pada sintesis zeolit, yang dapat mempengaruhi proses kristalisasi dan produk akhir zeolit (Wu, Ren, & Wang, 2008). Contohnya, Guray dalam Corma, Corell, & Perez-Pariente, (1995) menemukan bahwa suatu langkah aging sebelum sintesis hidrotermal zeolit MCM-22 dapat mempersingkat waktu kristalisasi dan meningkatkan kristalinitas produk. Liu dalam Wu et al., (2008) menyatakan bahwa meningkatnya waktu aging sebelum kristalisasi hidrotermal dapat memperluas rentang dari rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Wu et al., (2008) meneliti tiga proses aging yang berbeda yaitu aging dengan microwave, aging dengan ultrasound dan aging dengan pengadukan. Hasilnya menunjukkan bahwa aging dengan microwave dan ultrasound dapat mempercepat kristalisasi MCM-22. Peningkatan temperatur dan waktu aging dengan microwave mengakibatkan pengurangan waktu kristalisasi dan ukuran partikel. Proses aging dengan microwave akan menghasilkan MCM-22 yang murni dan memiliki kristalinitas tinggi dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang tinggi yaitu sebesar 80. Kenaikkan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menghasilkan partikel MCM-22 yang lebih kecil.

Waktu aging gel berhubungan dengan pembentukan kristal ZSM-5 selama kristalisasi *seeding gel* dengan penambahan CTA^+ . Meskipun sampel diaging selama 72 jam memiliki kristalinitas yang lebih tinggi daripada sampel yang diaging selama 24 jam, tetapi lebih rendah daripada sampel yang disiapkan dari gel yang diaging selama 48 jam. Hal ini disebabkan selama proses

aging terjadi pembentukan prekursor ZSM-5 primer. Waktu aging yang meningkat mengakibatkan prekursor ZSM-5 yang terbentuk semakin banyak dan jumlah agregat yang berubah menjadi partikel lebih besar meningkat, dimana partikel tersebut

tidak dapat bergabung ke dalam dinding pori MCM-41 (Goncalves, Dimitrov, Jorda, Wallau, & Urquieta-Gonzalez, 2008). Pada penelitian ini akan dilakukan pembahasan mengenai pengaruh waktu aging pada proses modifikasi pori dari zeolit alam.



Gambar 1 Skema sintesis material mesopori dari zeolit konvensional (Lee et al., 2008)

METODE

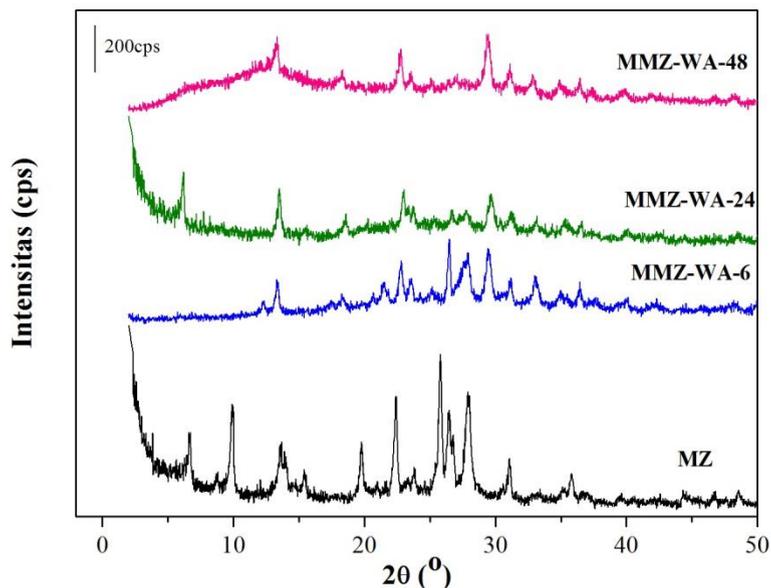
Material mesopori disintesis sesuai metode penelitian yang dilakukan oleh Lee et al., (2008). Zeolit alam dilarutkan dengan larutan NaOH. Komposisi rasio molar NaOH dan jumlah logam pada zeolit alam ($\text{NaOH}/\Sigma_{\text{logam}}$) adalah 0,5-4,0. Larutan NaOH dibuat dengan melarutkan 1,5 g NaOH dalam 5 g akuades. Campuran zeolit alam dan NaOH diaduk hingga terbentuk larutan yang jernih, setelah itu ditambahkan dengan 2,5 g akuades. Larutan ini merupakan larutan sumber kerangka material mesopori (MM). Selanjutnya dibuat larutan CTABr dengan cara 4,6 g CTABr dilarutkan dalam 70 g akuades. Larutan sumber kerangka ditambahkan ke dalam larutan CTABr setetes demi setetes dengan diaduk secara terus menerus, setelah itu dilakukan proses aging dengan cara larutan diaduk selama 24 jam pada temperatur ruang. Selanjutnya campuran dipanaskan pada 373 K selama 24 jam. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuades serta dikeringkan pada 373 K semalaman. Setelah itu padatan yang terbentuk dicuci dengan campuran HCl/etanol dan dikalsinasi pada 823 K selama 3 jam untuk menghilangkan

