

# Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori dari Natrium Silikat dan Gelatin dari Kulit Ikan Lele (*Clarias gariepinus*) sebagai Surfaktan

Jihan Fadhilah Zahran, Syamsi Aini\*, Riga, Okta Suryani

Chemistry Department Universitas Negeri Padang, Indonesia  
Jl. Prof. Hamka, Air Tawar, Padang, Sumatera Barat, Indonesia, 25131

\*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

**Abstract** — Mesoporous silica is solid silica with pore diameters ranging from 2-50 nm. Researchers currently use sodium silicate as an alternative precursor because its price is affordable compared to commercial silica. Mesoporous silica can be used in various fields such as catalysts, drug delivery, sensors, adsorption, chromatography and others. This research was conducted to synthesize mesoporous silica with catfish skin gelatin surfactant. Gelatin was characterized by FTIR to see the functional groups that make up gelatin. The resulting mesoporous silica was characterized using XRD to determine the crystal structure and SEM to determine the morphology of the mesoporous silica. The results of the FTIR test on catfish skin gelatin showed 4 absorption areas, namely Amide A, Amide I, Amide II and Amide III. Mesoporous silica characterization using XRD shows crystalline crystals. Meanwhile, SEM characterization shows regular morphology. SL4% has the highest crystallinity and branched tube shape morphology.

**Keywords** — Mesoporous silica, gelatin, sol-gel, XRD, SEM

## I. PENDAHULUAN

Silika mesopori adalah silika padat dengan diameter pori berkisar antara 2-50 nm. Pada umumnya silika mesopori digunakan sebagai katalis, sensor, penghantaran obat, adsorbs, kromatografi dan lainnya [1]

Dalam beberapa tahun terakhir, para peneliti sedang mencari sumber silika yang lebih terjangkau dibandingkan dengan metode komersial yang mahal dan membutuhkan energi yang intensif. Karena produksi silika sekarang dapat diperoleh dari unsur mentah murah yang dapat ditemukan di alam [2].

Sintesis silika mesopori dengan metode komersial telah dilakukan oleh sierra menggunakan sumber silika komersial  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dengan rasio molar  $\text{SiO}_2$  sebesar 0,58, sedangkan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang dihasilkan dari pasir silika memiliki rasio molar  $\text{SiO}_2$  terhadap  $\text{Na}_2\text{O}$  sebesar 3,21 [3].

Natrium silikat adalah salah satu mineral silikat yang digunakan secara global, proses sintesis natrium silikat menggunakan silika dari pasir silika dan abu sekam padi sebagai sumber silika. Kebutuhan industri terhadap natrium silikat harus dibarengi dengan produksi natrium silikat dari bahan alam [4].

Sintesis silika mesopori harus dilakukan dengan menggunakan surfaktan yang berfungsi sebagai molekul pemandu untuk terbentuknya struktur pori. Pembentukan struktur pori ini dapat dibuat oleh surfaktan dalam satu kosentarsi dan dipengaruhi oleh keadaan permukaan material [5].

Metode yang digunakan dalam sintesis silika ini yaitu metode sol gel. metode ini dipilih karena memiliki beberapa kelebihan sebagai berikut : berdasarkan produk yang dihasilkan dengan proses sol-gel diperoleh homogenitas yang lebih baik, kemurnian tinggi dan proses pembentukan kristalinitas cepat. [6]

Gelatin adalah protein berserat yang dihasilkan dari kolagen yang banyak digunakan dalam berbagai proses industri seperti makanan, obat-obatan, dan fotografi (Jamilah & Harvinder, 2001). Kemampuannya dalam menurunkan tegangan antarmuka gelatin dapat di kategorikan sebagai surfaktan [7].

