



**SKRIPSI**

**PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP  
UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT  
 $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) YANG  
DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**MARETTA ZULFA SETYAWATI  
NRP. 0121154000011**

**Dosen Pembimbing  
Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si, M.Si.  
Hamzah Fansuri, S.Si, M.Si, Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**



**SCRIPT**

**EFFECT OF STIRRING TIME ON THE  
PEROVSKITE PARTICLE SIZE  $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$   
(LSCF 6428) SYNTHESIZED BY  
COPRECIPITATION METHOD**

**MARETTA ZULFA SETYAWATI  
NRP. 0121154000011**

**Advisor**

**Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si, M.Si.  
Hamzah Fansuri, S.Si, M.Si, Ph.D.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

**PENGARUH WAKTU PENGADUKAN  
TERHADAP UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT  
La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>Fe<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF 6428) YANG DISINTESIS  
DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**SKRIPSI**

Disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh Gelar  
Sarjana Sains pada Program Studi S-1  
Departemen Kimia  
Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh :

**MARETTA ZULFA SETYAWATI**  
**NRP. 0121154000011**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**PENGARUH WAKTU PENGADUKAN**  
**TERHADAP UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT**  
 **$\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) YANG DISINTESIS**  
**DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**SKRIPSI**

Oleh:

**MARETTA ZULFA SETYAWATI**

**NRP. 01211540000011**

Surabaya, 19 Juli 2019

Menyetujui,

**Dosen Pembimbing I**

**Dosen Pembimbing II**



**Wahyu P. Utomo, S.Si., M.Si.**  
**NIP. 19890908 201504 1 001**

**Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D.**  
**NIP. 19691017 199412 1 001**



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**  
**NIP. 197106161997031002**

**PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP  
UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT  
La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>Fe<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF 6428) YANG DISINTESIS  
DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**Nama** : Maretta Zulfa Setyawati  
**NRP** : 0121154000011  
**Departemen** : Kimia  
**Pembimbing 1** : Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si., M.Si.  
**Pembimbing 2** : Hamzah Fansuri, S.Si., M.Si., Ph.D

**ABSTRAK**

Perovskit La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>Fe<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF 6428) dengan variasi waktu pengadukan 0, 6, 12, 24 dan 30 jam berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi. Hasil analisis TGA menunjukkan LSCF 6428 dapat terbentuk mulai suhu diatas 650 °C. Karakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan LSCF 6428 memiliki struktur yang mirip dengan struktur LaCoO<sub>3</sub>. LSCF 6428 yang disintesis dengan variasi waktu pengadukan 0, 6, 12, dan 24 jam menghasilkan serbuk dengan kemurnian yang tinggi. Sementara terdapat fasa non perovskit pada waktu pengadukan 30 jam. Ukuran kristalit yang dihitung dengan persamaan *Scherrer* menunjukkan waktu pengadukan 6 jam memiliki ukuran kristalit terkecil (0,4317 nm) sementara waktu pengadukan 30 jam memiliki ukuran kristalit terbesar (0,5401 nm). Analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) juga menunjukkan hasil serupa, yakni ukuran partikel terkecil dihasilkan dari pengadukan 6 jam (772,7 nm) dan terbesar pada waktu pengadukan 30 jam (1092,8 nm). Pengamatan dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan semua sampel memiliki bentuk partikel yang tidak beraturan dan dapat membentuk agregat. Variasi waktu pengadukan 24 jam dan 30 jam memiliki homogenitas ukuran yang lebih rendah daripada variasi lainnya.

**Kata Kunci:** La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>F<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub>, Ukuran partikel, Kopresipitasi, *Particle Size Analyzer* (PSA)

**PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP  
UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT  
La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>Fe<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF 6428) YANG DISINTESIS  
DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**Name** : Maretta Zulfa Setyawati  
**NRP** : 0121154000011  
**Department** : Chemistry  
**Supervisor 1** : Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si., M.Si.  
**Supervisor 2** : Hamzah Fansuri, S.Si., M.Si., Ph.D

**ABSTRACT**

Perovskite La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>F<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF 6428) with variations of stirring time 0, 6, 12, 24 and 30 hours were successfully synthesized by coprecipitation method. The results of the TGA analysis show LSCF 6428 can be formed from temperatures above 650 °C. Characterization with X-ray diffraction (XRD) shows LSCF 6428 has a structure similar to the LaCoO<sub>3</sub> structure. LSCF 6428 which was synthesized with stirring time variations of 0, 6, 12, and 24 hours produced powder with high purity. While, there is a non perovskite phase at 30 hours stirring. The crystallite size calculated by the Scherrer equation shows the stirring time of 6 hours has the smallest crystal size (0,4317 nm) while the stirring time of 30 hours has the largest crystal size (0,5401 nm). Particle Size Analyzer (PSA) analysis also showed similar results, namely the smallest particle size generated from stirring 6 hours (772,7 nm) and the largest at 30 hours stirring (1092,8 nm). Observations with Scanning Electron Microscope (SEM) show that all samples have irregular particle shapes and can form aggregates. Variations in stirring time 24 hours and 30 hours have lower homogeneity in size than other variations.

**Keywords:** La<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>Co<sub>0,2</sub>F<sub>0,8</sub>O<sub>3-δ</sub>, Particle size, co-precipitation, *Particle Size Analyzer* (PSA).

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT karena atas rahmat, taufik dan hidayahnya sehingga tugas akhir berjudul **“PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP UKURAN PARTIKEL PEROVSKIT  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) YANG DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI”** ini dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan dan dorongan dari semua pihak. Untuk ini, penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si, M.Si. dan Hamzah Fansuri, S.Si, M.Si, Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan bimbingan dan motivasi selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Drs. Eko Santoso, MSi. selaku dosen wali atas semua pengarahannya.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. selaku Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan fasilitas selama penyusunan skripsi ini.
4. Dr. Djoko Hartanto, M.Si selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi.
5. Papa, ibu, kakak dan adik atas segala semangat, cinta dan dukungan serta doa setiap saat.
6. Teman-teman kelompok penelitian material penyimpan energi yang selalu memberi bimbingan dan saran.
7. Sahabatku Septi Kurnia Putri Adiningrum, Beti Qodariati, dan Syta Kumala Devi yang senantiasa memberikan dukungan serta hiburan kepada penulis.
8. Teman seperjuangan Galuh Putri Pasicakti dan Prisna Ulvina Adyarini yang selalu mengingatkan dan memberi semangat untuk menyelesaikan tulisan ini.

9. Teman-teman Goldschmidt, serta para senior yang selalu memberikan semangat dan dukungan selama penyelesaian skripsi ini.
10. Serta semua pihak yang telah membantu dalam penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga tugas akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 11 Juli 2019

Penulis

# DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK .....	v
ABSTRACT .....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI.....	5
2.1 Oksida Perovskit .....	5
2.1.1 Pengertian Oksida Perovskit .....	5
2.1.2 Struktur Perovskit .....	5
2.1.3 Pembuatan Oksida Perovskit Dengan Metode Kopresipitasi .....	7
2.2 Difraksi Sinar-X .....	8
2.3 Particle Size Analyzer (PSA).....	10
2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	13
3.1 Alat dan Bahan.....	13
3.1.1 Alat .....	13
3.1.2 Bahan .....	13
3.2 Metode Penelitian.....	13
3.2.1 Sintesis Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428).....	13
3.3 Karakterisasi Perovskit.....	15

3.3.1	Karakterisasi Fasa, Kemurnian dan Kristalinitas Perovskit dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	15
3.2.3	Karakterisasi Ukuran Partikel Serbuk Perovskit dengan <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	16
3.2.4	Karakterisasi Morfologi Partikel Serbuk Perovskit dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....		17
4.1	Sintesis Perovskit LSCF 6428 .....	17
4.2	Hasil Karakterisasi Perovskit .....	21
4.2.1.	Hasil <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	21
4.2.2	Hasil Particle Size Analyzer (PSA) .....	24
4.2.3	Hasil <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....		29
5.1	Kesimpulan.....	29
5.2	Saran.....	29
DAFTAR PUSTAKA.....		31
LAMPIRAN .....		37
BIODATA PENULIS.....		59

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur ideal perovskit .....	6
Gambar 2.2	Skema umum metode kopresipitasi.....	7
Gambar 2.3	Skema difraksi sinar X sesuai Hukum Bragg's.....	9
Gambar 2.4	Difraktogram sinar-X LSCF 6428.....	10
Gambar 2.5	Gambar SEM serbuk oksida perovskit (A) $\text{LaAlO}_3$ , (B) $\text{LaCoO}_3$ dan (C) $\text{LaFeO}_3$ setelah kalsinasi pada $900^\circ\text{C}$ yang disintesis melalui metode kopresipitasi.....	12
Gambar 4.1	(a) Larutan $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ berwarna putih; (b) campuran larutan $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ ; (c) campuran larutan $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ; (d) campuran larutan $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .....	18
Gambar 4.2	(a) Endapan perovskit sebelum dikeringkan; (b) endapan perovskit setelah dikeringkan suhu $105^\circ\text{C}$ selama 4 jam.....	19
Gambar 4.3	Kurva TGA dari LSCF 6428 melalui metode kopresipitasi .....	20
Gambar 4.4	(a) Serbuk perovskit sebelum kalsinasi (b) serbuk oksida perovskit setelah kalsinasi suhu $800^\circ\text{C}$ selama 5 jam .....	21
Gambar 4.5	Pola XRD dari perovskit LSCF 6428 variasi waktu pengadukan (a) 0 jam; (b) 6 jam; (c) 12 jam; (d) 24 jam dan (e) 30 jam.....	22
Gambar 4.6	Gambar SEM perovskit LSCF 6428 dengan variasi waktu pengadukan (a) 0 jam, (b) 6 jam, (c) 12 jam, (d) 24 jam dan (e) 30 jam.....	26
Gambar 4.7	Gambar SEM perovskit LSCF 6428 perbesaran 7.500 kali dengan variasi waktu pengadukan (a)	

0 jam, (b) 6 jam, (c) 12 jam, (d) 24 jam dan (e)  
30 jam ..... 27

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Intensitas dan ukuran kristalit dari sampel LSCF 6428 .....	23
Tabel 4.2	Hasil karakterisasi PSA .....	25

## **DAFTAR LAMPIRAN**

LAMPIRAN A SKEMA KERJA .....	37
LAMPIRAN B PERHITUNGAN .....	39
LAMPIRAN C HASIL KARAKTERISASI .....	43

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar belakang

Membran penghantar campuran ion dan elektron (*Mixed Ionic and Electronic Conducting Membran*, MIEC) telah banyak dikembangkan karena potensi pengaplikasiannya pada berbagai bidang (Shao dkk., 2000; Sunarso dkk., 2008; Thursfield dkk., 2012). Lebih khusus, membran penghantar oksigen berbasis perovskit mendapatkan perhatian yang lebih karena potensi membran tersebut pada proses produksi oksigen dengan kemurnian tinggi atau digunakan dalam reaktor membran untuk proses oksidasi parsial gas alam dalam satu tahap reaksi, sehingga dapat menghemat biaya produksi serta menjadi cara yang lebih ramah lingkungan dibandingkan bahan bakar konvensional (Balachandran dkk., 2006; Hendriksen dkk., 2000; Sunarso dkk., 2008). Oksida perovskit memiliki sifat oksidasi dan reduksi yang baik, dapat menghantarkan ion oksigen, memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi, dapat mempertahankan integritas strukturnya saat berada dalam keadaan tereduksi dan kembali kekeadaan asalnya setelah direoksidasi (Thoriyah, 2010).

Diantara berbagai membran penghantar ion oksigen berbasis perovskit, membran  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF) yang pertama dilaporkan pertama kali oleh Teraoka dkk. (1988) menunjukkan permeasi oksigen dengan fluks tinggi, yang disebabkan oleh konduktivitas ion oksigen dan elektroniknya yang tinggi (Teraoka dkk., 1985; Teraoka dkk., 1991; Teraoka dkk., 1988). Namun, beberapa penelitian sebelumnya melaporkan bahwa membran berbasis oksida perovskit mudah mengalami keretakan (Tong dkk., 2002; Wang dkk., 2003). Keretakan dalam bentuk apapun tidak diperkenankan terjadi pada membran penghantar ion oksigen karena hal ini dapat menyebabkan perpindahan massa (molekul gas) melalui pori-pori yang muncul pada retakan-retakan yang terjadi. Permasalahan tersebut dapat diatasi dengan meningkatkan kerapatan membran melalui

pengaturan pada proses kompaksi membran dan sintering (Mobius, 2009) serta pengaturan ukuran butiran (Lee, 2003). Das dan Mailati (1998) melaporkan bahwa ukuran partikel dan distribusinya memiliki efek signifikan terhadap ukuran pori dan distribusinya pada membran. Semakin kecil ukuran partikel penyusun membran maka semakin berpotensi menghasilkan membran dengan kerapatan yang semakin tinggi (Setyaningsih dkk., 2014).

Oksida perovskit dapat disintesis dengan beberapa macam metode, seperti metode *solid state*, kopresipitasi, hidrotermal, *spray and freeze drying* dan sol-gel (Cousin dkk., 1990). Metode *solid state* menghasilkan ukuran partikel yang besar, yaitu >1000 nm dengan suhu kalsinasi  $\geq 1000$  °C. Metode sol-gel dan *spray and freeze drying* menghasilkan ukuran partikel yang relatif kecil yaitu 410 nm, namun memerlukan suhu kalsinasi yang relatif tinggi dalam proses sintesis logam oksidanya, yaitu 800-1000 °C. Metode hidrotermal menghasilkan ukuran partikel yang relatif besar, yaitu 4100 nm dan dalam prosesnya dibutuhkan tekanan tinggi (hingga 15 MPa) (Athayde dkk., 2016). Lu dkk. (2007) menjelaskan bahwa metode kopresipitasi menghasilkan distribusi ukuran butir yang relatif sempit dan dapat dilakukan pada kondisi lingkungan normal. Selain menghasilkan ukuran partikel yang kecil, metode kopresipitasi memerlukan suhu kalsinasi yang lebih rendah dibandingkan dengan metode lainnya (Athayde dkk., 2016). Penelitian-penelitian tersebut menunjukkan bahwa metode sintesis sangat berpengaruh pada ukuran partikel serbuk yang dihasilkan, dan tentunya akan mempengaruhi sifat membran keramik yang dihasilkan.