surfaktan CTABr. Hasil sintesis ini dinotasikan sebagai MMZ-WA-24. Langkah-langkah sintesis MMZ dilakukan kembali dengan melakukan variasi pada metode sintesisnya yaitu variasi waktu aging yaitu 6 dan 48 jam, hasil sintesis dinotasikan sebagai MMZ-WA-6 dan MMZ-WA-48 sedangkan zeolit alam tanpa modifikasi dinotasikan sebagai MZ.

HASIL DAN PEMBAHASAN

X-Ray Diffraction (XRD)

Difraktogram pada Gambar 2 menunjukkan beberapa puncak tajam dengan intensitas tinggi pada difraktogram zeolit alam. Puncak yang memiliki intensitas tinggi pada $2\theta = 10^\circ, 15^\circ, 20^\circ-30^\circ$ merupakan komponen-komponen penyusun zeolit alam. Variasi waktu aging dapat meningkatkan kristalinitas dari sampel. Puncak pada sudut rendah ($2\theta < 5^\circ$) mengindikasikan adanya mesopori pada sampel, adanya variasi waktu aging justru menyebabkan hilangnya puncak pada sudut rendah yang menunjukkan bahwa tidak terbentuk mesopori pada material MMZ.



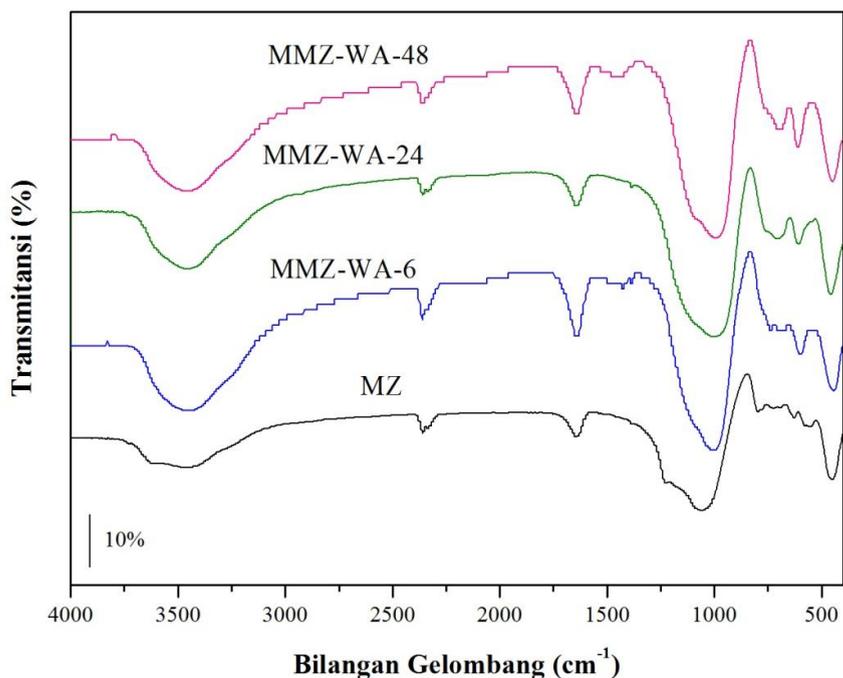
Gambar 2. Difraktogram dari zeolit alam dan zeolit alam termodifikasi pori dengan variasi waktu aging (pengadukan)

Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengaruh variasi waktu aging terhadap analisis FTIR dari zeolit alam (MZ) dapat dilihat pada Gambar 3 dan Tabel 1. Pada Gambar 3 menunjukkan perbedaan waktu aging 6 jam (MMZ-WA-6), 24 jam (MMZ-WA-24) dan 48 jam (MMZ-WA-48) tidak berpengaruh terhadap gugus fungsi yang ada dalam sampel MZ. Hal ini menunjukkan bahwa tidak adanya perubahan yang terjadi pada gugus fungsi MZ. Spektra IR pada Gambar 3 menunjukkan pita serapan spesifik untuk gugus fungsi hidroksil *stretching*, hidroksil *bending*, silanol dan siloksan. Munculnya puncak melebar pada daerah bilangan gelombang $3400 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus hidroksil ($-\text{OH}$) *stretching* dari gugus silanol dan molekul kristal H_2O yang teradsorpsi di permukaan material. Keadaan tersebut diperkuat dengan munculnya pita serapan pada $1635 - 1641 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi $-\text{OH}$ *bending* dari molekul H_2O . Serapan vibrasi jembatan $\text{O} - \text{Si} - \text{O}$ *symmetric* dan *asymmetric* ditunjukkan pada daerah $1046 -$

1099 cm^{-1} . Dengan munculnya pita serapan di sekitar 3400 cm^{-1} dan 1100 cm^{-1} membuktikan adanya vibrasi *stretching* gugus $\text{Si} - \text{O} - \text{H}$ dari gugus silanol ataupun ikatan molekul H_2O di permukaannya. Pita serapan pada daerah sekitar 1100 cm^{-1} juga menunjukkan gugus $\text{Al} - \text{O}$ pada struktur TO_4 (tetrahedral). Adanya gugus siloksan ($\text{Si} - \text{O}$) ditunjukkan dengan munculnya pita serapan pada bilangan gelombang $448 - 467 \text{ cm}^{-1}$.

Secara garis besar munculnya pita serapan spesifik pada hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan pada sampel MZ dan MMZ. Hal tersebut membuktikan bahwa semua sampel MZ dan MMZ pada variasi apapun tersebut merupakan material ekonomis yang kaya akan silika. Hasil karakterisasi FTIR tersebut juga linear dengan penelitian Ibrahim, El-Hemaly, & Abdel-Karem, (1980), Mahamed, Zidan, & Thabet, (2008), Suyanta & Kuncaka, (2011), Govindarajan, & Jayalakhsmi, (2011), serta Moises, Da Silva, Meneguim, Giroto, & Radovanoic, (2013).



Gambar 3. Spektra FTIR modifikasi pori zeolit alam dengan variasi waktu aging

Tabel 1. Hasil Analisis Gugus Fungsional

No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Keterangan
	MZ	MMZ-WA-6	MMZ-WA-24	MMZ-WA-48	
1	3459,5	3451,62	3453,14	3452,00	Hidroksil <i>stretching</i>
2	1642,91	1639,63	1642,68	1641,92	Hidroksil <i>bending</i>
3	1059,23	1003,69	1002,49	992,00	Si – O <i>symmetric</i> dan <i>asymmetric</i>
4	797,00	-	-	-	<i>Symmetric stretching</i> –OTO-dari TO ₄ tetrahedral Silanol <i>stretching</i>
5	725,08	-	707,84	693,03	<i>Four-membered ring</i>
6	627,31	598,32	608,63	610,90	<i>Five-membered ring</i> <i>Six-membered ring</i>
7	553,02	-	-	-	<i>Five-membered ring</i> <i>Double ring</i>
8	449,49	443,42	456,96	449,64	T-O <i>bending</i> dari TO ₄ tetrahedral Siloksan <i>bending</i>