Gelatin dapat di ekstraksi dari berbagai hewan termasuk babi, ikan, dan sapi. Gelatin paling banyak terdapat pada kulit babi yaitu sekitar 80%, pada kulit sapi 15%, dan 5% terdapat pada daging babi, tulang sapi, ikan, an ungags. Diantara ikan yang dapat diolah menjadi gelatin adalah cakalang, kakap, ikan lele, dan ikan pari. Gelatin memiliki ciri fisik sebagai berikut: padat, kering, tidak berasa, tidak berbau, bening, bening, dan bewarna kuning pucat hingga kuning. [8]

Metode yang dipilih untuk mensintesis silika mesopori adalah metode Sol-Gel. Metode sol-gel dipilih karena dapat menghasilkan silika mesopori pada suhu rendah dan menghasilkan partikel murni berkat kemampuannya dalam mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran partikel dan morfologi melalui pemantauan sistematis parameter reaksi. [9]

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mensintesis silika mesopori dengan varian gelatin dari kulit ikan lele.

Gelatin yang disintesis dari kulit ikan dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi penyusun gelatin. Silika mesopori yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (X-ray diffraction), berguna untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal, kemudian diperiksa menggunakan SEM (scanning electronmikroskop) untuk melihat morfologi silika mesopori.

## II. METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini, alat yang digunakan yaitu magnetik stirer, corong buncher, spin bar, pipet volume, gelas ukur, erlenmeyer, batang pengaduk, gelas kimia, labu ukur, spatula, neraca analitik furnace, oven, cawan krusibel, kain kassa, kertas saring, termometer, pH meter, serta instrumen yang digunakan yaitu FTIR, XRD dan SEM. Bahan yang digunakan adalah pasir silika, NaOH, kulit ikan lele, aquades, HCl, HNO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

### B. Prosedur Kerja

#### 1. Preparasi Gelatin Ikan Lele

Sebelum diekstraksi kulit ikan lele segar akan dilakukan *pre-treatment* terlebih dahulu untuk menghilangkan protein non kolagen. Kulit ikan lele direndam dalam 0,05 M NaOH dengan perbandingan rasio kulit dan NaOH 1:6 w/v. Campuran diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. Larutan alkali diganti setiap jam, setelah itu dicuci dengan aquades sampai pH netral. Kemudian kulit ikan lele direndam dalam 0,05 M asam asetat selama 1 jam dengan pengadukan lembut sampai kulit membengkak. Kulit yang membengkak dinetralkan dengan aquades dan Kulit yang membengkak direndam dalam air suhu 65 °C pada waterbatch selama 3 jam. Selanjutnya filtrat disaring dan dikeringkan pada oven suhu 55 °C sampai kering. Hasil gelatin padat yang terbentuk digerus hingga halus, diayak dan timbang.

#### 2. Sintesis Silika Mesopori

Prosedur eksperimen untuk pembuatan silika mesopori dari natrium silikat yang dikembangkan oleh Aini, S. (2009) dengan templating gelatin berdasarkan metode dari Retuert *et al.*, (2004) yaitu, serbuk gelatin dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O dalam 2% w, 2,5% w, 3% w, 3,5% w dan 4% w. Larutan natrium silikat sebanyak 8,2 ml ditambahkan ke larutan pertama secara bertahap hingga membentuk sol, sol di tambah HCl 2M sampai pH akhir campuran adalah 8. Larutan direfluks pada suhu 85°C selama 2 jam. Kemudian larutan didiamkan 24 jam untuk menghasilkan endapan. Hasil endapan dikalsinasi pada suhu 650°C selama 6 jam untuk melepaskan surfaktan (misel dari gelatin dalam polimer silika) sebagai pembentuk pori silika.