Pada sintesis perovskit, pembentukan produk, khususnya pada metode kopresipitasi melibatkan kontrol pH, suhu, dan pengadukan (Ningsih, 2016). Melalui metode kopresipitasi, pengadukan mempunyai peranan penting pada ukuran partikel dan morfologi yang terbentuk. Material dengan ukuran nanometer mempunyai sifat yang lebih kuat, lebih ringan, lebih bersifat magnetik, isolasi termal lebih baik yang tidak dijumpai pada

material ukuran besar (Saidah dan Zainuri., 2012; Anggraita, 2006).

Pada penelitian kali ini perovskit  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) dibuat melalui metode kopresipitasi dengan NaOH sebagai agen pengendap dan dilakukan variasi terhadap waktu pengadukan 0, 6, 12, 24 dan 30 jam. Prekursor serbuk yang diperoleh dari proses kopresipitasi dianalisis dengan TGA untuk menentukan suhu kalsinasi. Serbuk setelah kalsinasi dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk, kemurnian dan ukuran kristalinitasnya. Karakterisasi PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan pengamatan dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi partikel.

## **1.2 Permasalahan**

Metode kopresipitasi adalah salah satu teknik yang lebih berhasil untuk mensintesis serbuk keramik dengan ukuran nano yang seragam dan memiliki distribusi ukuran partikel yang sempit. Pada beberapa referensi disebutkan bahwa pengadukan mempengaruhi terbentuknya partikel berukuran nano, oleh karena itu diperlukan informasi lebih lanjut terkait pengaruh waktu pengadukan terhadap ukuran partikel, yakni apakah pengadukan memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ukuran partikel, sehingga dapat diketahui waktu pengadukan yang paling optimal untuk menghasilkan perovskit LSCF 6428 berukuran nano dan morfologi partikelnya.

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu pengadukan terhadap ukuran dan morfologi partikel perovskit LSCF 6428 yang disintesis dengan metode kopresipitasi.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Pada penelitian ini, perovskit yang digunakan adalah  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) dengan variasi waktu pengadukan 0, 6, 12, 24 dan 30 jam.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan kontribusi dalam pengembangan katalis membran datar keramik asimetris berbasis perovskit baik sebagai katalis oksidasi parsial metana maupun sebagai pemisah oksigen.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

### 2.1 Oksida Perovskit

#### 2.1.1 Pengertian Oksida Perovskit

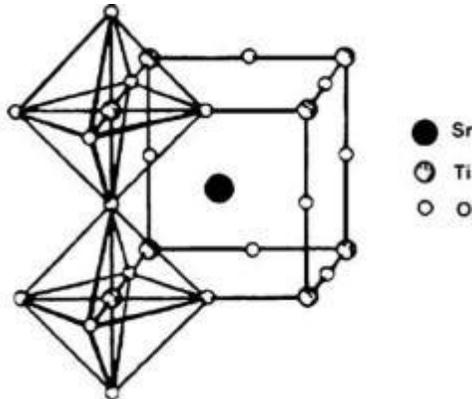
Oksida perovskit secara umum memiliki rumus  $ABO_3$ , dimana A adalah ion-ion logam alkali, alkali tanah atau jarang tanah, serta B adalah ion logam transisi (Me, Co, Fe, Ni, Te) atau logam lain yang ukurannya lebih kecil daripada A (Rao dan Gopalakhrisnan, 1997). Total muatan ion dari kedua logam tersebut haruslah positif 6 yang dapat tersusun dari kation bermuatan (1+5), (2+4) atau (3+3) agar terjadi keseimbangan muatan dengan muatan negatif 6 yang dibawa oleh tiga ion oksigen (Idayati, 2008).

Sebagian dari ion-ion oksigen penyusun struktur oksida perovskit dapat mengalami reduksi tanpa dirinya mengalami perubahan struktur yang berarti. Kekosongan ion oksigen ini selanjutnya dapat diisi kembali oleh ion oksigen lain melalui reaksi reoksidasi. Dengan sifat seperti ini, oksida perovskit dapat berperan sebagai oksidator atau sumber oksigen bagi suatu reaksi oksidasi yang bersifat *reversible* karena dapat direoksidasi (Idayati, 2008).

#### 2.1.2 Struktur Perovskit

Perovskit adalah nama dari struktur kristal dengan susunan  $AMX_3$ , keadaan A dan M dapat ditempati oleh berbagai kation anorganik. Perovskit yang ideal memiliki rumus koordinasi  $Sr^{XII}Ti^{VI}O_3$  dan diwakili oleh rumus komposisi  $A_2 + B_4 + O_3$  ( $A_1 + B_5 + O_3$  atau  $A_3 + B_3 + O_3$  juga dimungkinkan) dengan kation besar dan kation berukuran sedang (Sunarso dkk., 2008).

Struktur perovskit berbentuk kubik dengan atom A terletak pada tiap sudut kubik, atom B terletak pada diagonal ruang kubik dan oksigen terletak pada diagonal kubik, ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur ideal perovskit (Sunarso, 2008)

Ishihara (2006) menuliskan hubungan antara jari-jari ion dari kation A ( $r_A$ ) dan kation B ( $r_B$ ) serta  $O^{2-}$  ( $r_O$ ) yang menentukan bentuk struktur dari oksida perovskit. Hubungan tersebut dirumuskan dalam Persamaan 2.1.

$$(r_A + r_O) = \sqrt{2} (r_B + r_O) \quad (2.1)$$

Struktur perovskit dapat dipertahankan agar tetap ideal jika faktor toleransi ( $t$ ) antara 0,8 dan 1. Pada Persamaan (2.2) merupakan perhitungan nilai faktor toleransi yang dinyatakan oleh Goldschmidt.

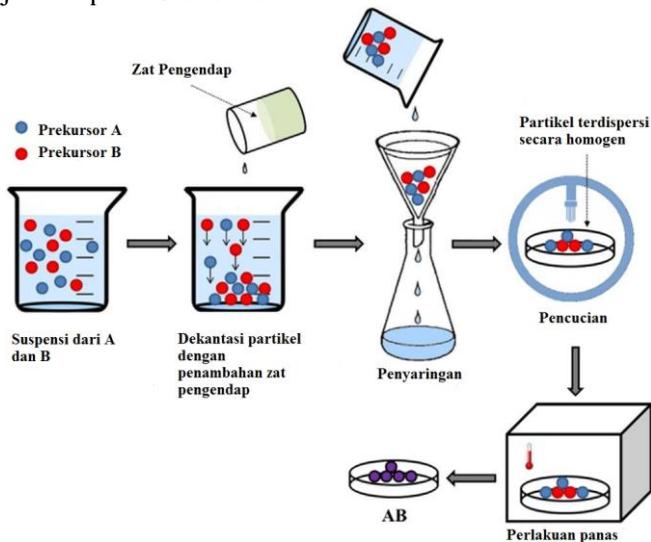
$$t = \frac{(r_A + r_O)}{\sqrt{2} (r_B + r_O)} \quad (2.2)$$

Struktur perovskit kubik yang stabil diperoleh apabila nilai  $t$  berada pada rentang  $0,75 < t < 1,0$  dan untuk struktur geometri ortorombik jika  $t$  pada rentang  $0,75 < t < 0,9$  (Ismundar, 2006).

### 2.1.3 Pembuatan Oksida Perovskit Dengan Metode Kopresipitasi

Kopresipitasi merupakan suatu metode yang digunakan untuk menghasilkan suatu serbuk yang mempunyai kelebihan diantaranya adalah pencampuran homogen yang terjadi dari suatu endapan reaktan mengurangi suhu reaksi dan proses dari metode ini untuk mensintesis serbuk oksida logam sangat sederhana. Proses kopresipitasi melibatkan kontrol pH, temperatur, dan kecepatan pengadukan dalam pembentukan produk (Ningsih, 2016).

Metode kopresipitasi membutuhkan kondisi jenuh di mana larutan dengan kation logam larut dicampur dengan larutan lain yang disebut agen presipitasi. Skema umum dari metode ini ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 2 Skema umum metode kopresipitasi (Athayde dkk., 2016)

Sintesis dengan metode ini telah mampu menghasilkan berbagai macam nanopartikel. Produk yang dihasilkan

meningkatkan ukuran kristal yang sebanding dengan meningkatnya kenaikan suhu sintesis dan akan menurun sebanding dengan kenaikan durasi pengadukan (Tawainella dkk., 2014).

Metode kopresipitasi dengan prekursor garam nitrat telah banyak dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya. Diantaranya yang dikerjakan oleh Elmania (2010) yang mensintesis oksida perovskit berbasis  $\text{LaCoO}_3$  yang disubstitusi dengan ion  $\text{Ca}^{2+}$ . Oksida perovskit  $\text{L}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  yang disintesis difokuskan pada variasi  $x=0,1-0,5$  dengan interval 0,1. Natrium hidroksida (agen pengendap) dan metanol (bahan pencuci endapan) digunakan pada penelitian tersebut. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa substitusi Ca (II) terhadap La (III) dapat menghasilkan oksida perovskit tetapi masih terlihat adanya fasa non perovskit yaitu  $\text{Co}_3\text{O}_4$ . Pengaruh substituen perovskit dapat diamati dengan menurunnya intensitas puncak perovskit seiring dengan bertambahnya substituen. Komposisi perovskit yang paling mendekati sebenarnya adalah  $\text{LaCoO}_{3.6}$  dimana diperoleh perbandingan mol La : Co sebesar 1,03 : 1.

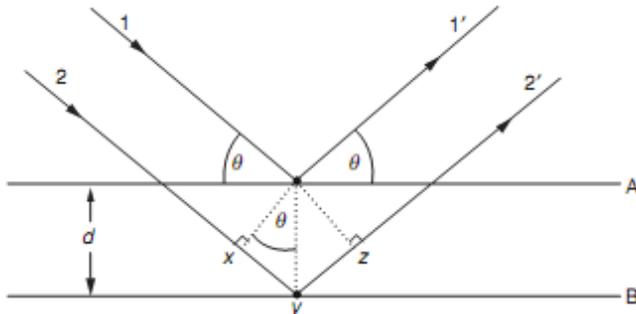
## 2.2 Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar X merupakan metode analisis pada material rapatan dengan prinsip difraksi gelombang sinar X yang mengalami pantulan setelah bertumbukan dengan atom kristal sehingga menghasilkan pola difraksi. Karakterisasi XRD bertujuan untuk menentukan sistem kristal. Metode difraksi sinar X dapat menerangkan parameter kisi, jenis struktur, susunan atom yang berbeda pada kristal, adanya ketidaksempurnaan pada kristal, orientasi, butir-butir dan ukuran butir (Smallman, 1991).

Prinsip alat XRD adalah hamburan sinar X yang dihasilkan dari suatu kristal tertentu memiliki panjang gelombang tertentu. Pendekatan umum untuk proses difraksi sinar X dijelaskan dalam persamaan Bragg's. Berdasarkan persamaan Bragg's, jika sinar X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal akan menghamburkan sinar X yang mempunyai panjang gelombang

yang sama dengan jarak antar kisi pada kristal. Sinar yang terhamburkan akan ditangkap oleh detektor kemudian akan diterjemahkan sebagai puncak difraksi.

Pendekatan hukum Bragg's ditunjukkan pada Gambar 2.5 dengan persamaan Bragg's (Persamaan 2.3).



Gambar 2. 3 Skema difraksi sinar X sesuai Hukum Bragg's (West, 2014)

Persamaan 2.3 Persamaan Bragg's

$$2 d \sin\theta = n \lambda \quad (2.3)$$

dengan:

$d$ = jarak antar bidang kisi kristal (nm),

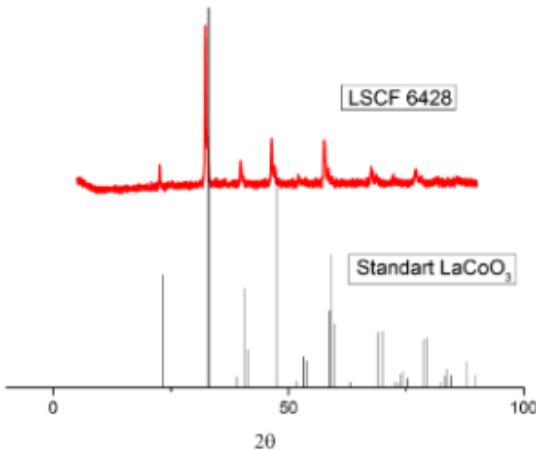
$\lambda$ = panjang gelombang sinar X (nm),

$\theta$ = sudut difraksi ( $^{\circ}$ )

Pada persamaan 2.3, nilai  $2\theta$  ditentukan oleh nilai  $d$ , sehingga nilai dari panjang gelombang dan sudut yang terukur dapat diketahui. Untuk intensitas puncak tergantung pada jumlah atom yang memantul pada setiap bidang kristal. Selain itu bentuk puncak mewakili ukuran kristal, dimana semakin lebar bentuk puncak menunjukkan kristal lebih amorf daripada bentuk puncak yang lebih tajam.

Adanya puncak-puncak tajam dengan intensitas tinggi dapat dilihat pada Gambar 2.4 yang menunjukkan hasil difraktogram sinar-X oksida perovskit LSCF 6428 dengan standar data difraksi

kristal  $\text{LaCoO}_3$ . Terdapat kecocokan antara puncak-puncak difraktogram oksida perovskit dengan difraktogram standar. Kecocokan puncak-puncak difraktogram ditunjukkan pada sudut  $2\theta = 33,05^\circ, 40,72^\circ, 47,00^\circ, 58,48^\circ, 68,61^\circ$  dan  $78,04^\circ$ . Adanya kecocokan tersebut menunjukkan terbentuknya fasa oksida perovskit LSCF 6428 dengan kemurnian tinggi dan kristalinitas yang tinggi (Etriana, 2017).