Perbedaan bilangan gelombang pada sampel zeolit alam tanpa modifikasi dan dengan modifikasi dirangkum pada Tabel 1. Pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa terdapat puncak-puncak yang tetap ada setelah dilakukan modifikasi pada zeolit alam, yaitu puncak pada bilangan gelombang 3400, 1600, 1000, 600, dan 450 cm^{-1} . Keseluruhan puncak tersebut menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan pada semua sampel. Perbedaan terjadi pada bilangan gelombang 800, 700, dan 550 cm^{-1} . Puncak pada bilangan gelombang 800 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus silanol atau TO_4 tetrahedral (Li & Wu, 2003). Adanya modifikasi dengan CTABr pada semua variasi waktu aging menyebabkan hilangnya puncak pada bilangan gelombang 800 cm^{-1} , hal ini menunjukkan modifikasi pori menyebabkan hilangnya gugus silanol tetrahedral. Hal ini disebabkan pelarutan antara zeolit alam dan NaOH yang kurang efektif atau perubahan gugus $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ menjadi $\equiv\text{Si-OH}$ tidak terjadi secara maksimal. Penambahan NaOH berfungsi melarutkan Si dari zeolit alam sehingga dapat dibentuk ulang menjadi material berpori dengan CTABr (Lee et al., 2008).

Puncak pada bilangan gelombang 760-700 cm^{-1} menunjukkan adanya cincin empat (*four-membered rings*) pada semua sampel zeolit kecuali sampel MMZ-WA-6. Pada bilangan gelombang 610-560 cm^{-1} semua sampel menghasilkan puncak yang berarti memiliki cincin lima ataupun enam (*five-membered ring* atau *six-membered ring*), penguatan adanya cincin lima pada zeolit ditunjukkan pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} hanya terdapat pada sampel zeolit alam tanpa modifikasi (Auerbach et al., 2003). Berdasarkan data tersebut dapat dikatakan bahwa modifikasi pori zeolit alam dengan surfaktan CTABr dapat menyebabkan perubahan bentuk cincin silika yang ada struktur zeolit. Selain itu juga, puncak pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} menunjukkan struktur kristal *MEL-type* (*silicalite-2*) yang memiliki rata-rata ukuran partikel kurang dari 100 nm (Li & Wu, 2003). Hal yang sama juga dijelaskan (Kosanovic et

al., 2008), puncak pada 510 dan 650 cm^{-1} kemungkinan disebabkan adanya partikel kristal parsial atau terpisah yang memiliki ukuran nano (*quasi-crystalline*).

Adsorpsi-Desorpsi (N_2)

