

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP
MORFOLOGI DAN SIFAT MEKANIK MEMBRAN
RAPAT ASIMETRIS CaTiO₃**

Nama : Maya Machfudzoh
NRP : 1410100038
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing I : Ir. Endang Purwanti S., MT.
Dosen Pembimbing 2 : Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D.

Abstrak

Membran rapat asimetris CaTiO₃ telah dibuat dari oksida perovskit CaTiO₃ tanpa retak. Tahapan yang dilakukan dalam pembuatan membran rapat asimetris CaTiO₃ yaitu sintesis oksida perovskit CaTiO₃ dengan metode *solid state*, metode inversi fasa rendam-endap dengan polieterimida sebagai binder polimer, dan tahap sintering. Suhu sintering sangat menentukan morfologi akhir membran rapat asimetris. Suhu sintering yang digunakan adalah 890°C, 1100°C dan 1200°C. Fasa kristal CaTiO₃ dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), menunjukkan kesesuaian dengan standard *International Center Diffraction Data*. Foto *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan telah terbentuk membran rapat asimetris dengan struktur pori *finger-like*. Sifat mekanik membran diuji dengan alat *Thermomechanical Analyzer* (TMA) dan *Micro Vickers Hardness*. Koefisien muai panas membran rapat asimetris berkisar 10,82 dan 12,78×10⁻⁶ C⁻¹. Kekerasan membran berkisar antara 3,5-25,8 Hv. Suhu sintering 1200°C menghasilkan membran yang kuat dan tanpa retak dengan koefisien muai panas 12,78×10⁻⁶ C⁻¹ dan nilai kekerasan 19,4-25,8 Hv. Semakin tinggi suhu sintering membran, kerapatan membran dan kekerasan membran semakin tinggi, porositas dan koefisien muai panas rendah.

**EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON
MORPHOLOGY AND MECHANICAL PROPERTIES OF
ASYMMETRIC DENSE MEMBRANE CaTiO_3**

Name : Maya Machfudzoh
NRP : 1410100038
Major : Kimia FMIPA-ITS
Advisor Lecturer I : Ir. Endang Purwanti S., MT.
Advisor Lecturer II : Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D.

Abstract

Asymmetric dense membrane of CaTiO_3 type perovskite had been prepared from CaTiO_3 perovskite oxide without crack. Preparation of asymmetric dense membrane CaTiO_3 consist of synthesized of CaTiO_3 perovskite oxide, phase inversion-immersion method which polyetherimide (PEI) as polymer binder and sintering technique. The final membrane morphology depended by sintering temperature. Sintering temperature was used 890°C, 1100°C, 1200°C. Crystal phase of CaTiO_3 characterized with X-Ray Diffraction (XRD) approach with International Center Diffraction Data. standart. Scanning Electron Microscope (SEM) photo showed that asymmetric dense membrane has been formed with pores structure finger-like. The mechanical properties was tested by Thermomechanical Analyzer (TMA) and Micro Vickers Hardness. Thermal expansion coefficient of membranes are 10,82 and $12,78 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$. Hardness of membrane ranged from 3,5-25,8 Hv. Sintering tempature membrane 1200°C produce strong membrane without crack and has thermal expansion coefficient of $12,78 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ and 19,4 to 25,8 Hv for hardness values. The higher sintering temperature of the membrane results the higher the density and hardness., the lower porosity.

DAFTAR ISI

Halaman Judul.....	i
Lembar Pengesahan.....	iv
Abstrak	v
Kata Pengantar	vii
Daftar Isi	ix
Daftar Gambar.....	xi
Daftar Tabel	xiii
Daftar Lampiran	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI.....	5
2.1 Perovskit.....	5
2.1.1. Oksida Perovskit.....	5
2.1.2. Sifat Oksida Perovskit	6
2.2 Membran	7
2.3 Membran Asimetris	8
2.4 Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3	9
2.5 Preparasi Membran Asimetris	10
2.6 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Pembentukan Membran Rapat Asimetris CaTiO_3	12
2.6.1. Binder Polimer.....	12
2.6.2. Pelarut.....	13
2.6.3. Non-Pelarut.....	13
2.6.4. Konsentrasi Polimer dan Kekentalan Larutan Polimer	14
2.7 Sintering	14
2.8 Karakterisasi Oksida Perovskit CaTiO_3	16
2.9 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	17
2.10 Analisis TGA.....	18
2.11 Analisis Termomekanik (TMA)	20
2.12 Pengujian Kekerasan Membran	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1. Alat dan Bahan	23
3.1.1. Alat	23
3.1.2. Bahan.....	23
3.2. Cara Kerja	24
3.2.1. Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3	24
3.2.2. Preparasi Membran Rapat Asimetris CaTiO_3	24
3.2.3. Analisis DTA-TGA	25
3.2.4. Analisis Termomekanik (TMA)	25
3.2.5. Pengujian Kekerasan Membran Rapat Asimteris CaTiO_3	25
BAB IV PEMBAHASAN	27
4.1. Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3	27
4.2. Preparasi Membran Rapat Asimetris CaTiO_3	29
4.3. Membran Rapat Asimetris CaTiO_3	29
4.4. Pengujian Koefisien Muai Panas	40
4.5 Pengujian Kekerasan Membran	42
BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN	43
4.1 Kesimpulan	43
4.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA.....	45
LAMPIRAN.....	51
BIODATA PENULIS.....	63

