

PENGARUH WAKTU SONIKASI SELAMA SINTESIS TERHADAP KRISTALINITAS MCM-41 BERBASIS SILIKAT

M. Mahfudz Fauzi S.^{1*}, Sutarno², Suyanta²

¹ Program Studi Pendidikan Kimia, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Lampung
Jalan Soemantri Brojonegoro No.1 Gedung Meneng, Bandar Lampung, Indonesia 35145

² Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada
Jalan Persatuan Sekip Utara, Yogyakarta, Indonesia 55281

*m.mahfudz.fauzi.s@gmail.com

ABSTRAK: Telah disintesis MCM-41 dengan metode sonikimia dengan berbahan dasar natrium silikat sebagai sumber silika dan setiltrimetilamonium bromida sebagai surfaktan. Campuran homogen dari semua reagen disonikasi dengan variasi waktu selama 60 menit, 90 menit, 120 menit, dan 150 menit. Padatan yang terbentuk selama sonikasi, disaring dan dikeringkan selama 6 jam pada 110 °C dan dikalsinasi pada 550 °C selama 6 jam juga. Hasil karakterisasi dengan menggunakan XRD dan spektroskopi FTIR menunjukkan kondisi optimum MCM-41 diperoleh dengan sonikasi selama 90 menit.

Kata kunci: MCM-41, Ultrasonik, Sonokimia, Kristalinitas

ABSTRACT: MCM-41 was synthesized by using sonichemistry method with sodium silicate as silica source and surfactants cethyltrimethylammonium bromide (CTMABr). The homogeneously mixtures were sonicated for 60 minutes, 90 minutes, 120 minutes, and 150 minutes. The solid materials during sonication were dried for 6 hours at 110 °C and calcined at 550°C for 6 hours too. By using XRD and FTIR, the result showed that the optimum product of MCM-41 was obtained at the time of sonication for 90 minutes.

Keywords: MCM-41, Ultrasound, Sonochemistry, Crystallinity

1. PENDAHULUAN

Dewasa ini material silikat mesopori mengalami perkembangan yang sangat pesat dan menempati posisi teratas dalam ilmu material. Salah satu material silikat mesopori yang paling dikenal adalah *Mobil Composition of Matter* No. 41 (MCM-41). Sejak ditemukan awal tahun 1992 oleh tim peneliti dari *Mobil Oil Corporation*, banyak peneliti yang tertarik untuk mempelajarinya. Hal ini disebabkan MCM-41 memiliki pori berbentuk silinder yang terkemas dalam fasa heksagonal, keseragaman ukuran pori dengan diameter sekitar 15-100 Å, luas permukaan

spesifik yang besar (~1.000 m²/g), dan stabilitas termal yang baik[1].

Secara umum MCM-41 disintesis menggunakan metode hidrotermal. Campuran reagen yang berupa air sebagai pelarut, agen pengarah struktur, dan sumber silika diletakkan dalam autoklaf kemudian dipanaskan pada suhu yang relatif tinggi sekitar 150 °C selama 48 jam sampai dihasilkan endapan putih. Endapan tersebut kemudian disaring dan dicuci sampai netral lalu dikeringkan. Padatan yang telah kering selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam untuk menghilangkan surfaktan sehingga dihasilkan material

MCM-41[1-2]. Penggunaan suhu tinggi yang cukup lama dalam proses sintesis MCM-41 berlawanan dengan prinsip *Green Chemistry*[3].

Penerapan prinsip *Green Chemistry* dalam sintesis MCM-41 telah diupayakan oleh beberapa peneliti, yakni dengan melakukan sintesis pada suhu kamar[4-8]. Dilaporkan bahwa kualitas MCM-41 yang dihasilkan tidak sebaik hasil sintesis dengan metode hidrotermal. Selain itu, sintesis MCM-41 dengan metode ini memerlukan waktu yang relatif lama, yakni berkisar 2-10 hari. Akan tetapi, seiring meningkatnya waktu pemeraman, kristalinitas MCM-41 yang dihasilkan semakin tinggi pula. Berdasarkan hal tersebut, perlu diupayakan metode alternatif untuk mensintesis MCM-41 dalam waktu yang relatif singkat dengan hasil yang tidak jauh berbeda dengan metode hidrotermal.