Gambar 2. 4 Difraktogram sinar-X LSCF 6428 (Etriana, 2017)

### 2.3 Particle Size Analyzer (PSA)

*Particle Size Analyzer* (PSA) dapat menganalisis partikel suatu sampel yang bertujuan menentukan ukuran partikel dan distribusinya dari sampel yang representatif. Distribusi ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan. Ukuran tersebut dinyatakan dalam jari-jari untuk partikel yang berbentuk bola. Penentuan ukuran dan distribusi partikel alat PSA dapat dilakukan dengan (1) difraksi sinar laser untuk partikel dari ukuran submikron sampai dengan milimeter, (2) *counter principle* untuk mengukur dan menghitung partikel yang berukuran mikron sampai dengan milimeter dan (3) penghamburan sinar untuk

mengukur partikel yang berukuran mikron sampai dengan nanometer (Etzler, 2004).

Pengukuran partikel dengan PSA biasanya digunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

Keunggulan penggunaan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel:

- 1) Lebih akurat. Pengukuran partikel dengan PSA lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti XRD ataupun SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*.
- 2) Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.
- 3) Rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikrometer (Rusli, 2011).
- 4) Dapat digunakan untuk pengukuran distribusi ukuran partikel emulsi, suspensi, dan bubuk kering (Hossaen, 2000).

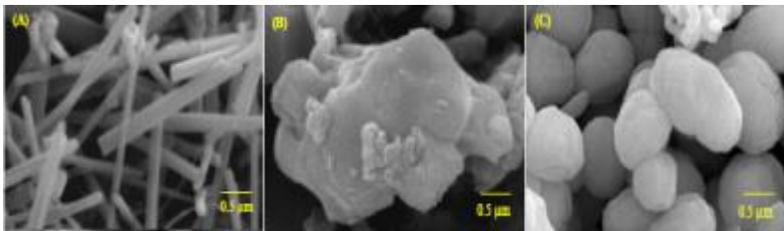
## **2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan metode analisis mikroskopi sebagaimana halnya mikroskopi optik. Pada SEM, sinar tampak yang digunakan untuk mengamati objek pada mikroskop optik digantikan dengan berkas elektron yang

memiliki panjang gelombang jauh lebih kecil daripada sinar tampak. Mikroskop optik biasa mampu memperbesar benda dengan ukuran  $\sim 1 \mu\text{m}$ , namun dengan SEM dapat memperbesar benda dengan ukuran  $\sim 10^2 \mu\text{m}$  (West, 2014). Oleh karena itu, SEM menghasilkan gambar objek dengan resolusi yang jauh lebih tinggi daripada mikroskop optik.

Aplikasi SEM dalam analisis membran penghantar ion oksigen adalah untuk mengamati morfologi permukaan membran dan mengamati pori-pori yang mungkin terdapat pada membran tersebut.

Gambar 2.5 menunjukkan hasil SEM morfologi dari serbuk oksida perovskit (A) untuk oksida perovskit  $\text{LaAlO}_3$ , (B) untuk oksida perovskit  $\text{LaCoO}_3$  dan (C) untuk oksida perovskit  $\text{LaFeO}_3$ . Berdasarkan hasil pengamatan tersebut dapat diketahui  $\text{LaAlO}_3$  memiliki struktur nanorod berpori persegi panjang dengan tekstur permukaan garis yang sangat halus. Sebaliknya,  $\text{LaCoO}_3$  memiliki partikel agregat padat dengan berbagai bentuk dan ukuran.  $\text{LaFeO}_3$  memiliki struktur sebagian besar yaitu partikel agregat yang berukuran mikro dan terkadang berukuran nano dengan diameter yang jauh lebih kecil sekitar 80-120 nm. Diantara tiga komposisi oksida perovskit tersebut, struktur  $\text{LaAlO}_3$  memiliki ukuran struktural terkecil, porositas tertinggi dan luas permukaan yang relatif tinggi.



Gambar 2. 5 Gambar SEM serbuk oksida perovskit (A)  $\text{LaAlO}_3$ , (B)  $\text{LaCoO}_3$  dan (C)  $\text{LaFeO}_3$  setelah kalsinasi pada  $900^\circ\text{C}$  yang disintesis melalui metode kopresipitasi (Haron dkk., 2017)

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat untuk sintesis perovskit dan alat untuk karakterisasi. Adapun peralatan sintesis perovskit terdiri dari gelas beker, pipet volum, labu ukur, botol semprot, erlenmeyer, kaca arloji, spatula besi, *rubber bulb*, mortar dan pastel porselen, krusibel porselen, kertas saring whattman no.41, seperangkat alat vakum, oven, desikator, neraca analitik, *magnetic stirrer*, dan *muffle furnace*. Sementara itu, alat untuk analisis terdiri dari *Thermogravimetric Analysis* (TGA METTLER), difraktometer sinar-X (PANalytical Xpert MPD system), *Particle Size Analyzer* (PSA Horriba Scientific SZ-100) dan *Scanning Electron Microscope* (Hitachi FlexSEM 1000).

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah oksida lantanum ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) p.a 99,5% (Merck), stronsium nitrat  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  p.a 99,0% (Merck), kobalt(II) nitrat heksahidrat ( $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) p.a 99,5% (Aldrich) dan besi(III) nitrat nonahidrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) p.a 97% (Aldrich), NaOH 2M,  $\text{HNO}_3$  p.a. 68% (Mallinckrodt chemical), aquades dan metanol.

#### **3.2 Metode Penelitian**

##### **3.2.1 Sintesis Perovskit LSCF 6428**

Perovskit LSCF 6428 disintesis dengan metode kopresipitasi sebagaimana yang dilakukan oleh Manan (2010). Preparasi perovskit LSCF 6428 diawali dengan pembuatan larutan nitrat dari kation-kationnya terlebih dahulu, yaitu lantanum(III) nitrat, kobalt(II) nitrat heksahidrat, stronsium nitrat, dan besi(III) nitrat nonahidrat. Larutan lantanum(III) nitrat dibuat

dengan melarutkan oksida lantanum ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) dengan  $\text{HNO}_3$  1M. Oksida lantanum mula-mula ditimbang sesuai perhitungan stoikiometri (4,3860 gram). Selanjutnya serbuk putih lantanum oksida dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  1M sebanyak 10 mL, diaduk dengan *magnetic stirrer* dihasilkan larutan berwarna putih. Larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$  yang dihasilkan selanjutnya disebut sebagai larutan 1.

Larutan kobalt(II) nitrat dibuat dengan melarutkan serbuk nitrat heksahidrat ( $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 2,6118 gram ke dalam 5 mL aquades, sehingga diperoleh larutan berwarna merah pekat. Larutan kobalt(II) nitrat ini selanjutnya disebut sebagai larutan 2. Larutan stronsium nitrat dibuat dengan melarutkan serbuk nitrat anhidrat ( $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ) 3,7987 gram ke dalam 5 mL aquades, sehingga diperoleh larutan tidak berwarna. Larutan stronsium nitrat ini selanjutnya disebut sebagai larutan 3. Larutan keempat yang disiapkan adalah larutan besi(III) nitrat. Larutan ini dibuat dengan melarutkan serbuk nitrat nonahidrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) 14,5027 gram dengan 10 mL aquades, sehingga diperoleh larutan berwarna jingga. Larutan NaOH pada penelitian kali ini dibuat dengan cara melarutkan 8 gram pelet NaOH dengan aquades hingga volume 25 mL.

Sintesis LSCF 6428 dilakukan dengan cara mencampurkan larutan lantanum(III) nitrat (larutan 1) dengan larutan kobalt(II) nitrat (larutan 2), larutan stronsium nitrat (larutan 3) dan larutan besi(III) nitrat (larutan 4) secara perlahan-lahan sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer*. Campuran yang terbentuk selanjutnya dibasakan dengan larutan NaOH 2M yang berfungsi sebagai agen pengendap. Campuran larutan selanjutnya diaduk terus menerus dengan *magnetic stirrer* dengan variasi waktu pengadukan 0, 6, 12, 24 dan 30 jam. Endapan yang terbentuk selanjutnya disaring dengan alat vakum dan kertas saring whattman No 41. Selanjutnya endapan yang tertinggal di kertas saring pada alat vakum dicuci dengan metanol hingga diperoleh filtrat dengan pH netral dari tetesan terakhir hasil penyaringan.

Endapan pada kertas saring selanjutnya dikeringkan pada suhu 105 °C di dalam oven selama 4 jam.

Endapan kering (prekursor) yang terbentuk kemudian digerus untuk mendapatkan serbuk kering yang halus. Prekursor tersebut selanjutnya dianalisis dengan TGA untuk menentukan suhu kalsinasinya. Prekursor selanjutnya dikalsinasi pada suhu sesuai dengan hasil analisis TGA. Produk dari proses kalsinasi ini digerus lagi selama 15 menit untuk mendapatkan serbuk akhir LSCF 6428.

### 3.3 Karakterisasi Perovskit

#### 3.3.1 Karakredisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi fasa perovskit hasil sintesis dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD). Serbuk perovskit tersebut masing-masing diletakkan pada *sample holder* yang telah dibersihkan sebelumnya dan diratakan permukaannya. Analisis difraksi dilakukan dengan diambil pada rentang sudut  $2\theta$  antara  $20^\circ$  sampai dengan  $90^\circ$  dengan interval  $0,02^\circ$  dan laju  $0,4^\circ$  per detik. Sumber radiasi yang digunakan adalah  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). Difraktogram yang dihasilkan selanjutnya dicocokkan dengan data standar dari kartu PDF (*Powder Diffraction File*) bernomor 00-025-1060 yang dikeluarkan oleh ICPDS- *International Centre for Diffraction Data*.

Ukuran kristalit sampel (D) dihitung dengan rumus Scherrer sebagaimana dijelaskan oleh Wijaya dkk. (1996), di mana  $K = 0,9$  mengacu pada faktor bentuk kristal,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X ( $1,54056 \text{ \AA}$ ),  $\beta$  adalah (*Full width at Half Maximum*, FWHM) dalam radian dan  $\theta$  adalah sudut difraksi. Perhitungan ukuran kristalit dengan rumus Scherrer ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

### 3.2.3 Karakterisasi dengan *Particle Size Analyzer* (PSA)

Karakterisasi ukuran partikel serbuk perovskit hasil sintesis dilakukan dengan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA Horriba Scientific SZ-100). Serbuk perovskit didispersikan dalam larutan metanol untuk membentuk suspensi yang stabil. Suspensi tersebut kemudian ditempatkan ke pemegang sampel dan dianalisis.

### 3.2.4 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

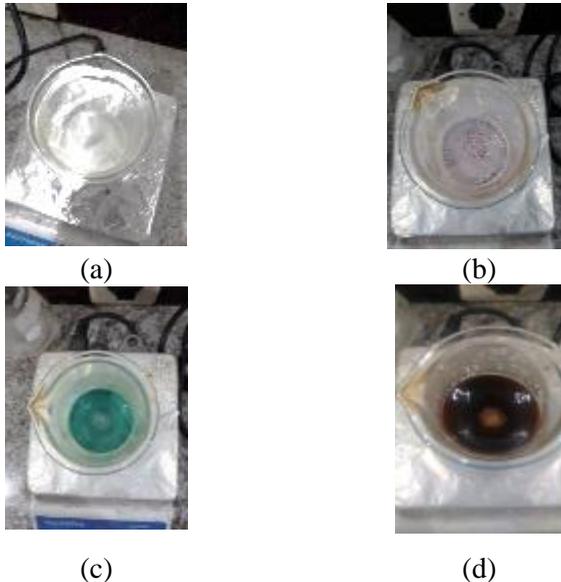
Karakterisasi morfologi partikel serbuk hasil sintesis dilakukan dengan instrumen *Scanning Electron Microscope* (Hitachi FlexSEM 1000). Serbuk perovskit ditempatkan pada pin sampel. Sampel selanjutnya dilapisi (*coating*) dengan Pd/Au untuk meningkatkan konduktivitasnya. Sampel yang telah terlapisi tersebut selanjutnya dimasukkan ke dalam *sample chamber* SEM untuk proses pemindaian. Proses pemindaian dilakukan dengan tegangan akselerator 15-20 keV dengan detektor SE1.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis Perovskit LSCF 6428

Perovskit  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  (LSCF 6428) pada penelitian ini disintesis dengan metode kopresipitasi. Proses sintesis diawali dengan pembuatan larutan lantanum nitrat dari oksida lantanum. Oksida lantanum dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  1M. Larutan asam nitrat sebagai pelarut oksida lantanum diperoleh dari asam nitrat pekat berkonsentrasi 68% yang diencerkan dengan aquades sehingga dihasilkan konsentrasi 1M tidak berwarna seperti yang dilakukan oleh Yuanita (2010). Larutan lantanum(III) nitrat diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit dengan tujuan untuk menghomogenkan larutan. Larutan lantanum(III) nitrat berwarna putih seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. (a).

Larutan yang terbentuk kemudian ditambah dengan larutan kobalt(II) nitrat dan diaduk dengan *magnetic stirrer* supaya reaksi berjalan sempurna. Pengadukan ini dilakukan selama 10 menit. Ketika larutan kobalt(II) nitrat ditambahkan, larutan mengalami perubahan warna dari merah muda (Gambar 4.1 (b)) menjadi biru tosca dengan cepat (Gambar 4.1 (c)). Selanjutnya larutan stronsium nitrat ditambahkan secara perlahan-lahan pada campuran dengan tetap diaduk selama 10 menit. Campuran tidak mengalami perubahan warna, tetap berwarna biru tosca seperti yang terlihat pada Gambar 4.1 (c). Larutan terakhir yang ditambahkan ialah larutan besi(III) nitrat. Larutan besi(III) nitrat ditambahkan secara perlahan-lahan pada campuran dengan tetap diaduk selama 30 menit supaya reaksi berjalan sempurna. Campuran berubah warna menjadi coklat tua seperti terlihat pada Gambar 4.1 (d). Perubahan warna yang terjadi selama proses pencampuran ini menandakan adanya reaksi yang terjadi selama proses pencampuran tersebut.