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1.	Variasi suhu sintering membran	25
Tabel 4.1	Nilai Koefisien Muai Panas pada kisaran suhu 400-900°C.....	40
Tabel 4.2	Nilai kekerasan membran.....	41

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Perovskit

2.1.1. Oksida Perovskit

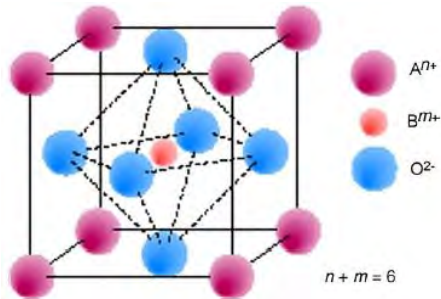
Nama perovskit pertama kali dikenalkan oleh Gustav Rose pada tahun 1839 yang diambil dari nama peneliti mineral Rusia Count Lev Aleksevich von Perovski. Perovskit yang pertama kali ditemukan adalah CaTiO_3 di pegunungan Ural (Mulder, 1996). Oksida perovskit banyak digunakan dalam bidang elektronik.

Oksida perovskit memiliki rumus molekul ABO_3 dimana A dan B merupakan kation dengan jumlah muatan +6. Kation A adalah kation dari logam dengan ukuran atom yang besar (seperti La, Sr, Ca, dan Pb, dan lain-lain) dan menempati ruang yang besar, dalam 12 lubang koordinasi oksigen. Kation B (seperti Ti, Cr, Ni, Fe, Co, dan Zr, dan lain-lain) mengisi kekosongan pada lubang oktahedral yang lebih kecil (bilangan koordinasi enam). Substitusi parsial atau penuh pada kation A atau B dengan kation yang memiliki valensi berbeda sangat dimungkinkan. Ketika valensi semua kation sisi-A dan B dijumlahkan ($n + m$) dan hasilnya tidak sama dengan 6, maka kekurangan muatan dapat dikompensasikan dengan terbentuknya kekosongan pada situs oksigen kisi (Sun dan Stimming, 2007). Kekosongan oksigen ini kemudian banyak dikembangkan oleh peneliti karena memberikan sifat khas pada perovskit.

Secara umum, perovskit mempunyai struktur kubus seperti pada Gambar 2.1. Perbedaan ukuran kation A dan B dapat menyebabkan perubahan struktur. Struktur perovskit dipertahankan (stabil) jika faktor toleransinya (t) antara 0,8 sampai 1, yang dirumuskan oleh Goldschmidt sesuai Persamaan (1) :

$$t = \frac{R_A + R_O}{\sqrt{2(R_B + R_O)}} \quad (1)$$

dimana R_A , R_O dan R_B merupakan jari-jari ion A, O dan B.



Gambar 2.1 Struktur kristal oksida perovskit ABO_3

Oksida perovskit memiliki kemampuan untuk ditempati secara bersamaan oleh kation yang berbeda pada kisinya dengan ion yang memiliki valensi satu, dua, tiga, empat, dan lima yang dapat membentuk kombinasi yang bervariasi jika faktor toleransinya antara 0,45-0,75 (Sunarso dkk., 2008). Hal tersebut menyebabkan strukturnya mengalami distorsi menjadi tetragonal, rombohedral, ortorombik atau monoklinik. Namun, apabila nilai t besar ($1 < t < 1,13$), perovskit akan membentuk struktur heksagonal (Ortiz-Vitoriano dkk., 2013).