### C. Karakterisasi Gelatin

Karakterisasi FTIR (Fourier Transform Infra Red) untuk mengidentifikasi gugus fungsi Gelatin kulit ikan lele

dan gelatin standar. Sampel diambil sebanyak 2 mg kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR

### D. Karakterisasi silika mesopori

Karakterisasi silika menggunakan X-Ray Diffraction di lakukan untuk menentukan kristalinitas dari silika mesopori dan karakterisasi silika mesopori menggunakan SEM adalah untuk mengetahui morfologi silika mesopori.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

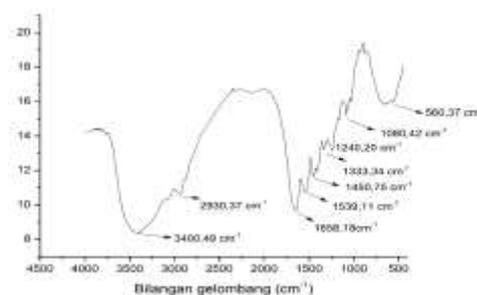
### A. Sintesis dan karakterisasi gelatin kulit ikan Lele

Ekstraksi adalah proses denaturasi serat kolagen yang larut dalam air dengan penambahan senyawa yang memutus ikatan hidrogen. Menurut Suryati dkk (2017), perubahan kolagen menjadi gelatin terjadi melalui tiga tahap, yaitu hidrolisis lateral, diikuti hidrolisis ikatan peptida khususnya glisin, dan penghancuran struktur heliks. Ekstraksi air hangat untuk menghilangkan kolagen dilakukan pada suhu 55°C dalam penangas air selama 3 jam, namun jika dipanaskan diatas suhu penyusutan tersebut (misalnya pada suhu 65-70°C), serat triple helix yang terdekomposisi akan lebih panjang, sehingga gelatin yang dihasilkan lebih banyak.. Sedangkan pada suhu ≥80°C, protein dapat menggumpal [10]. Proses ekstraksi dengan air bersuhu ≥40°C akan terus memutus ikatan silang dan ikatan hidrogen yang menstabilkan struktur kolagen. Pemutusan ikatan hidrogen dan pemutusan ikatan kovalen mengganggu kestabilan triple heliks melalui transisi dari satu heliks ke heliks lainnya dan menyebabkan transformasi gelatin yang larut dalam air atau normal disebut gelatin. Mekanisme reaksi pemutusan ikatan hidrogen tropokolagen dapat dilihat pada reaksi :



Kolagen Air Gelatin

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada gelatin kulit ikan lele dan dibandingkan dengan gelatin standar dan membuktikan bahwa gelatin ikan lele berhasil di lakukan.



Gambar 1. Spektra FTIR Gelatin kulit ikan Lele

Puncak pertama menunjukkan serapan pada panjang gelombang 3400,53 cm<sup>-1</sup>, puncak serapan ini muncul disebabkan adanya ikatan regangan N-H dari gugus amida yang berosiasi dengan ikatan hydrogen dan adanya gugus OH [12]. Kebanyakan puncak N-H bebas yang diserap mempunyai bentuk tajam dan sempit.

Bagian selanjutnya adalah puncak serapan pada 2930,59  $\text{cm}^{-1}$ , menunjukkan bahwa gugus NH pada Amida akan cenderung berikatan dengan  $\text{CH}_2$  jika gugus karboksilat dalam keadaan stabil. Kemunculan puncak serapan pada 1655,97  $\text{cm}^{-1}$  disebabkan oleh regangan ikatan rangkap gugus karbonil  $\text{C}=\text{O}$ , bending ikatan NH dan meregangkan CN [13]. Puncak serapan antara 1600-1700 berguna dalam analisis spektroskopi inframerah struktur sekunder protein [14]. Daerah serapan  $\alpha$  heliks.

Daerah serapan pada puncak serapan 1560–1335 sering disebut daerah serapan amida II[15], vibrasi pada Amida II ini disebabkan oleh adanya deformasi ikatan N-H pada protein. Daerah yang muncul ini menunjukkan adanya deformasi ikatan N-H pada gelatin tersebut dan menghasilkan rantai- $\alpha$ .