Kajian metode sintesis MCM-41 berbasis *Green Chemistry* dilanjutkan dengan menggunakan gelombang ultrasonik (dikenal dengan metode sonokimia). Metode sonokimia digunakan sebagai alternatif pengadukan, penggetaran, dan pemanasan secara konvensional dengan energi yang rendah dan hasil yang efisien[3,9]. Metode ini juga dilaporkan sebagai teknik yang efektif untuk mensintesis material nano dalam waktu yang relatif singkat[10-12]. Terkait hal tersebut, beberapa peneliti telah melaporkan keberhasilannya dalam mensintesis MCM-41 dengan waktu yang bervariasi, mulai dari 5 menit[13-14], 20 menit[15], 1 jam[16], bahkan sampai 3,5 jam[17]. Produk yang diperoleh memiliki kualitas yang tidak jauh berbeda dengan MCM-41 yang disintesis secara hidrotermal.

Bahkan diperoleh produk dengan luas permukaan spesifik yang lebih besar dibandingkan produk yang disintesis secara hidrotermal. Akan tetapi, waktu sonikasi yang digunakan selama sintesis antara peneliti satu dengan yang lainnya berbeda-beda sehingga perlu dilakukan pengkajian pengaruh waktu sonikasi terhadap kristalinitas MCM-41 yang terbentuk. Oleh karena itu, dalam artikel ini akan diuraikan hasil kajian terkait pengaruh waktu sonikasi terhadap kristalinitas MCM-41.

1. PERCOBAAN

MCM-41 disintesis menggunakan bahan-bahan antara lain: *cetyltrimethylammonium bromide* (CTMABr; Merck), *sodium silicate solution* (Na₂SiO₃ (22-25% SiO₂, 8% Na₂O, 65% H₂O); Merck), *ethyl acetate* (EtAc; Merck), dan akuades, dimana campuran reagen dengan perbandingan molar 1,0 Si : 0,33 CTMABr : 1,86 EtAc : 450 H₂O[17]. Sebanyak 1,63 gram CTMABr dilarutkan dalam 100 mL akuades disertai pengadukan selama 30 menit. Selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambahkan 3,88 gram Na₂SiO₃ lalu diaduk selama 1 jam hingga terbentuk *slurry* berwarna putih. Kemudian sebanyak 2,23 gram EtAc ditambahkan ke dalam campuran disertai pengadukan cepat selama 1 jam.

Setelah itu campuran disonikasi menggunakan *ultrasonic cleaner* (Bransonic 220, 48kHz, 100 W) dengan waktu sonikasi divariasi selama 60, 90, 120, dan 150 menit untuk menentukan waktu sonikasi optimum lalu didiamkan selama semalam. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dan dicuci dengan akuades sampai netral lalu dikeringkan dalam oven (Fischer Scientific

655K) pada suhu 110°C selama 6 jam. Tahapan terakhir yakni penghilangan surfaktan CTMABr dengan metode kalsinasi menggunakan *furnace* (FB 131OM-33) pada suhu 550°C selama 6 jam. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (Shimadzu 6000), FTIR (Shimadzu Prestige 21), dan SAA (Quantachrome NovaWin2).

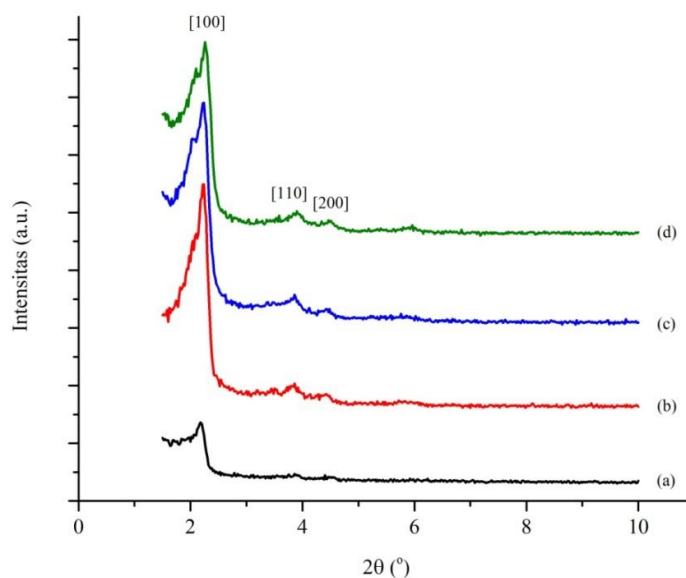
2. HASIL dan PEMBAHASAN

Konfirmasi XRD dalam Sintesis MCM-41

Hasil karakterisasi MCM-41 menggunakan XRD diperlihatkan dalam Gambar 1. Difraktogram sinar-X pada Gambar 1(a) untuk padatan hasil sintesis dengan waktu sonikasi 60 menit memperlihatkan satu puncak yang teramati pada 2θ sekitar $2,14^{\circ}$ dan terindeks pada bidang $[100]$. Difraktogram sinar-X pada Gambar 1(b) untuk padatan hasil sintesis dengan waktu sonikasi 90 menit juga memperlihatkan dua