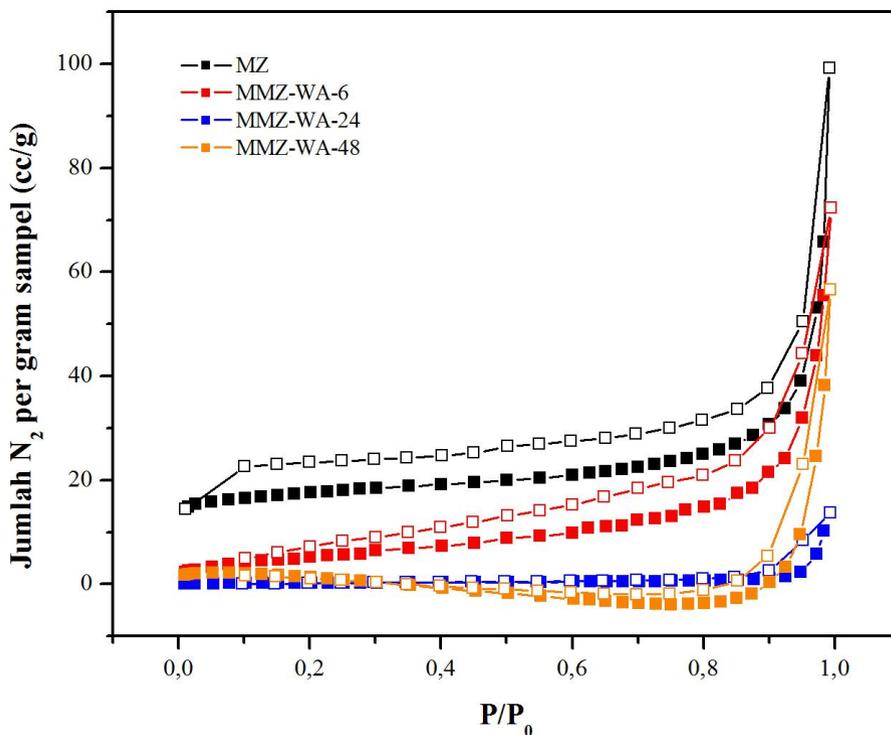
Adsorpsi nitrogen merupakan adsorpsi fisik yang digunakan dalam metode BET untuk menentukan total luas permukaan dan struktur pori suatu padatan (Haber et al., 1995). Persamaan BET hanya dapat digunakan untuk adsorpsi isoterm yang mempunyai nilai P/P_0 berkisar antara 0,05 sampai 0,3 (Adamson & Gast, 1997). Gambar 4 merupakan isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 dari zeolit alam tanpa modifikasi, MMZ-WA-6, MMZ-WA-24, MMZ-WA-48. Pola isoterm adsorpsi-desorpsi seluruh sampel memperlihatkan adanya *loop* histeresis pada daerah pertengahan yang identik dengan tipe isoterm adsorpsi-desorpsi tipe IV yaitu jenis adsorpsi dari padatan mesopori, yang memiliki ukuran diameter pori 2-50 nm (Gregg & Sing, 1982). Adanya pori pada permukaan padatan akan menyebabkan terjadinya fenomena kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler inilah yang menyebabkan terjadinya *loop* histeresis (Adamson & Gast, 1997). *Loop* histeresis pada tekanan relatif yang hampir sama dari 0,55 sampai 0,8, yang berarti distribusi ukuran diameter porinya hampir identik pada kisaran 3-6 nm (Choi, Kim, Yoo, & Lee, 2008). Hasil ini sesuai dengan indikasi yang didapat dari analisis XRD. Pada analisis XRD puncak pada $2\theta < 5$ menunjukkan indikasi mesopori material. Pada sampel zeolit alam, adanya penambahan CTABr mengakibatkan puncaknya menurun yang berarti bahwa modifikasi menyebabkan hilangnya pori meso.

Pembuktian terhadap adanya mesopori pada permukaan sampel dapat dilihat dari data distribusi ukuran pori berdasarkan analisis *Barret, Joiner, Halenda* (BJH) pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa adanya histeresis pada semua sampel disebabkan adanya pori berukuran meso yang ditunjukkan dengan