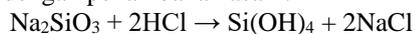
Daerah spesifik gelatin berikutnya adalah puncak serapan yang muncul antara 1240-670 dan berhubungan dengan struktur triple heliks. Puncak yang muncul menunjukkan bahwa masih ada sebagian kecil kolagen yang belum diubah menjadi gelatin dan lolos saat disaring. Berdasarkan hasil uji FTIR gelatin memiliki gugus amida karboksil dan karbonil yang diperkirakan dapat digunakan sebagai surfaktan yang cocok dengan silikat.

## B. Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori Menggunakan Variasi Gelatin Kulit Ikan Lele

### 1. Sintesis silika mesopori

Penambahan larutan natrium silikat ke dalam larutan gelatin harus dilakukan secara perlahan, bertujuan agar terbentuk sol yang baik, kemudian untuk menyempurnakan pembentukan sol  $\text{Si-O-H}$  pada permukaan misel gelatin, ditambahkan HCl hingga mencapai pH campuran adalah 8. Kemudian dilakukan proses refluks yang bertujuan untuk membentuk gel pada misel gelatin. Padatan yang dihasilkan dari endapan ini dipanaskan pada suhu 650°C hingga melepaskan surfaktan sehingga membentuk pori-pori silika. Pengaruh jumlah surfaktan terhadap silika yaitu semakin banyak surfaktan yang ditambahkan maka semakin banyak pula silika yang dapat dicetak sehingga hasilnya seragam dan konsisten.

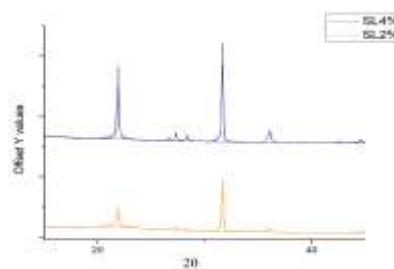
Reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis silika dengan penambahan asam:



Gambar 2. Silika Mesopori dengan Penambahan Gelatin Ikan Lele dengan variasi 2% dan 4%.

### 2. Karakterisasi senyawa hasil

#### a. Hasil analisa XRD Silika Mesopori Menggunakan Surfaktan Gelatin Kulit ikan Lele



Gambar 3. pola XRD silika mesopori gelatin lele dengan variasi konsentrasi gelatin ikan lele 2% dan 4%

Analisa XRD menunjukkan adanya pola difraksi yang terbentuk pada puncak tajam  $2\theta=21-30^\circ$  pada masing-masing sampel SL2%, SL2.5%, SL3%, SL3.5%, dan SL4%. Difraksi sinar X yang ditunjukkan menentukan kristalinitas suatu kristal dengan pola difraksi tertentu sehingga menunjukkan struktur kristal dalam suatu padatan [16].

Puncak-puncak yang dihasilkan oleh pola difraksi tersebut dapat menunjukkan kristalinitas mineral. Puncak yang tinggi, tajam dan jernih menunjukkan struktur kristal yang lebih teratur, sehingga mempunyai derajat kristalinitas yang tinggi[17]. Kristalinitas silika mesopori yang tinggi adalah karena bertambahnya jumlah surfaktan yang digunakan sehingga menjaga pertumbuhan kristal sehingga kristalinitasnya meningkat [18].

Berdasarkan hasil uji XRD silika mesopori yang dihasilkan merupakan jenis kristobalite, hal ini sesuai dengan data silika kristobalite standar dengan sistem kristal tetragonal dan space group P41212 yang memiliki posisi puncak  $2\theta$  yang terdapat pada tabel berikut ini :

TABEL I  
PUNCAK UTAMA ANALISIS XRD SILIKA MESOPORI

Silika Standar	SL2%	SL4%	NaCl
21,918	21,913	21,899	35,997
25,259	28,378	36,028	44,580
28,368	35,997	28,323	28,378

Berdasarkan Tabel 1. silika mesopori yang dihasilkan merupakan silika jenis kristobalit, karena sesuai dengan data silika kristobalit standar dengan sistem kristal tetragonal dan space group P41212 yang memiliki posisi puncak  $2\theta$  21,918 ; 25,259 dan 28,368 yang memiliki keberadaan yang sama pada posisinya.