puncak. Puncak dengan intensitas tinggi pada 2θ sekitar $2,14^{\circ}$ dan puncak dengan intensitas rendah pada 2θ sekitar $3,83^{\circ}$ yang berturut-turut terindeks pada bidang $[100]$ dan $[110]$. Untuk padatan hasil sintesis dengan waktu sonikasi 120 menit, difraktogram sinar-X pada Gambar 1(c) memperlihatkan dua puncak. Puncak dengan intensitas tinggi pada 2θ sekitar $2,14^{\circ}$ dan puncak dengan intensitas rendah pada 2θ sekitar $3,79^{\circ}$ yang berturut-turut terindeks pada bidang $[100]$ dan $[110]$. Difraktogram sinar-X pada Gambar 1(d) untuk padatan hasil sintesis dengan waktu sonikasi 150 menit pun memperlihatkan tiga puncak. Puncak dengan intensitas tinggi pada 2θ sekitar $2,18^{\circ}$ dan puncak dengan intensitas rendah pada 2θ sekitar $3,88^{\circ}$ dan $4,29^{\circ}$ yang berturut-turut terindeks pada bidang $[100]$, $[110]$ dan $[200]$.

Fenomena yang ditunjukkan dalam pada Gambar 1 bersesuaian dengan hasil



Gambar 1. Difraktogram sinar-X MCM-41 hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi selama: (a) 60 menit, (b) 90 menit, (c) 120 menit, dan (d) 150 menit

penelitian Huo *et al.*[18] bahwa karakterisasi MCM-41 melalui XRD menghasilkan difraktogram dengan jumlah pantulan relatif sedikit, biasanya meliputi bidang [100], [110], [200], dan [210] yang semuanya berada pada sudut-sudut kecil, $2\theta < 7^\circ$. Puncak utama bidang [100] terlihat dengan intensitas sangat tinggi dibandingkan dengan puncak bidang yang lain. Hal tersebut juga didukung dengan hasil penelitian Beck *et al.*[1] bahwa puncak karakteristik MCM-41 pada 2θ sekitar $1,80-2,40^\circ$ merupakan refleksi bidang [100], puncak pada 2θ sekitar $3,50-4,12^\circ$ merupakan refleksi bidang [110], refleksi bidang [200] ditandai dengan munculnya puncak pada 2θ sekitar $4,30-4,82^\circ$, dan puncak yang muncul pada 2θ sekitar $5,64-6,00^\circ$ merupakan refleksi bidang [210]. Dengan demikian berdasarkan Gambar 1 disimpulkan bahwa padatan yang terbentuk adalah MCM-41.

Mori *et al.*[19] menyatakan bahwa kristalinitas relatif MCM-41 dapat ditentukan berdasarkan intensitas puncak bidang [100] yang muncul pada difraktogram sinar-X. Naik turunnya intensitas MCM-41 seperti yang ditunjukkan dalam Tabel 1 diperkirakan berkaitan dengan fenomena kavitasi selama proses sonikasi. Selama kavitasi berlangsung akan terbentuk gelembung-gelembung yang selanjutnya pecah disertai

penglepasan energi. Energi inilah yang digunakan dalam reaksi sintesis MCM-41.