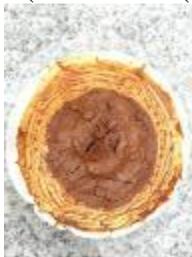


Gambar 4. 1 (a) Larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$  berwarna putih; (b) campuran larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$  dan  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  sesaat setelah pencampuran; (c) campuran larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  dan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ; (d) campuran larutan  $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Agen pengendap dibutuhkan untuk menghasilkan endapan pada metode koplesipitasi. Agen pengendap yang biasa digunakan adalah hidroksida, karbonat, dan asam oksalat. Merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Chi dkk. (2004), hidroksida dipilih sebagai agen pengendap karena mempunyai kemampuan pendispersi yang lebih tinggi dan mempunyai sifat elektrokatalitik yang lebih baik daripada karbonat dan asam oksalat. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan NaOH sebagai agen pengendapnya. NaOH 2M dibuat dengan menimbang 8,0600 gram NaOH padat kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL. Agen pengendap yang digunakan sebanyak 30 mL. NaOH ditambahkan secara langsung dengan

tetap dilakukan pengadukan. Pengadukan ini diteruskan sesuai dengan variasi waktu pengadukan yang ditentukan yakni 0, 6, 12, 24 dan 30 jam.

Proses selanjutnya untuk memperoleh endapan perovskit ialah filtrasi. Filtrasi dilakukan dengan seperangkat alat vakum. Hasil filtrasi dicuci dengan metanol. Tujuan digunakannya metanol adalah untuk menghilangkan kelebihan ion natrium yang berasal dari NaOH. Pencucian dihentikan pada saat pH larutan telah netral yang ditandai dengan warna filtrat menjadi bening dan hasil pengukuran pada tetesan terakhir hasil penyaringan menunjukkan pH netral. Endapan yang diperoleh berwarna coklat ditunjukkan pada Gambar 4.2 (a). Endapan selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 4 jam sehingga diperoleh endapan kering yang disebut sebagai prekursor (Gambar 4.2 (b)).



(a)

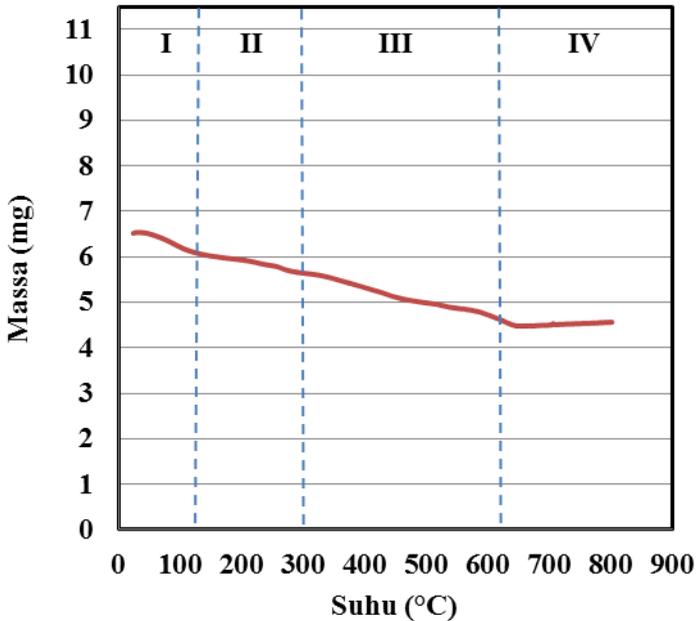


(b)

Gambar 4.2 (a) Endapan sebelum dikeringkan; (b) Prekursor setelah dikeringkan pada suhu 105 °C selama 4 jam

Tahap terakhir dalam sintesis oksida perovskit pada penelitian ini adalah kalsinasi. Kalsinasi dilakukan berdasarkan hasil dari analisis TGA dari prekursor yang diperoleh. Kurva hasil analisis TGA ditampilkan pada Gambar 4.3. Pada kurva tersebut dapat dilihat bahwa terdapat tiga penurunan massa selama analisis berlangsung. Penurunan massa pertama terjadi pada suhu 80-120 °C yang ditandai dengan area I. Perubahan massa ini terjadi karena adanya desorpsi air yang teradsorpsi secara fisik dalam partikel prekursor (Berchmans dkk., 2008) Penurunan massa yang

kedua (area II) terjadi pada suhu sekitar 180-280 °C. Penurunan massa tersebut menunjukkan adanya pelepasan air kristal maupun air yang teroklusi di dalam prekursor (Daintith, 2004). Perubahan massa ketiga terjadi antara 320-620 °C yang terindikasi adanya proses dekomposisi molekul-molekul nitrat dan pelepasan gas-gas lain yang diduga persenyawaan nitrat seperti  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NO}_3$ , dan  $\text{N}_2\text{O}_3$  (Merino dkk., 2005). Pada suhu diatas 650 °C (area IV) tidak terjadi penurunan massa lagi, sehingga proses pembentukan perovskit dapat dimulai pada suhu ini.



Gambar 4.3 Kurva TGA dari LSCF 6428 melalui metode kopresipitasi

Berdasarkan kurva TGA pada Gambar 4.3, kalsinasi prekursor pada penelitian ini dilakukan pada suhu 800 °C

untuk memastikan bahwa pada suhu kalsinasi tersebut perovskit telah terbentuk. Seluruh prekursor perovskit dengan waktu pengadukan yang bervariasi dikalsinasi pada suhu yang sama, yaitu 800 °C selama 5 jam. Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna pada serbuk prekursor sebelum dan setelah kalsinasi, dimana warna berubah coklat tua menjadi hitam. Perubahan warna ini mengindikasikan terjadinya reaksi pembentukan perovskit LSCF 6428.



(a) (b)  
Gambar 4. 4 (a) Serbuk oksida perovskit sebelum kalsinasi (b) serbuk oksida perovskit setelah kalsinasi suhu 800 °C selama 5 jam

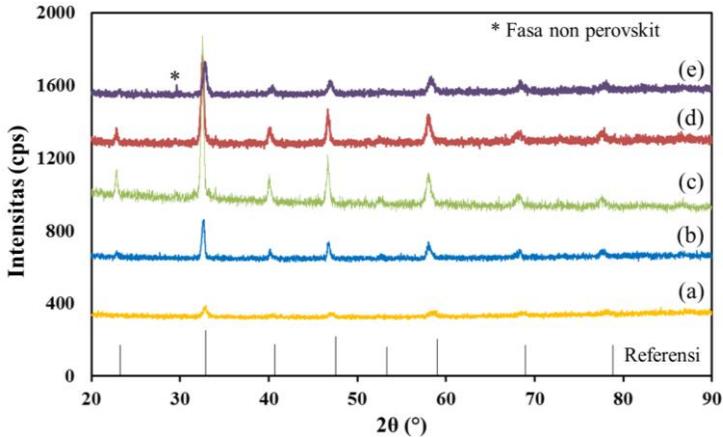
## 4.2 Hasil Karakterisasi Perovskit

Karakterisasi dilakukan terhadap LSCF 6428 yang meliputi penentuan fasa yang terbentuk, kemurnian dan ukuran kristalit dengan XRD, ukuran partikel dengan PSA, dan morfologi partikel dengan SEM.

### 4.2.1. Hasil *X-Ray Diffraction* (XRD)

Perovskit LSCF 6428 yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk, kemurnian dan ukuran kristalinitasnya. Analisis difraksi sinar-X ini dilakukan pada rentang  $2\theta$  antara 20-90°. Pola difraksi sinar-X ditunjukkan pada Gambar

4.5. Pada gambar tersebut dapat dilihat puncak-puncak khas perovskit  $\text{LaCoO}_3$  yang berada pada sudut  $2\theta$ :  $23,26^\circ$ ,  $32,91^\circ$ ,  $40,66^\circ$ ,  $47,51^\circ$ ,  $53,81^\circ$ ,  $59,76^\circ$ ,  $68,97^\circ$  dan  $78,79^\circ$  sesuai dengan data PDF No. 00-025-1060.



Gambar 4. 5 Pola XRD dari perovskit LSCF 6428 variasi waktu pengadukan (a) 0 jam; (b) 6 jam; (c) 12 jam; (d) 24 jam dan (e) 30 jam

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa perovskit LSCF 6428 yang disintesis dengan variasi waktu pengadukan 0, 6, 12, 24 dan 30 jam memiliki struktur yang sama dengan  $\text{LaCoO}_3$  sebagai senyawa induk. Hal ini menandakan perovskit telah terbentuk pada seluruh sampel tersebut. LSCF 6428 yang disintesis dengan waktu pengadukan 0, 6, 12 dan 24 jam menunjukkan tidak adanya puncak lain selain puncak perovskit yang menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki kemurnian yang tinggi. Sementara itu, pada variasi waktu pengadukan 30 jam ditemukan adanya puncak lain selain puncak perovskit, yakni sekitar  $2\theta$   $29^\circ$ . Adanya fasa non perovskit tersebut disebabkan kation reaktan yang tidak bereaksi sempurna selama sintesis, atau pembentukan fasa lain akibat adanya pengadukan yang terlalu lama (Idayati, 2008).

Intensitas puncak merupakan indikator yang penting dalam analisis XRD karena menunjukkan kristalinitas suatu sampel. Sampel dengan waktu pengadukan 0 jam memiliki nilai intensitas yang terbilang rendah, yaitu pada 48,94 cps. Adanya intensitas yang masih rendah tersebut mengindikasikan bahwa kristal perovskit sudah mulai terbentuk, namun rendahnya intensitas menunjukkan pula bahwa pembentukan kristal tersebut belum optimal (Thoriyah, 2010). Intensitas puncak meningkat seiring dengan bertambahnya waktu pengadukan menjadi 6 dan 12 jam. Waktu pengadukan 12 jam memiliki nilai intensitas yang tertinggi dengan puncak-puncak tajam sebagaimana tampak jelas pada  $2\theta$   $32,52^\circ$ . Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi (Andani dan Purianti, 2015). Namun demikian, intensitas tersebut turun pada waktu pengadukan yang semakin lama yakni 24 dan 30 jam, yang mengindikasikan berkurangnya keteraturan kristal dalam sampel tersebut. Perbandingan intensitas puncak XRD dan ukuran kristalit pada kelima sampel ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Intensitas dan ukuran kristalit dari sampel LSCF 6428

<b>No.</b>	<b>Waktu Pengadukan (jam)</b>	<b>Intensitas (cps)</b>	<b>Ukuran Kristalit (nm)</b>
1	0	48,94	0,4319
2	6	199,42	0,4317
3	12	822,09	0,5397
4	24	452,61	0,4796
5	30	167,72	0,5401

Ukuran kristalit pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa variasi waktu pengadukan 0 jam dan 6 jam memiliki ukuran kristalit yang mirip masing-masing 0,4319 nm dan 0,4317 nm. Ukuran kristalit tersebut meningkat menjadi 0,5397 nm pada

waktu pengadukan 12 jam dan turun menjadi 0,4796 nm pada waktu pengadukan 24 jam. Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi pembentukan perovskit dengan kristalinitas yang tinggi terjadi pada waktu pengadukan 12 jam. Pada waktu tersebut, terjadi pula pertumbuhan kristal yang optimal sehingga kristalinitas dan ukuran kristalitnya meningkat. Penurunan ukuran kristalit yang terjadi pada waktu pengadukan 24 jam diperkirakan terjadi karena disintegrasi ukuran akibat tumbukan yang terjadi akibat proses pengadukan (Purwasmita dan Gultom, 2008). Selanjutnya, ukuran kristalit meningkat kembali pada waktu pengadukan 30 jam. Meningkatnya ukuran kristalit tampaknya terjadi karena selama penambahan zat pengendap, endapan yang terbentuk membentuk ukuran kristal menjadi lebih besar. Ada kemungkinan pula waktu pengadukan yang cukup lama yakni 30 jam memberikan kesempatan bagi tumbuhnya kristal sehingga ukuran kristalitnya pun semakin meningkat (Thoriyah dkk., 2010).

#### 4.2.2 Hasil Particle Size Analyzer (PSA)

Karakterisasi dengan *Particle Size Analyzer* (PSA) bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel rata-rata dari semua variasi waktu pengadukan perovskit LSCF 6428 yang disintesis dengan metode kopresipitasi. Hasil pengukuran dengan PSA ini ditampilkan pada Tabel 4.2. Data pada Tabel tersebut menunjukkan bahwa ukuran partikel terbesar dimiliki oleh sampel dengan waktu pengadukan 12 jam. Ukuran partikel ini sesuai dengan data kristalinitas dari data XRD. Variasi waktu pengadukan 12 jam memiliki ukuran partikel rata-rata 1028,9 nm. Ukuran partikel variasi waktu pengadukan 12 jam mengalami peningkatan yang menandakan meningkat pula pertumbuhan kristalnya. Peningkatan pertumbuhan kristal disebabkan pada waktu pengadukan 12 jam merupakan waktu dimana pertumbuhan kristal lebih mendominasi dibandingkan perpecahan partikel yang disebabkan oleh adanya tumbukan pada saat perlakuan pengadukan. Hal ini juga ditandai dengan puncak kristalinitas yang tinggi dan tajam. Pada variasi waktu

pengadukan 24 jam, ukuran partikel rata-rata mengalami penurunan. Penurunan ukuran partikel dikarenakan semakin lamanya waktu pengadukan menyebabkan partikel saling bertumbukan satu sama lain hingga akhirnya partikel terpecah menjadi lebih kecil. Selain itu, adanya tahap nukleasi yang lebih dominan dari pada pertumbuhan kristal, sehingga ukuran partikel yang dihasilkan berukuran kecil (Asmin, 2015).