Sampel silika mesopori yang dihasilkan juga mengandung pengotor berupa NaCl yang muncul di bagian puncak pola difraksi karena silika mesopori tidak dicuci dengan air setelah dimasukkan ke dalam *furna* tetapi langsung dikarakterisasi dengan XRD. Puncak NaCl tampak sesuai dengan standar data NaCl, dengan 3 puncak besar pada posisi  $2\theta$  35,997; 44,580 dan 28,378 terjadi pada seluruh sampel.

Puncak-puncak yang dihasilkan oleh pola difraksi dapat menunjukkan kristalinitas suatu mineral. Puncak tersebut terlihat jelas, jelas karena intensitasnya yang

tinggi. Semakin tinggi intensitas maka semakin tinggi pula kristalinitas material tersebut [19].

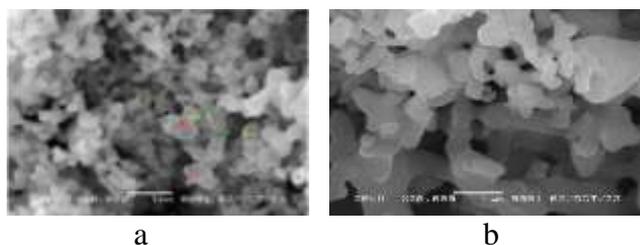
Pada Gambar 3. SL2% dan SL4% menunjukkan puncak intensitas tinggi pada sudut  $2\theta = 21-30^\circ$  yang menunjukkan bahwa silika mesopori yang terbentuk berbentuk kristal. Silika mesopori mempunyai fasa kristalin karena susunan atom-atom pada silika kristalin terjadi secara teratur dan seragam, serta morfologinya lebih teratur dibandingkan silika amorf. Hal ini dikarenakan semakin besar jumlah surfaktan maka semakin banyak misel yang terbentuk, maka semakin besar pula misel netralnya.. Semakin banyak jumlah misel maka akan terbentuk kristal yang lebih kuat. struktur karena lebih banyak  $\text{SiO}_4^{2-}$  yang berinteraksi dengan misel gelatin. Struktur kristal yang padat berarti pori-pori kristal tidak menyusut ketika molekul surfaktan dipecah selama pemanasan.[20] Ini disebabkan oleh jumlah surfaktan sangat erat kaitannya terhadap kristalinitas produk, semakin banyak surfaktan yang digunakan, semakin tinggi kristalinitasnya. [18]

Perbedaan intensitas ini diduga disebabkan oleh perbedaan jumlah bidang kristal yang dihasilkan pada setiap sampel sehingga jumlah cahaya yang dipantulkan dari bidang kristal tersebut berbeda-beda. Sampel yang memantulkan cahaya lebih banyak akan menghasilkan intensitas yang lebih tinggi, sehingga dihasilkan SL4% akan lebih kristal. [19]

#### 1. Hasil analisa SEM Silika Mesopori Menggunakan Surfaktan Gelatin Kulit ikan Lele

Analisis SEM digunakan untuk mengetahui morfologi silika mesopori yang dihasilkan. Silika Mesopori mempunyai ukuran pori rentang 2-50 nm.[21] Sampel yang teridentifikasi diberi tanda SL2% dan SL4%.. Hasil analisis SEM silika mesopori menggunakan gelatin dari kulit ikan lele ditunjukkan pada Gambar 4.