MCM-41 hasil sintesis dengan waktu sonikasi selama 60 menit memiliki intensitas yang rendah. Kemudian terjadi peningkatan intensitas yang cukup signifikan pada MCM-41 hasil sintesis dengan waktu sonikasi selama 90 menit. Pada proses sonikasi selama 90 menit diperkirakan terjadi peningkatan kondensasi yang berdampak pada peningkatan intensitas MCM-41. Dalam metode sonokimia reaksi kondensasi terjadi saat proses sonikasi. Reaksi kondensasi dalam MCM-41 ditandai dengan pemisahan ke dalam fasa cair yang lebih jelas dan fasa putih seperti bubur (*slurry*). Selama kondensasi berlangsung terjadi pemutusan rantai Si-O-Si yang amorf menghasilkan Si-OH yang lebih fleksibel serta memicu terjadinya polimerisasi Si-O-Si yang lebih teratur sehingga terbentuk fasa kristalin[20]. Kondensasi akan meningkat seiring dengan meningkatnya waktu dan suhu selama sintesis [21].

Dari hasil penelitian ini disimpulkan bahwa lamanya waktu sonikasi berpengaruh terhadap kristalinitas MCM-41. MCM-41 dengan kondisi optimum diperoleh pada proses sonikasi selama 90 menit.

Tabel 1. Data struktural MCM-41 hasil sintesis dengan variasi sonikasi

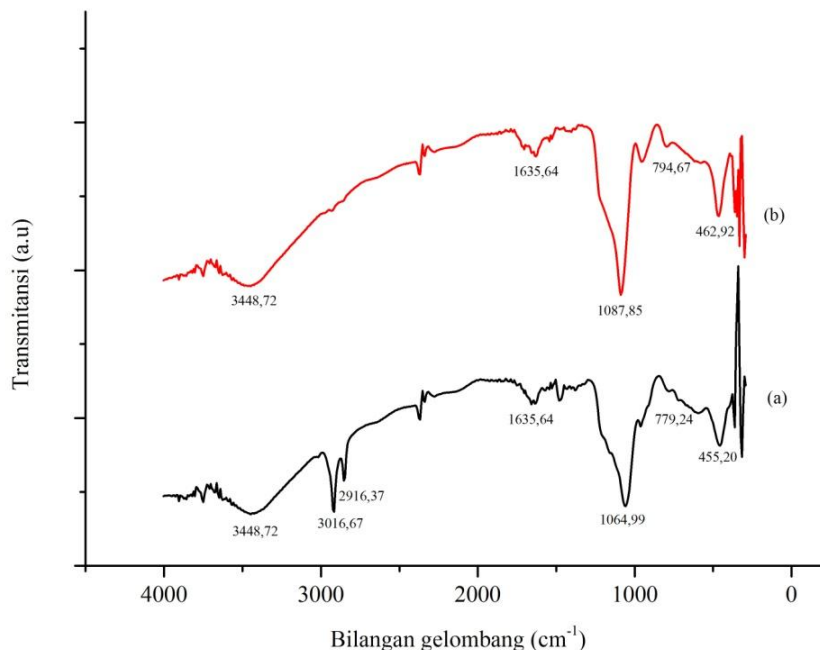
Waktu sonikasi (menit)	2θ ($^\circ$)	Intensitas (cacah)	Kristalinitas relatif $*_1$ ⁾ (%)	d_{100} (Å)	a_o $*_2$ ⁾ (Å)
60	2,14	218	25,68	41,58	48,00
90	2,14	849	100,00	41,16	47,54
120	2,14	791	93,17	41,19	47,57
150	2,18	777	91,52	40,47	46,74

Keterangan: $*_1$ ⁾ dihitung berdasarkan perbandingan dengan intensitas tertinggi sampel dan $*_2$ ⁾ parameter kisi bidang [100] dihitung dengan rumus $a_o = 2d/\sqrt{3}$

Konfirmasi FTIR terhadap MCM-41 kondisi optimum

Kalsinasi selama 6 jam pada 550 °C terhadap MCM-41 hasil sintesis dengan waktu sonikasi selama 90 menit dilakukan dengan tujuan menghilangkan surfaktan

CTMABr yang berfungsi sebagai pencetak. Hilangnya surfaktan CTMABr dapat dikonfirmasi dengan membandingkan spektra FTIR MCM-41 hasil sintesis sebelum dan setelah kalsinasi, seperti yang disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektra FTIR MCM-41 kondisi optimum: (a) sebelum dan (b) setelah kalsinasi