Tabel 4. 2 Hasil karakterisasi PSA

No.	Waktu Pengadukan (jam)	Ukuran Partikel Rata-Rata (nm)
1	0	965,0
2	6	772,7
3	12	1028,9
4	24	824,0
5	30	1092,8

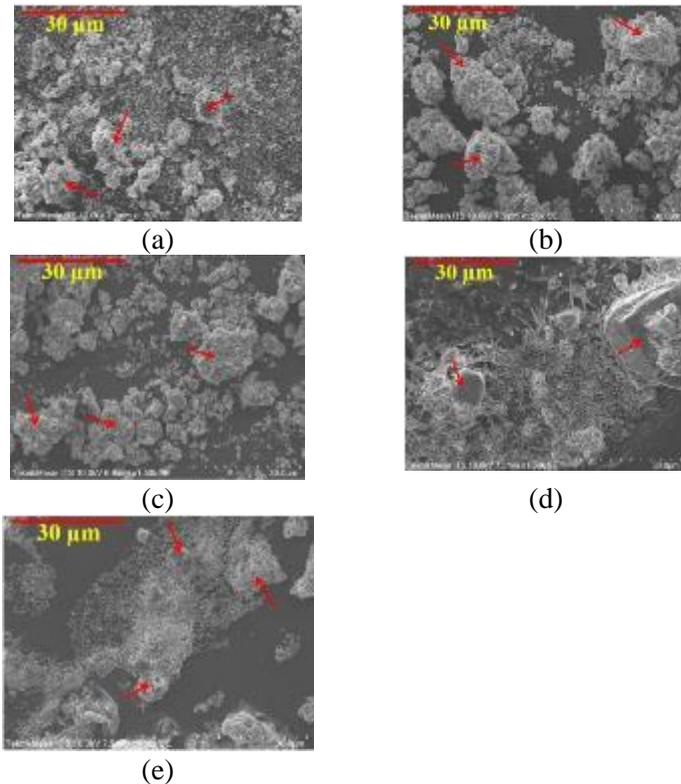
Ukuran partikel terkecil ditunjukkan oleh sampel dengan waktu pengadukan 6 jam yakni sebesar 772,7 nm. Ukurannya bahkan lebih kecil daripada sampel tanpa waktu pengadukan. Sampel tanpa pengadukan menunjukkan bahwa ukuran partikelnya sudah cukup besar, walaupun dari data XRD intensitas dan ukuran kristalinitasnya masih rendah. Hal ini masuk akal karena satu partikel suatu material dapat tersusun dari beberapa ukuran kristalit, sehingga tidak selalu berkorelasi positif (Morales dkk., 2011). Variasi waktu pengadukan 6 jam memiliki ukuran partikel rata-rata yang paling kecil diperkirakan sebagai akibat dari tidak cukupnya waktu bagi pertumbuhan kristal. Pada waktu tersebut, kristal LSCF 6428 telah terbentuk sebagaimana hasil analisis XRD.

Variasi waktu pengadukan 30 jam memiliki ukuran partikel rata-rata paling besar, hal ini memungkinkan semakin lama proses pengendapan akan menjadikan pertumbuhan kristal yang semakin membesar pula. Keadaan ini juga disebabkan oleh banyaknya volume media pencair yang menghambat kinerja *magnetic stirrer*

untuk berputar secara optimal, sehingga pertumbuhan kristal lebih mendominasi.

#### 4.2.3 Hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM)

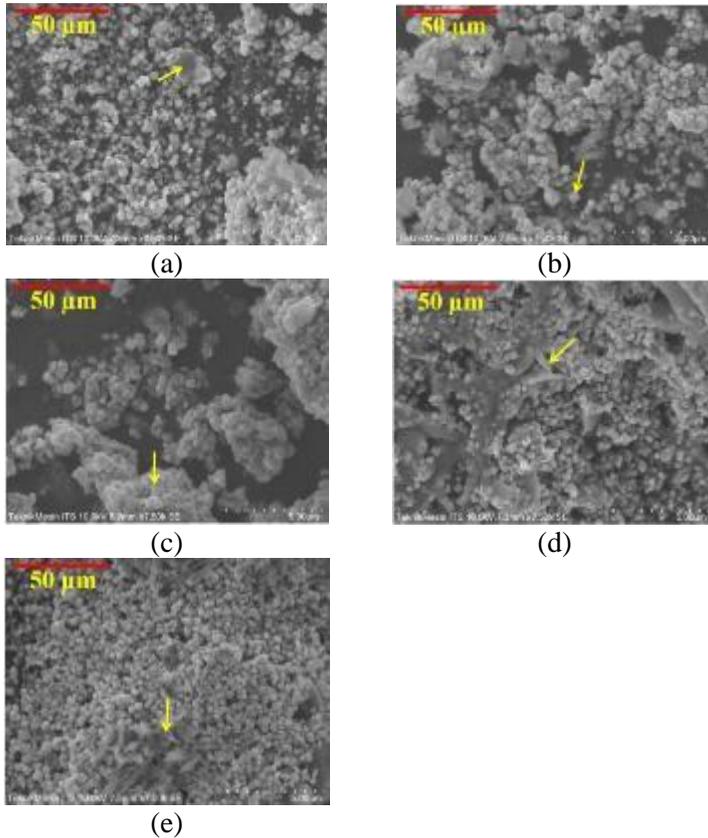
Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk partikel dan morfologi serta untuk mengkonfirmasi hasil PSA. Gambar SEM perovskit LSCF 6428 pada berbagai variasi waktu pengadukan ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4. 6 Gambar SEM perovskit LSCF 6428 pada berbagai variasi waktu pengadukan (a) 0 jam, (b) 6 jam, (c) 12 jam, (d) 24 jam dan (e) 30 jam

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa secara umum, semua sampel memiliki bentuk tidak teratur dan dapat membentuk agregat. Terbentuknya agregat pada semua sampel ditunjukkan dengan tanda panah.

Pengamatan lebih lanjut mengenai bentuk partikel perovskit ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 7 Gambar SEM perovskit LSCF 6428 perbesaran 7.500 kali dengan variasi waktu pengadukan (a) 0 jam, (b) 6 jam, (c) 12 jam, (d) 24 jam dan (e) 30 jam

Pada Gambar 4.7 (a) variasi waktu pengadukan 0 jam menunjukkan adanya agregat yang menyatu dengan tekstur permukaan yang halus sebagaimana ditunjukkan dengan tanda panah. Terbentuknya agregat dikarenakan adanya proses pemanasan atau kalsinasi. Variasi waktu pengadukan 6 jam (Gambar 4.7 (b)) menunjukkan bentuk kotak-kotak yang membentuk agregat dengan tekstur permukaan yang tidak halus. Partikel yang berbentuk kotak dan halus pada sampel tersebut ditunjukkan dengan tanda panah. Gambar 4.7 (c) memperlihatkan agregat lebih menyatu dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan variasi waktu pengadukan 12 jam. Adanya agregat dengan ukuran yang besar telah mengkonfirmasi ukuran partikel rata-rata dari PSA yang besar dan kristalinitas yang tinggi pada pola difraksi sinar-X. Ketiga waktu pengadukan ini pada dasarnya menunjukkan kecenderungan yang sama, yakni bentuk partikel relatif sama-sama membentuk agregat dengan ukuran yang mirip.

Pada Gambar 4.7 (d) juga menunjukkan adanya agregat yang besar dan utuh dengan tekstur permukaan yang halus. Namun demikian, juga terlihat banyak partikel-partikel kecil yang mengelilingi agregat besar tersebut. Hal ini mengindikasikan adanya homogenitas yang rendah pada variasi waktu pengadukan 24 jam. Selain itu, tampak pula adanya struktur nanorod yang muncul seperti jarum ditunjukkan dengan tanda panah. Variasi waktu pengadukan 30 jam (Gambar 4.7 (e)) juga menunjukkan kecenderungan yang sama dengan waktu pengadukan 24 jam. Adanya agregat yang besar mengkonfirmasi adanya pertumbuhan kristal yang signifikan. Partikel-partikel berukuran kecil yang menyelimuti agregat besar dimungkinkan hasil dari terjadinya proses nukleasi kristal maupun akibat adanya agregat yang saling bertumbukan hingga membentuk serpihan partikel berukuran kecil akibat adanya pengadukan. Perbedaan ukuran partikel yang ekstrim pada variasi waktu pengadukan 24 dan 30 jam menunjukkan bahwa homogenitas partikel pada kedua sampel ini cenderung rendah.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Perovskit  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{F}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  variasi waktu pengadukan 0 jam, 6 jam, 12 jam, 24 jam dan 30 jam berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi dan memiliki struktur kristal yang hampir sama dengan standar  $\text{LaCoO}_3$ . Variasi waktu pengadukan 12 jam menghasilkan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi dengan ukuran partikel sebesar 1028,9 nm serta membentuk agregat permukaan halus. Variasi waktu pengadukan 6 jam menghasilkan kristalinitas yang rendah dengan ukuran partikel paling kecil yaitu 772,7 nm serta morfologi kotak yang membentuk agregat. Variasi waktu pengadukan 30 jam menghasilkan ukuran paling besar yaitu, 1092,8 nm dengan kemurnian yang rendah sebagaimana dibuktikan dengan masih adanya fasa lain. Variasi waktu pengadukan 24 jam dan 30 jam memiliki homogenitas yang paling rendah. Perbedaan waktu pengadukan menghasilkan ukuran partikel yang berbeda pula. Dengan demikian pemilihan waktu yang optimal sangat diperlukan untuk mendapatkan oksida perovskit berukuran nano.

#### **5.2 Saran**

Pada penelitian selanjutnya diharapkan dilakukan pengurangan volume pelarut atau media pencair, sehingga proses pengadukan berjalan lebih optimal dan pertumbuhan kristal tidak mendominasi.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## DAFTAR PUSTAKA

- Andani, D dan Puryanti, D. 2015. Pengaruh PEG-2000 Terhadap Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal fisika Unand*, Vol. 4, No. 2.
- Anggraita, P. 2006. Penelitian Bahan Nano (Nanomaterial) Di Badan Tenaga Nuklir Nasional. *Indonesian Journal of Materials Science*. Edisi khusus: Hal. 6-8.
- Asmin, L. O. 2015. Sintesis nanopartikel Zinc ferrite ( $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ ) dengan metode kopresipitasi dan karakterisasi sifat magnetnya. *Spektra: jurnal fisika dan aplikasinya*, Vol. 15, No. 3.
- Athayde, D. D., Souza, D.F., Silvia, A.M.A., Vasconcelos, D., Nunes, E.H.M., Diniz da Costa, J., C., Vasconcelos, W.L. 2016. Review Of Perovskite Ceramic Synthesis And Membrane Preparation Method. *Ceramic International*. Vol. 42, Hal. 6555-6571.
- Balachandran, U., Ma, B. 2006, Mixed-conducting dense ceramic membranes for air separation and natural gas conversion, *J, Solid State Electrochem*, Vol. 10, Hal. 671.
- Berchmans, L. J., Sindhu R., Anggapan, S., & Agustin, C.O. 2008. Effect Of Antinomy Substitution On Structural on Electrical Properties of  $\text{LaFeO}_3$ . *Journal of Material, Processing Technology*, Vol. 207, Hal. 301-306.
- Chi, Bo, Jian, B. L., Yong, S.H., Jin., H.D. 2004. Effect of Precipitant of Ni-Cp Spinel Oxide By Coprecipitation Method. *Materials Letter*, Vol. 58, Hal. 1415-1418.
- Cousin, P., Ross R. A. 1990. Preparation of mixed oxides: a review, *Mater. Sci. Eng A*. Vol. 130, Hal. 119-125.
- Das, N. dan Maiti, H. S. 1999. Effect of Size Distribution of the Starting Powder on the Pore Size and its Distribution of Tape Cast Alumina Microporous Membranes. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 19, Hal. 341-345.
- Daintith, J. 2009. Kamus Lengkap Kimia. Erlangga, Jakarta.
- Elmania N. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Oksida Perovskit

- $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$  ( $0 \leq x \leq 0,5$ ) Dengan Metode Kopresipitasi. Skripsi. Kimia FMIPA ITS, Surabaya.
- Emadi, R. 2015. Effect Of Temperature O The Reactipn Sintering Of Mechanically Actised  $\text{ZrSiO}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$  Mixture. *Ceramic International*. Vol. 4, Hal. 14400-14405.
- Etriana, R. 2017. Pengaruh suhu sintering terhadap membran rapat asimetris perovskit  $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  yang disiapkan dengan metode inversi fasa. Skripsi, Kimia FMIPA ITS, Surabaya.
- Etzler, F. M. 2004. Particle Size Analysis: A Comparison of Methods. *American Pharmaceutical Review*. Amerika.
- Haron, W., Wisitsoraat, A., Wongnawa, S. 2017. Nanostructured Perovskite Oxides– $\text{LaMO}_3$  (M = Al, Co, Fe) Prepared By Co-Precipitation Method And Their Ethanol-Sensing Characteristics. *Ceramic International*. CERII4475.
- Hendriksen, P. V., Larsen, P. H., Mogensen, M., Poulsen, F. W., Wiik, K. 2000. Prospects and problems of dense oxygen permeable membranes. *Catalysis Today*, Vol. 56, Hal. 283.
- Hossaen, A. 2000. Particle Size Analyzer. *King Fahd Petroleum & Mineral*. Arab Saudi.
- Idayati, E. 2008. Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  dari Tiga Variasi Metode (Sol-Gel, Solid-State, Kopresipitasi). Skripsi, Jurusan kimia, FMIPA ITS, Surabaya.
- Ishihara, T. 2006. Perovskite Oxid For Solid Oxide fuel Cell. *Faculty of engineering departemen of applied chemistry*, Kyushu University.
- Ismundar. 2006. Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis Dan Sifat-Siftnya. Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Lee, S. K. S., Woo, S. K. J. W., Ishihara, T. dan Kim, D. K. 2003. Oxygen-Permeating Property of  $\text{LaSrBFeO}_3$  (B=Co, Ga) Perovskite Membrane Surface-Modified By  $\text{LaSrCoO}_3$ . *Solid State Ionics*, Vol. 158, Hal. 287–296.
- Lu, A. H., Salabas, E.L., & Schüth, L. 2007. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization

- and Application. *Angewandte Chemie International Edition*, Vol. 46, Hal. 1222-1244.
- Manan, M. A. 2009. Sintesis Oksida Perovskit  $\text{LaCo}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_{3-\delta}$  dengan metode kopresipitasi dan karakterisasinya. Skripsi. Kimia-FMIPA, ITS.
- Merino, N. A, Barbero, B. P, Grange, P., Cadus, L. E. 2005.  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  Perovskite Type Oxide: Preparation, Characterisation, Stability And Catalytic Potentiality For The Total Oxidation Of Propane. *Journal Of Catalysis*, Vol. 231, Hal. 232-244.
- Mobius, A., Henriques, D. dan Marqus, T. 2009. Sintering behaviour of  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$  ( $0,3 \leq x \leq 0,8$ ) mixed conducting materials. *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 29, Hal. 2831–2839.
- Morales, J. R., Amos, N., Khizroev, S., Garay, J.E. 2011. Magneto-Optical Faraday Effect In Nanocrystalline Oxides. *Journal of Applied Physic*, Vol. 109, Hal. 093110.
- Ningsih, S. K. W. 2016. Sintesis Anorganik, UNP Press, Padang.
- Purwasmita, B. S., Gultom, R. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Bionatural*, Vol. 10, No.2, Hal. 156-167.
- Rao, C. N. R., Gopalaktishnan, J. 1997. New directions in *solid state chemistry*: 2<sup>nd</sup> edition, *Cambridge University Press*, Cambridge.
- Rosyidah, N., Purwaningsih, S. Y., Darminto. 2015. Sintesis Nanopartikel Zno Dengan Metod Kopresipitasi. *Jurnal Teknik POMITS*, Hal. 1-7.
- Rusli, P. R. 2011. Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida Fasa Anatase dengan Metode Sol Gel. Skripsi. Universitas Negeri Medan. Medan.
- Saidah, I. N. & Zainuri, M. 2012. Pengaruh Variasi pH Pelarut HCl Pada Sintesis Barium M Heksaferrit Dengan Doping Zn ( $\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$ ) Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, Vol. 1, Hal. B41-

B46.