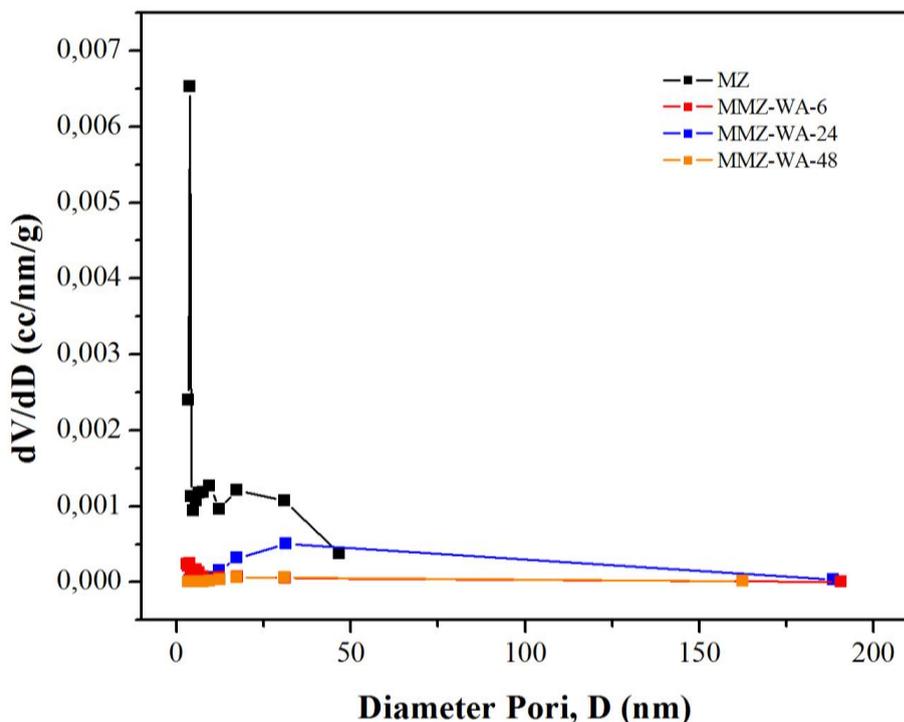
adanya puncak pada diameter pori lebih dari 2 nm. Puncak tertinggi pada sampel menunjukkan ukuran diameter pori yang paling dominan. Pada Gambar 5 juga menunjukkan bahwa pada sampel MZ memiliki satu puncak utama yang menunjukkan satu ukuran dominan yaitu 3,84 nm, tetapi terdapat satu puncak lagi yang berukuran lebih kecil yang menunjukkan jumlah pori berukuran 17,33 nm yang sedikit. Sedangkan pada zeolit alam termodifikasi, puncak yang terbentuk sangat kecil menunjukkan jumlah pori yang lebih sedikit dibandingkan dengan zeolit alam tanpa modifikasi. Pada sampel MMZ-WA-6, puncak terbentuk pada ukuran diameter pori sebesar 3,83 nm. Ukuran pori dominan pada sampel MMZ-WA-24 dan MMZ-WA-48 berturut-turut yaitu sebesar 31, 48 dan 30,94 nm.

Hasil analisis permukaan dan struktur pori dengan adsorpsi-desorpsi

nitrogen ditunjukkan pada Tabel 2. Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa waktu *aging* berpengaruh pada luas permukaan dan porositas. Semakin lama waktu *aging* maka luas permukaan akan semakin kecil dan diameter pori akan semakin besar. Proses *aging* menyebabkan hidrolisis silan dan spesies yang terhidrolisis masuk ke dalam pori-pori sebagai jaringan gel. Pengendapan monomer silika ke dalam pori-pori akan menghasilkan tambahan mikroporositas dimana pengendapan dalam jaringan gel akan meningkatkan kekuatan dan kekakuan dari gel dan juga meningkatkan mesoporositas (Smitha et al., 2006). Waktu *aging* yang semakin lama akan menyebabkan semua zeolit yang disintesis akan menutupi kerangka atau template dan membentuk material yang besar atau *bulky* sehingga mengurangi luas permukaan (Alaba, Sani, & Daud, 2015).



Gambar 4. Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dari zeolit alam tanpa dan dengan modifikasi. Adsorpsi (tertutup, ■), desorpsi (terbuka, □).



Gambar 5. Distribusi ukuran pori sampel dari zeolit alam tanpa dan dengan modifikasi, dimana dV/dD adalah perubahan volume adsorbat pada tiap-tiap diameter pori per gram sampel.