Analisa SEM digunakan untuk mengetahui morfologi:



Gambar 4. Hasil SEM silika mesopori menggunakan surfaktan gelatin kulit ikan lele (a) 2%, (b) 4%

Berdasarkan hasil analisis SEM terlihat bahwa pada SL2% morfologi partikelnya berukuran kecil dan kebanyakan porinya berukuran mesopori serta proses aglomerasinya agak teratur. Sedangkan pada sampel SL4% morfologinya juga berupa tabung bercabang seragam dan merata, tetapi tidak menampilkan porinya serta menunjukkan bahwa proses aglomerasi dapat

diminimalkan ketika jumlah surfaktan gelatin ditambahkan. Hal ini sesuai dengan hasil yang juga lebih teratur. Penelitian oleh Ismayana et al.. (2017) menunjukkan bahwa jika jumlah surfaktan ditingkatkan maka dapat menghindari terjadinya aglomerasi antar partikel silika mesopori. Surfaktan yang terdapat pada sintesis silika mesopori akan melindungi pertumbuhan kristal sehingga menyebabkan tingginya derajat kristalisasi.

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Sintesis silika mesopori dengan variasi gelatin kulit ikan lele berhasil dilakukan, dimana semakin tinggi konsentrasi gelatin yang digunakan maka menghasilkan morfologi teratur.
2. Berdasarkan hasil analisis XRD, silika mesopori yang dihasilkan merupakan jenis kristal kristobalit. Sampel dengan kristalinitas tertinggi adalah SL4%. Sedangkan berdasarkan hasil analisis SEM, dihasilkan silika mesopori dengan morfologi seragam menggunakan SL4% dengan bentuk tabung bercabang. Hal ini dikarenakan semakin banyak surfaktan yang ditambahkan maka kristalinitasnya semakin tinggi dan morfologi yang dihasilkan semakin teratur.

#### REFERENSI

- [1] K. Yano and Y. Fukushima, "Synthesis of mono-dispersed mesoporous silica spheres with highly ordered hexagonal regularity using conventional alkyltrimethylammonium halide as a surfactant," *J. Mater. Chem.*, vol. 14, no. 10, pp. 1579–1584, May 2004, doi: 10.1039/b313712k.
- [2] A. Mourhly, M. Khachani, A. El Hamidi, M. Kacimi, M. Halim, and S. Arsalane, "The synthesis and characterization of low-cost mesoporous silica  $\text{SiO}_2$  from local pumice rock," *Nanometer. Nanotechnol.*, vol. 5, 2015, doi: 10.5772/62033.
- [3] K. Kosuge, N. Kikukawa, and M. Takemori, "One-step preparation of porous silica spheres from sodium silicate using triblock copolymer templating," *Chem. Mater.*, vol. 16, no. 21, pp. 4181–4186, Oct. 2004, doi: 10.1021/cm0400177.
- [4] S.Aini, U K Nizar, A Amelia NST, dan J Efendi.2018. Identification and Purification of Nyalo River Silica Sand as Raw Material for the Synthesis of Sodium Silicate, " *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 335 012025
- [5] W. P. Dewi, T. Haryati, S. Suwardiyanto, Y. A. Sulistiyo, and N. Andarini, "Variasi Penambahan CTABr Sebagai Template Terhadap Pembentukan  $\text{TiO}_2$  Anatase Dari Senyawa Natrium Titanat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis," *Berk. Sainstek*, vol. 7, no. 2, p. 43, 2019, doi: 10.19184/bst.v7i2.12857.
- [6] S K W Ningsih , U K Nizar, dan U Novitria.2017. SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL  $\text{ZnO}$  DOPED  $\text{Cu}^{2+}$  MELALUI METODA SOL-GEL. "Eksakta", Vol. 18 No. 2, E-ISSN : 2549-7464 P-ISSN : 1411-3724
- [7] C. Yu, B. Tian, J. Fan, G. D. Stucky, and D. Zhao, "Salt effect in the synthesis of mesoporous silica templated by non-ionic block copolymers," *Chem. Commun.*, vol. 24, pp. 2726–2727, Dec. 2001, doi: 10.1039/b107640j.
- [8] Wulandari, A. Supriadi, and B. Purwanto, "PENGARUH DEFATting DAN SUHU EKSTRAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK FISIK GELATIN TULANG IKAN GABUS (*Channa striata*)," *Ph.D. thesis, Cent. Univ. Technol. China*, vol. 11, no. 3, pp. 38–45, 2013.
- [9] L. Niu et al., "Characterization of tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin gelatin extracted with alkaline and different acid