Tabel 2. Interpretasi spektra FTIR MCM-41 kondisi optimum

Jenis vibrasi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	
	MCM-41 sebelum kalsinasi	MCM-41 setelah kalsinasi
<i>Karakteristik surfaktan CTMABr</i>		
Rotasi bebas gugus metil, -CH ₃	3016,67	-
Rentangan asimetris gugus metil, -CH ₃	2916,37	-
Rentangan simetris gugus metil, -CH ₃	2854,65	-
Vibrasi menggantung gugus metilen, -CH ₂ -		
Tekukan asimetris gugus -CH ₃ (N ⁺)	1473,33	-
<i>Karakteristik material berkerangka silikat</i>		
Rentangan gugus silanol, Si-OH	3448,72	3448,72
Tekukan gugus silanol, Si-OH	1635,64	1635,64
Rentangan asimetris Si-O-Si	1064,99	1087,85
Rentangan simetris Si-O-Si	779,24	794,67
Tekukan Si-O-Si	455,20	462,92

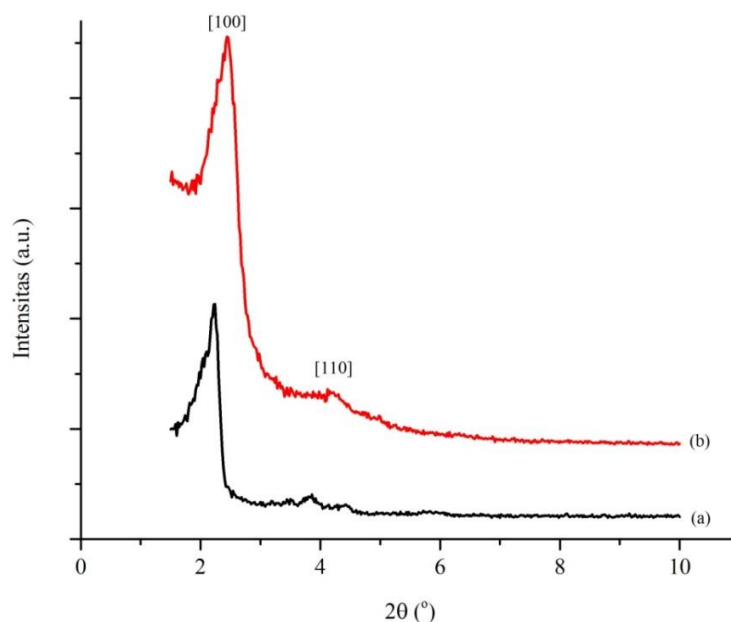
Spektra FTIR pada Gambar 2(a) memperlihatkan pola serapan yang khas dari surfaktan CTMABr yang bersesuaian dengan hasil penelitian Holmes *et al.*[22]. Pola serapan ini ternyata tidak dijumpai dalam spektra FTIR pada Gambar 2(b). Hilangnya pola serapan ini mengindikasikan bahwa proses kalsinasi untuk menghilangkan surfaktan CTMABr yang berfungsi sebagai pencetak telah berhasil dilakukan.

Gambar 2 dan interpretasinya pada Tabel 2 juga memperlihatkan pola serapan yang khas dari material berkerangka silikat. Pola serapan yang terlihat pada Gambar 2 sesuai dengan hasil penelitian Flanigen *et al.*[23]. Selain itu terlihat pula adanya pergeseran serapan khas material berkerangka silikat ke arah bilangan gelombang yang

lebih besar pada MCM-41 setelah kalsinasi. Hal ini teramati pada serapan untuk vibrasi rentangan asimetris dan simetris Si–O–Si serta tekukan Si–O–Si. Fenomena ini bersesuaian dengan hasil penelitian Holmes *et al.*[22] yang menunjukkan bahwa puncak serapan karakteristik gugus Si–O–Si setelah kalsinasi mengalami pergeseran serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih besar. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa proses kalsinasi memperkuat ikatan penyusunan kerangka silikat MCM-41 yang dihasilkan.

Konfirmasi XRD terhadap MCM-41 kondisi optimum

Perbandingan difraktogram sinar-X dan data struktural MCM-41 hasil sintesis dengan



Gambar 3. Difraktogram sinar-X MCM-41 kondisi optimum: (a) sebelum dan (b) setelah kalsinasi

Tabel 3. Data struktural MCM-41 kondisi optimum

MCM-41	2θ ($^{\circ}$)	Intensitas (cacah)	d_{100} (\AA)	a_o *) (\AA)
Sebelum kalsinasi	2,14	849	41,16	47,54
Setelah kalsinasi	2,39	1493	37,01	42,73