Tabel 2. Hasil analisis adsorpsi desorpsi nitrogen pada MZ dan MMZ

Sampel	Luas Permukaan (m ² /g)	Diameter Pori (nm)	Volume Total Pori (cc/g)	Rata-rata Ukuran Pori (nm)
MZ	55,697	3,837	0,154	11,045
MMZ-WA-6	20,044	3,827	0,112	22,319
MMZ-WA-24	0,835	31,48	0,021	101,934
MMZ-WA-48	1,171	30,943	0,088	299,03

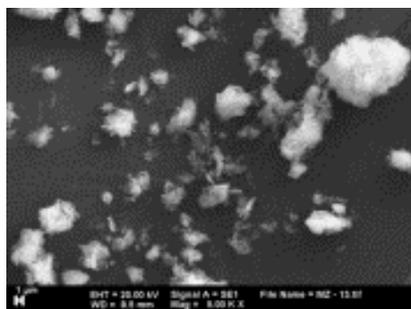
Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari material. Gambar 6 menunjukkan morfologi zeolit alam sebelum dan sesudah modifikasi CTABr dengan pengaruh waktu aging pada perbesaran 5000 kali. Pada Gambar 6 dapat dilihat pengaruh modifikasi menggunakan CTABr pada penampakan/morfologi dari zeolit alam.

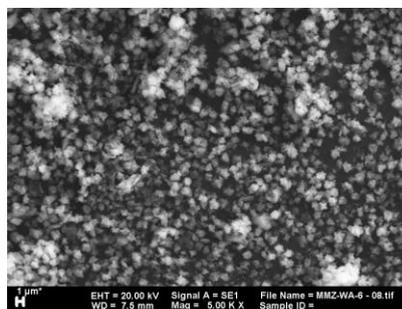
Pada zeolit alam, adanya modifikasi CTABr menyebabkan bergabungnya partikel-partikel padatan yang kecil menjadi sebuah padatan yang lebih besar. Hasil ini mendukung data analisis FTIR, dimana pada sampel zeolit alam, MZ memiliki puncak pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} yang menunjukkan ukuran partikel yang terbentuk adalah

terpisah atau parsial dan berukuran kecil atau

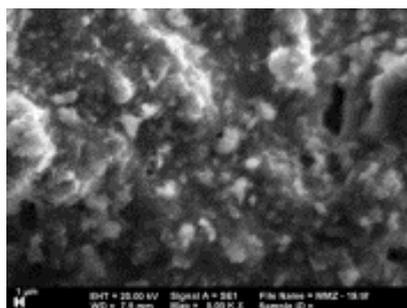
nano.



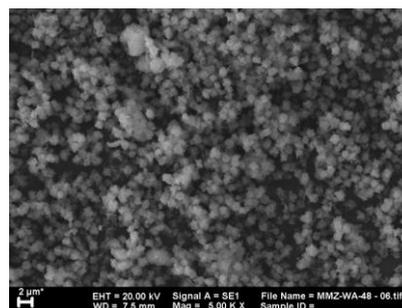
MZ



MMZ-WA-6



MMZ-WA-24



MMZ-WA-48

Gambar 6. Morfologi SEM zeolit alam dan modifikasi pori zeolit alam dengan variasi waktu aging

PENUTUP

Analisis XRD menunjukkan variasi waktu aging dapat menyebabkan struktur mesopori pada zeolit alam hilang. Secara garis besar munculnya pita serapan spesifik pada hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan pada sampel MZ dan MMZ. Hal tersebut membuktikan bahwa semua sampel MMZ pada waktu aging berapapun tersebut merupakan material ekonomis yang kaya akan silika. Variasi waktu aging tidak mengubah gugus fungsi yang ada dalam sampel MMZ. Penambahan waktu *aging* berpengaruh pada luas permukaan dan porositas. Semakin lama waktu *aging* maka luas permukaan akan semakin kecil dan diameter pori akan semakin besar.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didanai oleh Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi melalui Hibah Penelitian Kerjasama Antar Perguruan Tinggi (PEKERTI) antara Universitas Islam Indonesia dan Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya Tahun 2015-2016.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W., & Gast, A. P. (1997). *Physical Chemistry of Surfaces*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Alaba, P. A., Sani, Y. M., & Daud, W. M. A. W. (2015). Synthesis and characterization of hierarchical nanoporous HY zeolites from acid-activated kaolin, 36, 1846–1851.
- Choi, J., Kim, J., Yoo, K. S., & Lee, T. G. (2008). Synthesis of mesoporous TiO₂/γ-Al₂O₃ composite granules with