- pretreatments," *Food Hydrocoll.*, vol. 33, no. 2, pp. 336–341, 2013, doi: 10.1016/j.foodhyd.2013.04.014.
- [10] I. A. Rahman and V. Padavettan, "Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites a review," *Journal of Nanomaterials*, vol. 2012, 2012. doi: 10.1155/2012/132424.
- [11] J. Retuert, Y. Martinez, R. Quijada, and M. Yazdani-Pedram, "Highly porous silica networks derived from gelatin/siloxane hybrids prepared starting from sodium metasilicate," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 347, no. 1–3, pp. 273–278, Nov. 2004, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2004.09.017.
- [12] Meriatna, Suryati, and Evana, "KAJIAN PENGARUH KONSENTRASI NATRIUM HIDROSULFIT (NaHSO<sub>3</sub>) DAN TEMPERATUR DALAM PEMBUATAN SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT (MES) DARI CRUDE PALM OIL (CPO) DENGAN METODE SULFONASI," *J. Teknol. Kim. Unimal*, vol. 5, no. 1, pp. 45–56, 2016.
- [13] N. M. Puspawati, I. N. Simpen, and S. N. Miwada, "Isolasi Gelatin Dari Kulit Kaki Ayam Broiler Dan Karakterisasi Gugus Fungsinya Dengan Spektrofotometri Ftir," *J. Kim.*, vol. 6, no. 1, pp. 79–87, 2012.
- [14] J. H. Muyonga, C. G. B. Cole, and K. G. Duodu, "Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopic study of acid soluble collagen and gelatin from skins and bones of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*)," *Food Chem.*, vol. 86, no. 3, pp. 325–332, 2004, doi: 10.1016/j.foodchem.2003.09.038.
- [15] W. K. Surewicz and H. H. Mantsch, "New insight into protein secondary structure from resolution-enhanced infrared spectra," *Biochim. Biophys. Acta (BBA)/Protein Struct. Mol.*, vol. 952, no. C, pp. 115–130, 1988, doi: 10.1016/0167-4838(88)90107-0.
- [16] A. Hamid *et al.*, "Sintesis Zsm-5 Mesopori Dari Kaolin Dan Silika Koloid Dengan Dua Tahap Kristalisasi : Pengaruh Suhu Dan Waktu Synthesis of Mesoporous Zsm-5 From Kaolin and Colloidal Silica With Two Step Crystallization : Influence of Temperature and Aging Time," 2015.
- [17] D. Hartanto, T. E. Purbaningias, H. Fansuri, and D. Prasetyoko, "Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging," *J. Ilmu Dasar*, vol. 12, no. 1, pp. 80–90, 2011.
- [18] A. Ismayana, A. Maddu, I. Saillah, E. Mafquh, and N. Siswi Indrasti, "Sintesis Nanosilika Dari Abu Ketel Industri Gula Dengan Metode Ultrasonikasi Dan Penambahan Surfaktan," *J. Teknol. Ind. Pertan.*, vol. 27, no. 2, pp. 228–234, 2017, doi: 10.24961/j.tek.ind.pert.2017.27.2.228.
- [19] D. Hartanto, T. E. Purbaningias, H. Fansuri, and D. Prasetyoko, "Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging," *J. Ilmu Dasar*, vol. 12, no. 1, pp. 80–90, 2011.
- [20] B. T. Dipowardani, Sriatun, and Taslimah, "Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori," vol. 11, no. 1, pp. 20–28, 2008.
- [21] Aini, S dan Effendi, J. 2009. Kajian Penggunaan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dan NaOH pada Pembuatan Sodium Silikat dari Pasir Silika Sungai Nyalo Untuk Bahan Dasar Sintesis Zeolit 4A. Penelitian Hibah Bersaing Perguruan Tinggi. Fakultas MIPA UNP. Sumatera Barat.