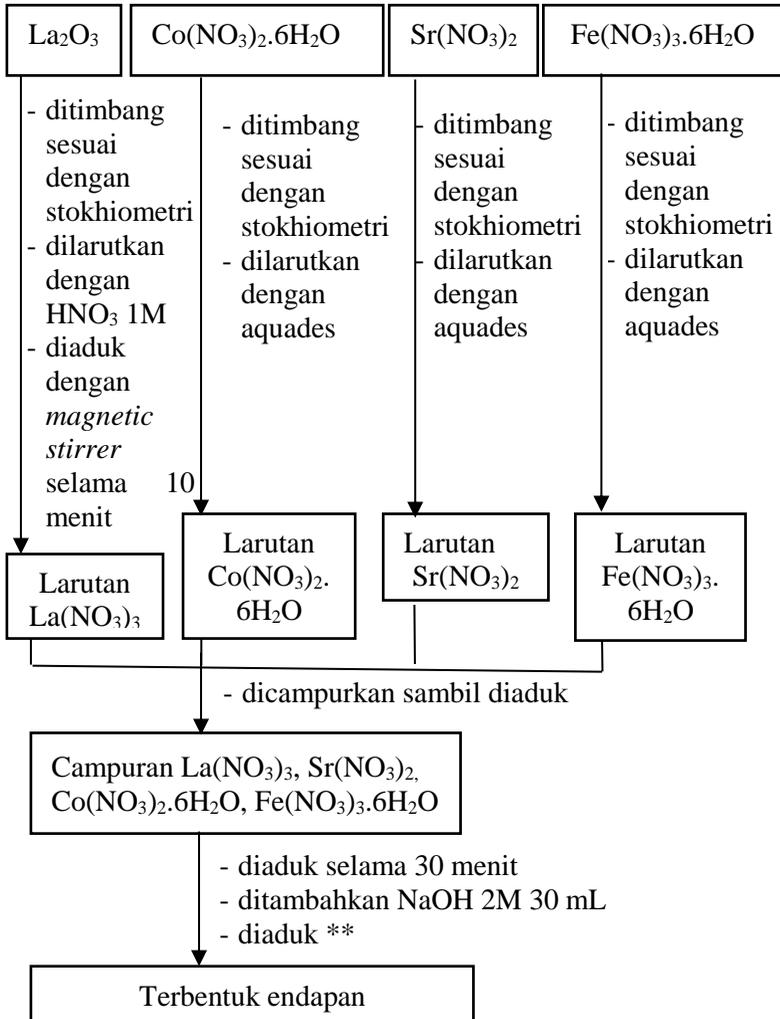
- Setyaningsih, E. P., Husnah, K. D., Utami, Z. D., Machfudzoh, M., Fansuri, H. (2014), Pengaruh Ukuran Partikel Oksida Perovskit Terhadap Morfologi Membran Asimetris  $\text{CaTiO}_3$ , *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VI*, ISBN979363174-0, Hal. 471–478.
- Shao, Z., Yang, W., Cong, Y., Dong, H., Tong, J., Xiong, G. 2000. Investigation Of The Permeation Behavior And Stability of a  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$  Oxygen Membrane. *Journal Of Membrane Science*, Vol. 172, Hal. 177-188.
- Smallman, R. E. 1991. *Metallurgi Fisik Modern*, Edisi keempat, Erlangga, Jakarta.
- Sunarso, J., Baumann, S., Serra, J., Meulenbergh, W., Liu, S., Lin. Y., Costa, J.D.d. 2008. Mixed Ionic–Electronic Conducting (MIEC) Ceramic-Based Membranes For Oxygen Separation. *Journal of Membrane Science*, Vol. 320, Hal. 13-41.
- Tawainella, R. D., Riana, Y., Fatayati, R., Amelliya, Kato, T., Iwata, S., dan Suharyadi, E. 2014. Sintesis Nanopartikel Manganase Ferrite ( $\text{MnFe}_2\text{O}_4$ ) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*, Vol. XVIII, No. 52.
- Teraoka, Y. Zhang, H. M. Furukawa, S. Yamazoe, N. 1985. Oxygen permeation through perovskite-type oxides, *Chemistry Lett*, Vol. 14, Hal. 1743.
- Teraoka, Y. Nobunaga, T. Okamoto, N. Yamazoe, N. (1988), Effect of Cation Substitution nn The Oxygen Semipermeability Of Perovskite-Type Oxides, *Solid State Ion*, Vol. 17, Hal. 503.
- Teraoka, Y. Nobunaga, T. Okamoto, K. Miura, N. Yamazoe, N. (1991). Influence of Constituent Metal Cations In Substituted  $\text{LaCoO}_3$  on Mixed Conductivity And Oxygen Permeability, *Solid State Ion*, Vol. 48, Hal. 207.
- Thoriyah, A. & Fansuri, H. 2010. Sintesis Oksida Perovskit  $\text{La}_{1-x}\text{Ba}_x\text{CoO}_{3-\delta}$  dengan Metode Kopresipitasi dan

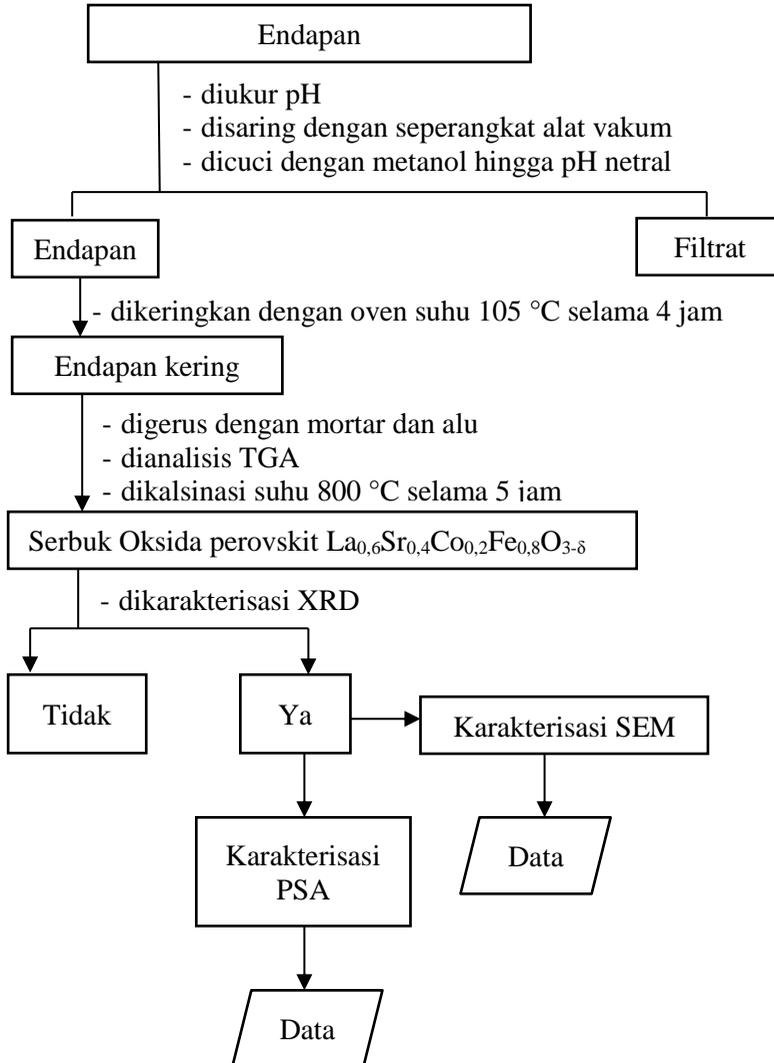
- Karakterisasinya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Thursfield, A., Murugan, A., Franca, R., Metcalfe, I.R. 2012. Chemical Looping And Oxygen Permeable Ceramic Membranes For Hydrogen Production– a Review. *Energy & Environmental Science*, Vol. 5, Hal. 7421.
- Tong, J., Yang, W., Cai, R., Zhu, B dan Lin, L. 2002. Novel And Ideal Zirconium-Based Dense Membrane Reactors For Partial Oxidation Of Methane To Syngas. *Catalysis Letters*, Vol. 78, Hal. 129–137.
- Wang, H., Cong, Y. dan Yang, W. 2003. Investigation On The Partial Oxidation of Methane to Syngas in a Tubular  $\text{Ba}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{Co}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$  Membrane Reactor. *Catalysis Today*, Vol. 82, Hal. 157–166.
- West, A. R. 2014. Solid State Chemistry And It's Applications: 2<sup>nd</sup> Edition, *John Willey and Sons*, Scotland.
- Wijaya, S. W., Tjandrawinata R., Parangtopo. 1998. Penggunaan XRD Untuk Perhitungan Ukuran Kristalit, Studi Kasus Pada  $\text{SiC}^1$ . Prosidang Pertemuan Ilmiah Sains Materi. Universitas indonesia.
- Yuanita, I. F. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Oksida Perovskit  $\text{LaCo}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_{3-\delta}$  dengan Metode Kopresipitasi. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

### A1. Sintesis Oksida Perovskit





Gambar A.1 Prosedur Sintesis Oksida Perovskit LSCF 6428

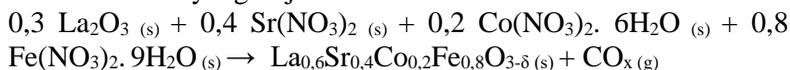
\*\* waktu (jam) = 0, 6, 12, 24, 30

## LAMPIRAN B PERHITUNGAN

### B.1 Perhitungan Reaktan Sintesis LSCF 6428

➤ Perhitungan Stoikiometri LSCF 6428

- Reaksi yang terjadi:



- Data berat molekul

$$\text{Mr La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta} = 222,8552 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr La}_2\text{O}_3 = 325,81 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Sr(NO}_3)_2 = 211,64 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 291,03 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Fe(NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 404,00 \text{ g/mol}$$

- Massa produk yang diinginkan adalah 10 gram.
- Perhitungan mol LSCF 6428

$$\begin{aligned} \text{Mol produk yang diinginkan} &= \frac{\text{massa produk yang diinginkan}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{10 \text{ g}}{222,8552 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0448 \text{ mol} \end{aligned}$$

➤ Perhitungan massa prekursor yang dibutuhkan

- $\text{La}_2\text{O}_3$

$$\begin{aligned} \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= 0,3 \times 0,448 \text{ mol} \\ &= 0,134 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 \\ &= 0,134 \text{ mol} \times 325,81 \text{ g/mol} \\ &= 4,3860 \text{ g} \end{aligned}$$

- $\text{Sr(NO}_3)_2$

$$\begin{aligned} \text{Mol Sr(NO}_3)_2 &= 0,4 \times 0,448 \text{ mol} \\ &= 0,179 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Sr(NO}_3)_2 &= \text{mol Sr(NO}_3)_2 \times \text{Mr Sr(NO}_3)_2 \\ &= 0,135 \text{ mol} \times 211,64 \text{ g/mol} \\ &= 3,7987 \text{ g} \end{aligned}$$

- $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned}\text{Mol } \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 0,2 \times 0,448 \text{ mol} \\ &= 0,089 \text{ mol}\end{aligned}$$

Massa

$$\begin{aligned}\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{mol } \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr } \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,089 \text{ mol} \times 291,04 \text{ g/mol} \\ &= 2,6118 \text{ g}\end{aligned}$$

- $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned}\text{Mol } \text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= 0,8 \times 0,448 \text{ mol} \\ &= 0,358 \text{ mol}\end{aligned}$$

Massa

$$\begin{aligned}\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= \text{mol } \text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr } \text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,358 \text{ mol} \times 404,00 \text{ g/mol} \\ &= 14,5027 \text{ g}\end{aligned}$$

## B.2 Perhitungan pembuatan larutan

### 1. Pembuatan larutan natrium hidroksida 2M

M NaOH yang digunakan 2M

$$\begin{aligned}2\text{M} &= \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{pelarut}} \\ &= \frac{\text{gram}}{40} \times \frac{1000}{\text{pelarut}}\end{aligned}$$

$$\text{gram NaOH} = 8,0600 \text{ gram}$$

diambil 8,0600 gram NaOH kemudian diencerkan hingga 100 mL

### 2. Pembuatan larutan asam nitrat 1M

M  $\text{HNO}_3$  yang digunakan 1M

Kadar  $\text{HNO}_3$  yang tersedia 68%

$$\begin{aligned}\text{M } \text{HNO}_3 \text{ 68\%} &= (\rho \times \text{kadar} \times 10) / (\text{Mr}) \\ &= (1,51 \text{ gcm}^{-3} \times 68 \times 10) / (63,01 \text{ gram mol}^{-3}) \\ &= 16,29 \text{ M}\end{aligned}$$

$$\text{HNO}_3 \text{ 16,29 M} \rightarrow 1\text{M}$$

$$\begin{aligned}
 M1 \times V1 &= M2 \times V2 \\
 16,29 \times V1 &= 1 \times 50 \text{ mL} \\
 V1 &= 3,0693 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Diambil 3,0693 mL HNO<sub>3</sub> 16,29 M kemudian diencerkan hingga 50 mL