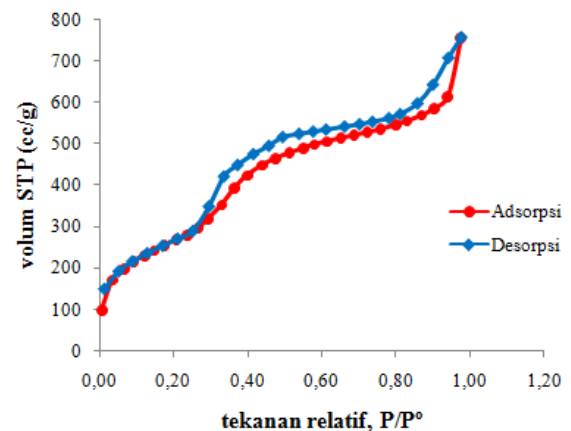
waktu sonikasi selama 90 menit (sebelum dan setelah kalsinasi) disajikan pada Gambar 3 dan Tabel 3. Dalam Gambar 3 terlihat adanya pergeseran 2θ ke nilai yang lebih besar. Hal ini mengindikasikan adanya kontraksi kisi kristal yang disebabkan oleh penghilangan surfaktan. Hilangnya surfaktan juga berakibat pada peningkatan intensitas puncak bidang $[100]$ yang meningkat hampir dua kali lipatnya dibandingkan sebelum kalsinasi, seperti yang ditunjukkan dalam Tabel 3. Fenomena ini bersesuaian dengan hasil penelitian penelitian Zhao *et al.*[24].

Konfirmasi SAA terhadap MCM-41 kondisi optimum

Berdasarkan Gambar 4 sampel MCM-41 memperlihatkan isoterm adsorpsi tipe IV. Dan hysteresis loops yang ditunjukkan mengikuti tipe H1. Hal ini mengindikasikan bahwa material hasil sintesis dalam penelitian ini adalah material yang memiliki pori berbentuk silinder dan berukuran meso dengan distribusi ukuran pori yang seragam.

3. KESIMPULAN

Dalam sintesis MCM-41 menggunakan metode sonokimia, kristalinitas MCM-41 meningkat seiring bertambahnya waktu sonikasi dan hasil sintesis dengan kondisi optimum diperoleh pada waktu sonikasi selama 90 menit.



Gambar 4. Isoterm adsorpsi gas nitrogen pada MCM-41

Tabel 4. Sifat Fisis MCM-41 Setelah Kalsinasi

S_{BET} ^{a)} (m^2/g)	V_p ^{b)} (mL/g)	D_{BJH} ^{c)} (\AA)	a_o ^{d)} (\AA)	Wt ^{e)} (\AA)
972,21	1,17	30,96	42,73	11,77

Keterangan: ^{a)} luas permukaan spesifik, ^{b)} volum pori, ^{c)} diameter pori, dihitung berdasarkan model BJH jalur adsorpsi, ^{d)} unit sel, dan ^{e)} tebal dinding pori, dihitung dengan rumus $Wt = a_o - D_{BJH}$

4. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pemerintah melalui Dirjen Dikti atas Beasiswa Unggulan Calon Dosen Tahun 2012 sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Beck, J.S., Vartuli, J.C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C.T-W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., McCullen, S.B., Higgins, J.B. and Schlenker, J.L. 1992. A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Template. *J. Am. Chem. Soc.*, 114: 10834-10843.
- [2] Kresge, C.T., Leonowicz, M.E., Roth, W.J., Lovell, M.R. and Muir, J.E., 1992. Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid Crystal Template Mechanism. *Nature*, 359: 710-712.
- [3] Clark, J. and Macquarrie, D., 2002. *Handbook of Green Chemistry and Technology*, London: Blackwell Science, p. 20-22.
- [4] Hong, P.L., Soofin, C. and Chung, Y.M., 1996. Synthesis of Thermally Stable MCM-41 at Ambient Temperature. *Chin. J. Chem. Soc.*, 43: 375-378.
- [5] Chatterjee, M., Iwasaki, T., Hayashi, H., Onodera, Y., Ebina, T. and Nagase, T., 1998. Room Temperature Formation of Thermally Stable Aluminium-Rich Mesoporous MCM-41. *Catal. Lett.*, 52: 21-23,
- [6] Hui, K.S. and Chao, C.H., 2006. Synthesis of MCM-41 from Coal Fly Ash by a Green Approach: Influence of Synthesis pH. *J. Hazard. Mater. B.*, 137: 1135-148.
- [7] Chiarakorn, S.T., Areerob, N. and Grisdanurak, 2007. Influence of Functional Silanes on Hydrophobicity of MCM-41 Synthesized from Rice Husk. *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 8: 110-115.
- [8] Yunita, I., 2011. Pengaruh Waktu Aging dan Rasio Mol Si/Al terhadap Sintesis MCM-41 pada Temperatur Kamar. *Tesis*, Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada,
- [9] Mason, T.J. and Lorimer, J.P., 2002. *Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*, Weinheim: Wiley-VCH, p. 75-125.
- [10] Yu, J.C., Yu, J., Ho, W., and Zhang, L. 2001. Preparation of Highly Photocatalytic Active Nano-sized TiO₂ Particles via Ultrasonic Irradiation. *Chem. Commun.*, 1942-1943.
- [11] Tai, G. and Guo, W., 2008. Sonochemistry-assisted Microwave Synthesis and Optical Study of Single-crystalline CdS Nanoflowers. *Ultrason. Sonochem.* 15: 350-356.
- [12] Gedanken, A., 2004. Using Sonochemistry for the Fabrication of Nanomaterials. *Ultrason. Sonochem.*, 11: 47-55.
- [13] Vetrivel, S., Chen, C.-T., and Kao, H.-M., 2010. The Ultrafast Sonochemical Synthesis of Mesoporous Silica MCM-41. *New J. Chem.* 34: 2109-2112.
- [14] Deka, J.R., Vetrivel, S., Wu, H.Y., Pan, Y.C., Ting, C.C., Tsai, Y.L. and Kao, H.M., 2013. Rapid Sonochemical Synthesis of MCM-41 Type Benzene-Bridged Periodic Mesoporous Organosilicas. *Ultrason. Sonochem.*, 21: 387-394.
- [15] Run, M., Wu, S., and Wu, G., 2004. Ultrasonic Synthesis of Mesoporous Molecular Sieve. *Microporous Mesoporous Mater.*, 74: 37-47.
- [16] Yılmaz, M.S., Ozdemir, O.D. and Piskin, S., 2015. Synthesis and Characterization of MCM-41 with Different Methods and Adsorption of Sr²⁺ on MCM-41. *Res. Chem. Intermed.*, 41(1): 199-211.
- [17] Tang, X., Liu, S., Wang, Y., Huang, W., Sominski, E., Palchik, O., Kolytyn, Y. and Gedanken, A., 2000.

- Rapid Synthesis of High Quality MCM-41 Silica with Ultrasound Radiation,” *Chem. Commun.*, 2119-2120.
- [18] Huo, Q., Margolese, D.I. and Stucky, G.D., 1996. Surfactant Control of Phases in the Synthesis of Mesoporous Silica-Based Materials. *Chem. Mater.*, 8: 1147-1160.
- [19] Mori, T. Kuroda, Y., Yoshikawa, Y., Nagao, M. and Kittaka, S. 2002. Preparation of Water-Resistant Siliceous MCM-41 Sample, trough Improvement of Crystallinity, and It's Prominent Adsorption Features. *Langmuir*, 18: 1959-1603.
- [20] Corma, A., 1997. From Microporous to Mesoporous Molecular Sieves Material and Their Use in Catalysis. *Chem. Rev.*, 97: 2373-2419.
- [21] Chen, X., Ding, G., Chen, H. and Li, Q. 1996. Formation at Low Surfactant Concentrations and Characterization of Mesoporous MCM-41. *Sci. Chin. Ser. B.*, 40: 278-285.
- [22] Holmes, S.M., Zholobenko, V.L., Trushfield, A., Plaisted, R.J., Cundy, C.S. and Dwyer, J., 1998. In Situ FTIR Study of the Formation of MCM-41. *J. Chem. Soc., Faraday Trans.*, 94: 2025-2032.
- [23] Flanigen, E.M., Khatami, H., and Szymanski, H.A., 1971. Molecular Sieve Zeolites. E.M. Flanigen and L.B. Sand, Eds. *Adv. Chem. Ser.*, 101: 201-229.
- [24] Zhao, X.S., Ma, Q., and (Max)Lu, G.Q. 1998. VOC Removal: Comparison of MCM-41 with Hydrophobic Zeolite and Activated Carbon. *Energy Fuels*, 12: 1051-1054.