- different sol composition and calcination temperature, *181*, 83–88.
- Corma, A., Corell, C., & Perez-Pariente, J. (1995). Synthesis and characterization of the MCM-22 zeolite, *15*, 2–8.
- Goncalves, M. L., Dimitrov, L. D., Jorda, J., Wallau, M., & Urquieta-Gonzalez, E. A. (2008). Synthesis of mesoporous ZSM-5 by crystallization of aged gels in the presence of cetyltrimethylammonium cations, *133–135*, 69–79.
- Govindarajan, D., & Jayalakshmi, G. (2011). XRD, FTIR and Microstructure Studies of Calcined Sugarcane Baggase Ash, *2*(3), 544–549.
- Gregg, G., S. J., & Sing, K. S. W. (1982). *Adsorption, Surface Area and Porosity* (2nd Edition). London: Academic Press.
- Ibrahim, D. M., El-Hemaly, S., & Abdel-Karem, F. (1980). Study of Rice Hush Ash Silica by Infrared Spectroscopy, *37*, 307–314.
- Kosanovic, C., Bosnar, S., Subotic, B., Svetlicic, V., Misic, T., Drazic, G., & Havancsak, K. (2008). Study of the microstructure of amorphous aluminosilicate gel before and after its hydrothermal treatment, *110*(2), 177–185.
- Lee, H. I., Park, H. J., Park, Y., Hur, J. Y., Jeon, J., & Kim, J. M. (2008). Synthesis of highly stable mesoporous aluminosilicates from commercially available zeolites and their application to the pyrolysis of woody biomass, *132*, 68–74.
- Li, C., & Wu, Z. (2003). Microporous Materials Characterized by Vibrational Spectroscopies. In *Handbook Of Zeolite Science And Technology*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Mahamed, M. M., Zidan, F. I., & Thabet, M. (2008). Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Rice Husk Ash: Characterization and Implications for Photocatalytic Degradation Catalysts, *108*, 193–203.
- Moises, M. P., Da Silva, C. T., Meneguim, J. G., Giroto, E. M., & Radovanoic, E. (2013). Synthesis of Zeolite NaA from Sugarcane Bagasse Ash, *108*, 243–246.
- Purbaningtias, T. E., Wiyantoko, B., Kurniawati, P., & Sari, M. K. (2014). Pengaruh Jenis Adsorben dan Waktu Kontak Terhadap Penurunan Bilangan Asam Minyak Nilam, *14*(1).
- Sing, K. S. W., Everett, D. H., Haul, L., Moscou, Pierotti, R. A., Rouquerol, J., & Siemieniewska, T. (1985). Reporting physisorption data for Gas/solid systems With special reference to the determination of surface area and porosity., *57*(4), 603–619.
- Smitha, S., Shajesh, P., Aravind, P. R., Rajesh, K. S., Pillai, P. K., & Warriier, K. G. K. (2006). Effect Of Aging Time And Concentration Of Aging Solution On The Porosity Characteristics Of Subcritically Dried Silica Aerogels, *91*, 286–292.
- Suyanta, & Kuncaka, A. (2011). Utilization of Rice Husk as Raw Material in Synthesis of Mesoporous Silicates MCM-41, *11*(3), 279–284.
- Wang, J., Wenbo, Y., Wuzong, Z., & Marc-Olivier, C. (2009). TUD-C: A tunable, hierarchically structured mesoporous zeolite composite, *120*, 19–28.
- Wu, Y., Ren, X., & Wang, J. (2008). Effect of microwave-assisted aging on the static hydrothermal synthesis of zeolite MCM-2, *116*, 386–393.
- Zhang, Y., Kenneth, J., Balkus, J., Inga, H. M., & John, P. F. (2008). Mixed-matrix membranes composed of Matrimid and ZSM-5 mesoporous Nanoparticles, *325*, 28–39.