### B.3 Perhitungan ukuran kristalit sampel

Tabel B. 1 Ukuran kristalit semua sampel

Waktu pengadukan (jam)	FWHM	2θ	θ	cos θ	D
0	0,3346	32,7949	16,3974	0,9593	0,4319
6	0,3346	32,6340	16,3170	0,9597	0,4317
12	0,2676	32,5002	16,2501	0,9600	0,5397
24	0,3011	32,4821	16,2410	0,9600	0,4796
30	0,2676	32,7821	16,3910	0,9793	0,5401

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54056 \text{ \AA} = 0,154056 \text{ nm}$$

$$\beta = \text{FWHM}$$

Perhitungan:

1. 0 jam

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{0,9 \times 0,154056 \text{ nm}}{0,3346 \times 0,9593} \\
 &= 0,4319
 \end{aligned}$$

2. 6 jam

$$D = \frac{0,9 \times 0,154056 \text{ nm}}{0,3346 \times 0,9593}$$
$$= 0,4317$$

3. 12 jam

$$D = \frac{0,9 \times 0,154056 \text{ nm}}{0,2676 \times 0,9593}$$
$$= 0,5397$$

4. 24 jam

$$D = \frac{0,9 \times 0,154056 \text{ nm}}{0,3011 \times 0,9593}$$
$$= 0,4796$$

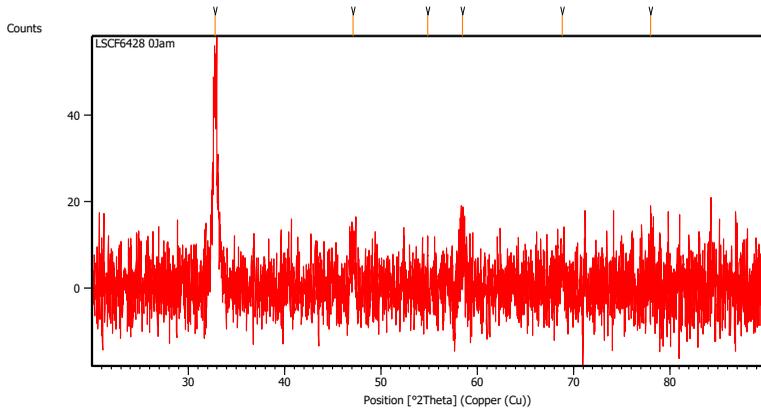
5. 30 jam

$$D = \frac{0,9 \times 0,154056 \text{ nm}}{0,2676 \times 0,9593}$$
$$= 0,5401$$

## LAMPIRAN C HASIL KARAKTERISASI

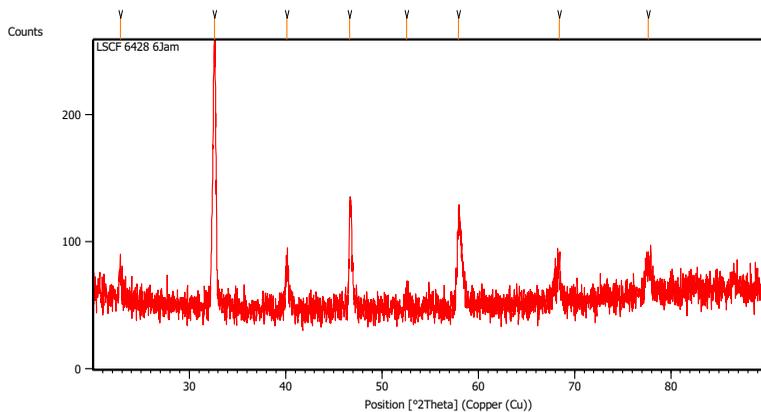
### C1. Hasil Karakterisasi XRD

#### 1. Waktu Pengadukan 0 jam



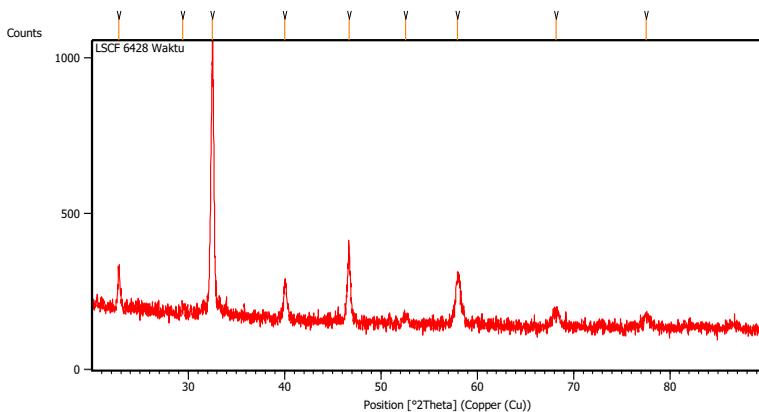
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
32.7949	48.94	0.3346	2.73093	100.00
47.0882	17.36	0.5353	1.92997	35.47
54.8535	12.15	0.0836	1.67372	24.83
58.4929	16.87	0.9368	1.57795	34.47
68.8320	12.98	0.8029	1.36401	26.52
78.0314	11.52	0.6691	1.22462	23.53

## 2. Waktu Pengadukan 6 Jam



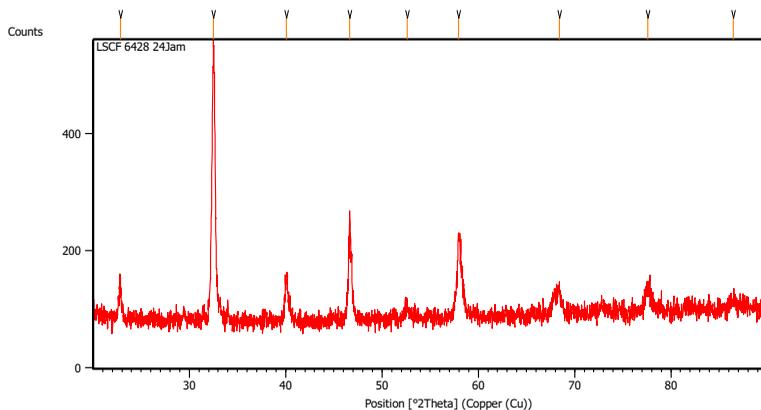
Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
22.8567	21.36	0.2676	3.89083	10.71
32.6340	199.42	0.3346	2.74402	100.00
40.1544	38.09	0.2007	2.24576	19.10
46.6711	84.98	0.1338	1.94625	42.61
52.5546	12.17	0.4015	1.74138	6.10
57.9249	56.64	0.2007	1.59207	28.40

### 3. Waktu Pengadukan 12 Jam



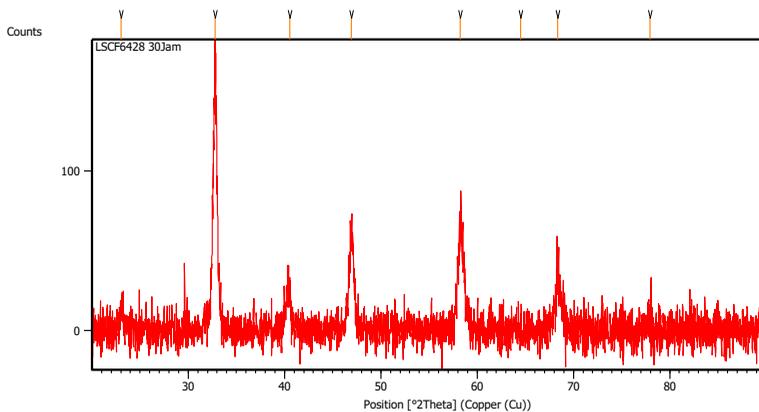
Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
22.8197	129.56	0.2007	3.89704	15.76
29.4356	17.83	0.4015	3.03448	2.17
32.5002	822.09	0.2676	2.75502	100.00
39.9992	105.28	0.1673	2.25411	12.81
46.6857	224.72	0.1673	1.94567	27.33
52.5505	25.69	0.5353	1.74151	3.12
57.9757	149.29	0.4015	1.59079	18.16
68.1932	46.09	0.8029	1.37522	5.61
77.5671	35.09	0.6691	1.23078	4.27

## 4. Waktu Pengadukan 24 Jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.8311	59.05	0.1338	3.89513	13.05
32.4821	452.61	0.3011	2.75650	100.00
40.0760	67.54	0.2676	2.24997	14.92
46.6628	179.70	0.1673	1.94657	39.70
52.6009	25.72	0.4015	1.73996	5.68
57.9241	136.80	0.2007	1.59209	30.22
68.4173	38.72	0.8029	1.37127	8.56
77.6255	40.69	0.6691	1.23000	8.99
86.4857	12.73	0.8029	1.12530	2.81

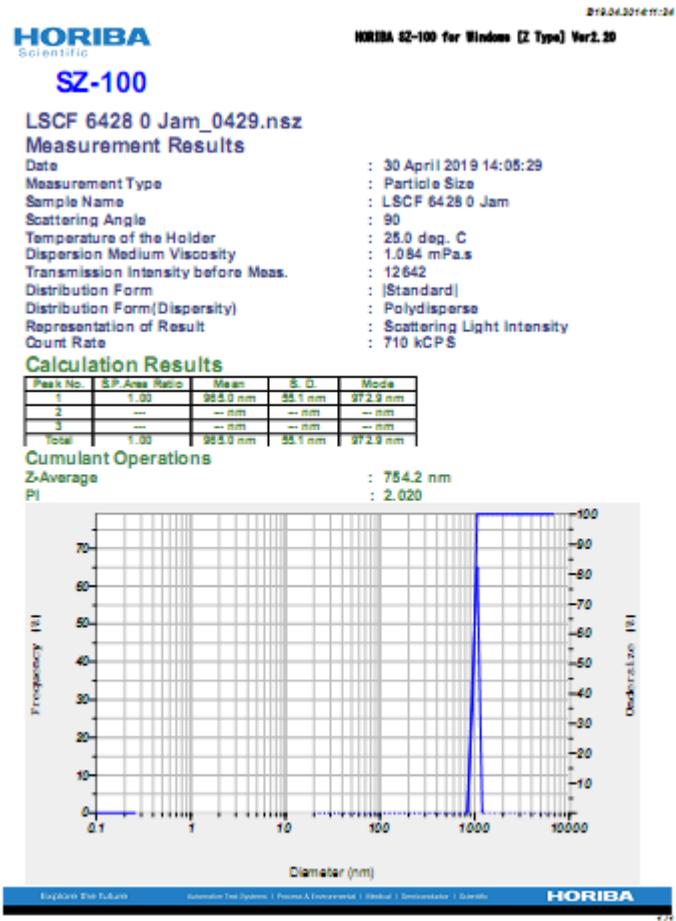
## 5. Waktu Pengadukan 30 Jam



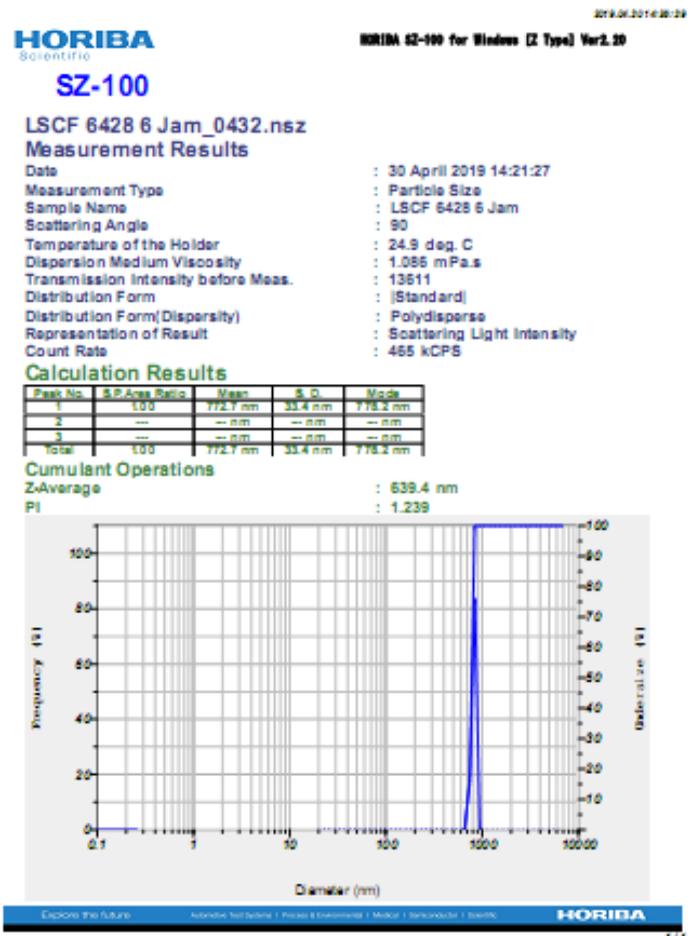
Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
23.0496	14.23	0.4015	3.85870	8.49
32.7821	167.72	0.2676	2.73197	100.00
40.5382	26.18	0.4015	2.22538	15.61
46.9622	59.77	0.4684	1.93486	35.64
58.2588	68.75	0.4015	1.58374	40.99
64.5401	4.08	0.1004	1.44394	2.43
68.3663	39.86	0.2007	1.37217	23.77
77.9378	28.03	0.5353	1.22585	16.71

## C2. Hasil Karakterisasi PSA

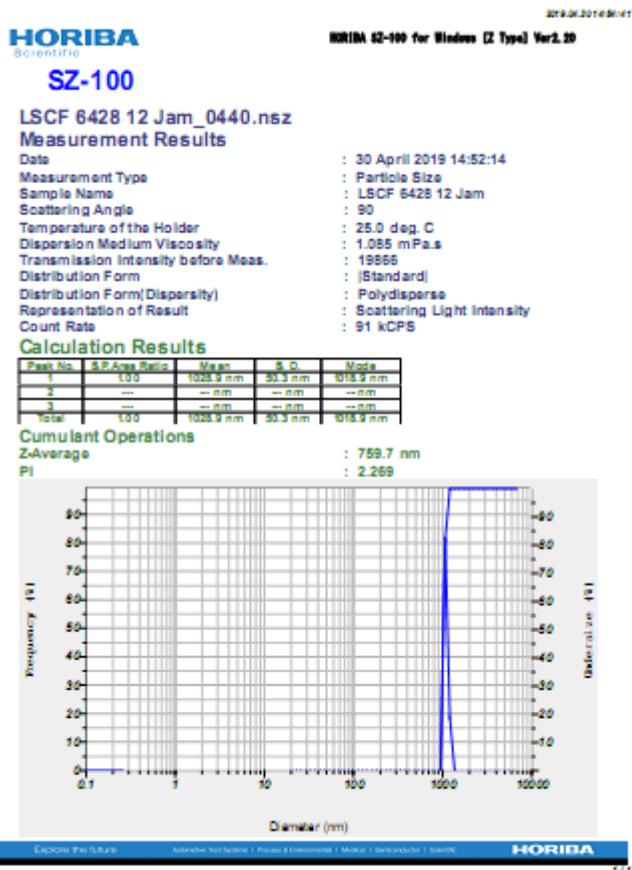
### 1. Waktu Pengadukan 0 Jam



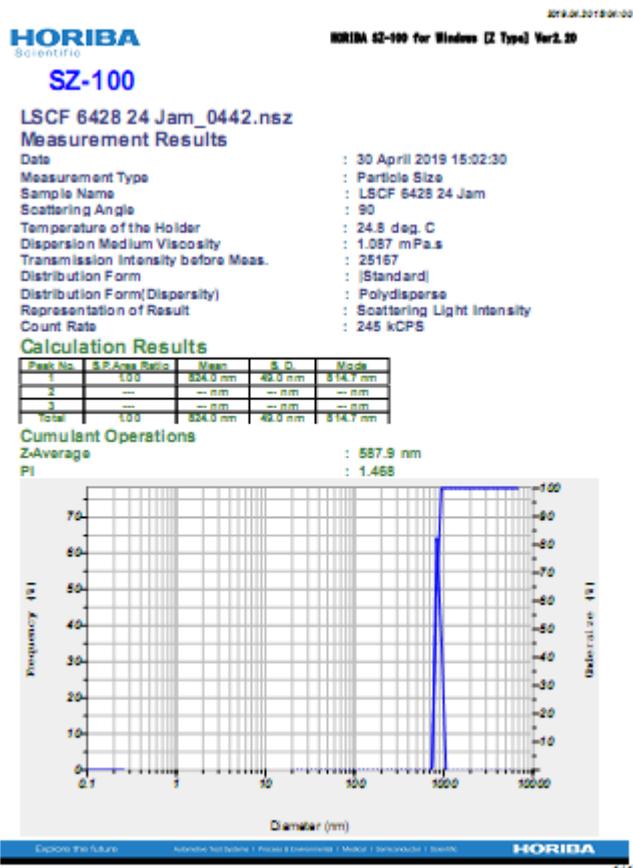
## 2. Waktu pengadukan 6 jam



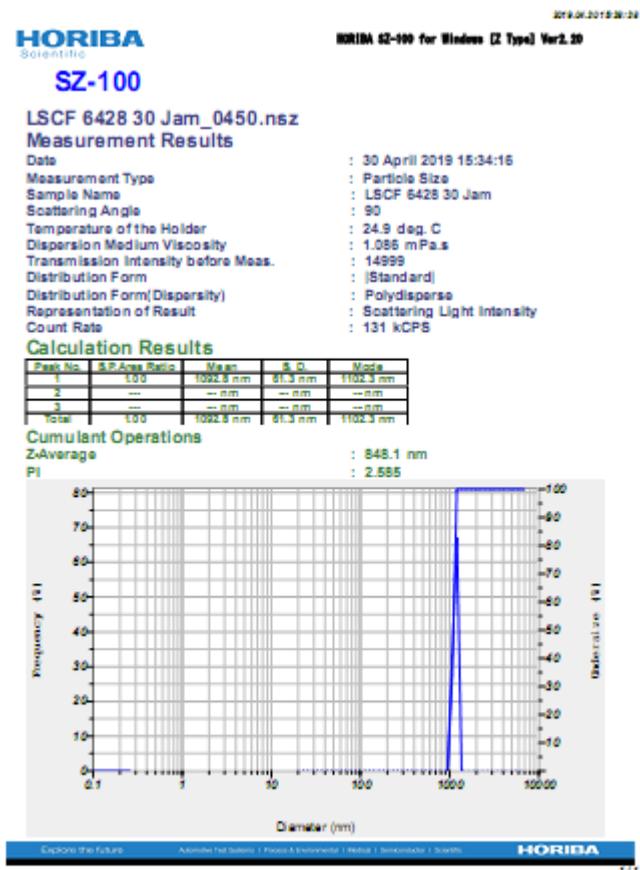
## 3. Waktu pengadukan 12 jam



## 4. Waktu pengadukan 24 jam

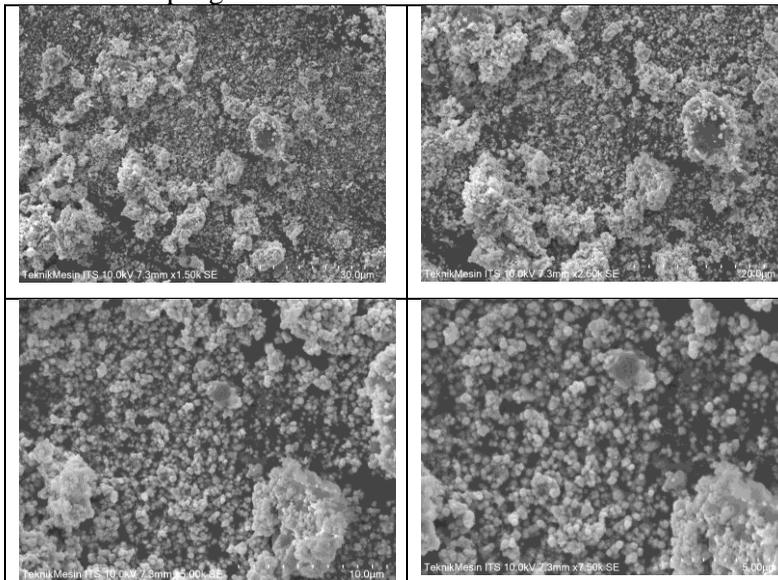


## 5. Waktu pengadukan 30 Jam

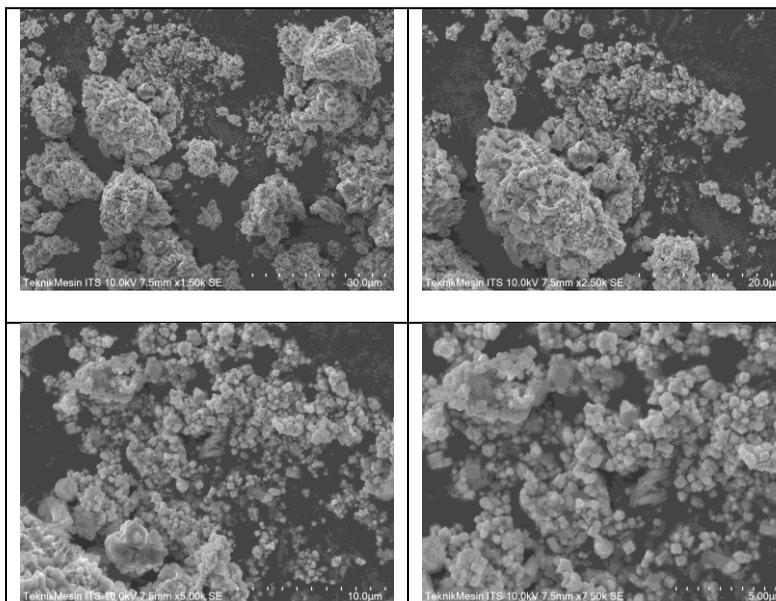


### C3. Hasil karakterisasi SEM

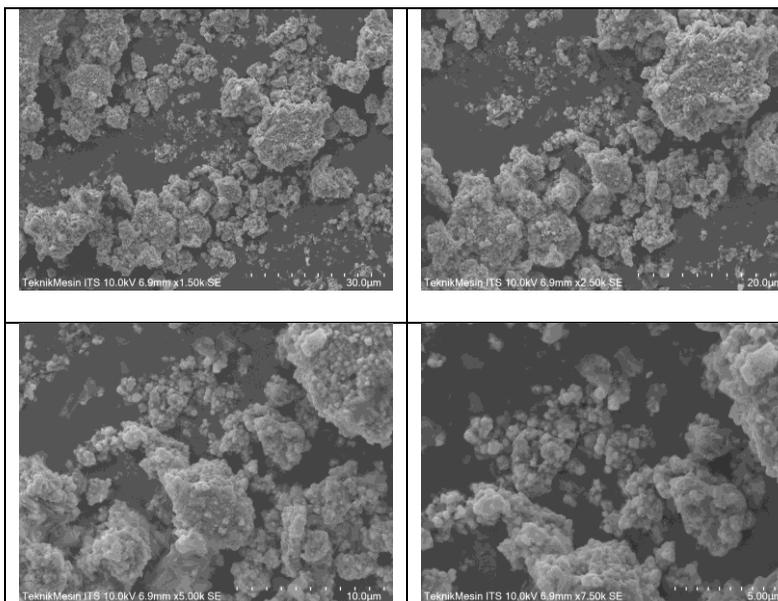
#### 1. Waktu pengadukan 0 Jam



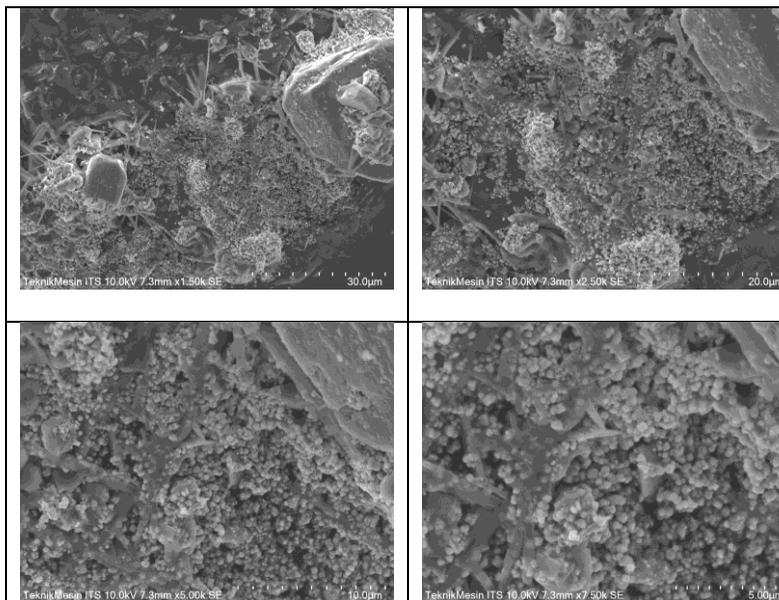
## 2. Waktu pengadukan 6 jam



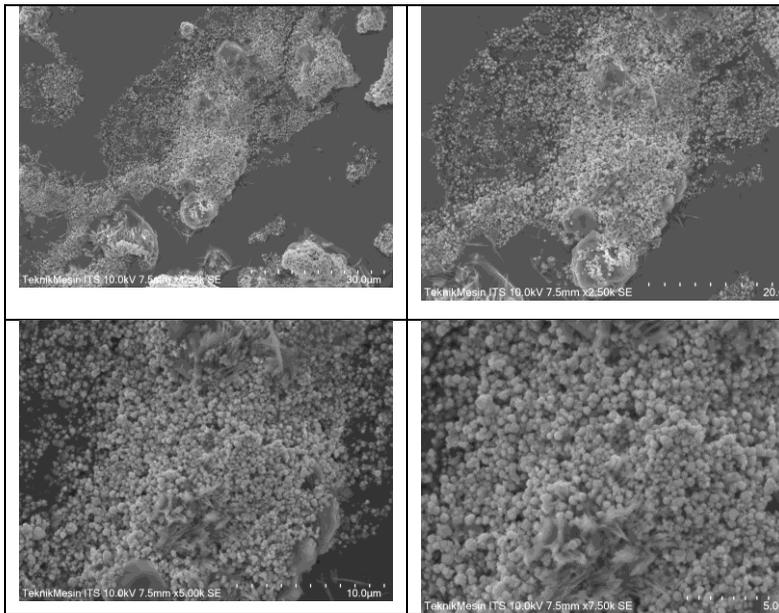
### 3. waktu pengadukan 12 jam



#### 4. Waktu pengadukan 24 jam



## 5. Waktu pengadukan 30 jam



**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Tulungagung, Jawa Timur pada tanggal 29 Maret 1997 dengan nama lengkap Maretta Zulfa Setyawati yang merupakan anak kedua dari tiga bersaudara dari pasangan Mujiharto dan Endang Susilowati. Riwayat Pendidikan formal penulis adalah SD Negeri 1 Rejotangan, SMP Negeri 1 Sumbergempol, dan SMA Negeri 1 Kauman. Kemudian Penulis diterima di Perguruan Negeri Institut Teknologi Sepuluh Nopember pada program sarjana Departemen Kimia dan terdaftar dengan NRP 0121154000011 melalui jalur undangan SNMPTN 2015. Penulis mengambil bidang minat kimia anorganik di bawah bimbingan Bapak Hamzah Fansuri, Ph.D. dan Bapak Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si., M.Si. Selain itu, penulis juga tergabung dalam grup penelitian *Material for Energy and Environment* yang memiliki fokus penelitian di bidang energi dan lingkungan. Selama menyelesaikan studi sarjana di Kimia ITS, penulis juga aktif dalam mengikuti kegiatan mahasiswa, penulis merupakan anggota PSDM pada HIMKA ITS tahun 2016-2017 dan pada tahun berikutnya penulis meneruskan menjadi Sekertaris PSDM HIMKA ITS. Penulis pernah melakukan Kerja Praktik selama 2 bulan di Kepolisian Daerah (POLDA) Jawa Timur dimana penulis terdaftar di laboratorium forensik POLDA. Penulis dapat dihubungi melalui email : [marettazulfa97@gmail.com](mailto:marettazulfa97@gmail.com).