Substitusi logam alkali, alkali tanah dan tanah jarang pada sisi-A mempengaruhi oksigen nonstoikiometri (δ) pada perovskit, sedangkan pada sisi-B dapat meningkatkan sifat katalitik perovskit pada reaksi oksidasi. Oksigen nonstoikiometri dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain kandungan kation pada sisi-A, kandungan kation pada sisi-B dan kondisi lingkungan (suhu dan tekanan oksigen parsial).

2.1.2. Sifat Oksida Perovskit

Oksida perovskit memiliki kisi oksigen yang dapat dilepaskan tanpa mengubah struktur oksida perovskit. Hal ini disebabkan oleh kemampuan kation-kation B yang dapat berada pada keadaan oksidasi yang berbeda. Pelepasan oksigen kisi ini bersifat reversible sehingga oksida perovskit dapat digunakan sebagai oksidator (Maulidah, 2010).

Salah satu aplikasi dari sifat perovskit yaitu sebagai membran penghantar ion oksigen. Diffusi oksigen terjadi melalui reaksi oksidasi-reduksi internal di dalam struktur oksida perovskit. Akibatnya, hantaran ion oksigen tersebut sangat selektif sehingga tidak ada gas atau molekul lain yang dapat melalui membran perovskit ini. Oleh karena itu, membran oksida perovskit ini digunakan secara luas dalam proses-proses produksi gas oksigen (Sun dan Stimming, 2007).

Membran yang digunakan sebagai penghantar oksigen harus membran rapat karena tidak ada perpindahan massa melalui celah-celah pori dan retakan pada bahan membran. Mobilitas dan fluks oksigen yang tinggi pada membran rapat memberikan aktivitas dan selektivitas yang baik. hal ini juga salah satu alasan membran oksida perovskit digunakan sebagai katalis. Salah satu aplikasinya yaitu reaksi oksidasi parsial metana menjadi *syngas*. Aktivitas katalitik disebabkan oleh adanya ion-ion logam transisi yang dapat menerima pasangan elektron (Balachandran dkk., 1995).

2.2 Membran

Teknologi membran telah berkembang sejak tahun 1927. Teknologi ini pertama kali dikomersialkan oleh Sartorius-Werke. Membran merupakan lapisan material yang berfungsi sebagai pelindung selektif (*selective barrier*) antara dua fasa, dan tetap tak tertembus oleh partikel, molekul dan substansi spesifik pada saat dikenai gaya dorong. Membran dapat berbentuk tebal atau tipis.

Berdasarkan struktur morfologi, membran dapat dibagi menjadi dua yaitu membran simetris dan asimetris, membran simetris dibagi menjadi dua yaitu berpori dan tidak berpori dengan ketebalan kira-kira 10 sampai 200 μm . Perpindahan massa ditentukan oleh ketebalan membran. Semakin kecil ketebalan maka laju permeasi semakin meningkat. Membran asimetris terdiri dari lapisan permukaan luar yang rapat dengan ketebalan 0,1 sampai 0,5 μm yang didukung lapisan berpori dengan

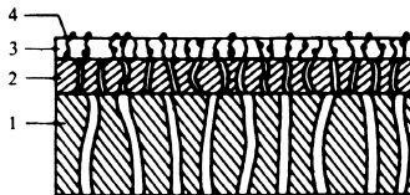
ketebalan \pm 50 sampai 150 μm . Membran ini memiliki kelebihan selektivitas tinggi yang didapat dari membran rapat dengan laju permasi tinggi pada membran yang tipis. Perpindahan massa ditentukan oleh besar ketebalan dan luas permukaan luar (Bhave, 1991).

Berdasarkan bahan penyusunnya, membran diklasifikasikan menjadi tiga jenis yaitu membran anorganik, membran polimer, dan membran biologis. Membran dapat bersifat netral ataupun bermuatan, dan partikel yang dibawa (*transport particle*) dapat bersifat aktif atau pasif. Suatu partikel dapat melewati membrane sesuai dengan ukuran yang dimilikinya. Transpor pasif melalui membran terjadi sebagai akibat adanya gaya pendorong atau juga karena adanya perbedaan potensial kimia seperti konsentrasi, tekanan, dan juga medan listrik.

Pada umumnya, proses pemisahan pada membran sangat dipengaruhi oleh struktur membran yaitu ukuran pori, distribusi, dan porositas membran (Mulder, 1996).

2.3 Membran Asimetris

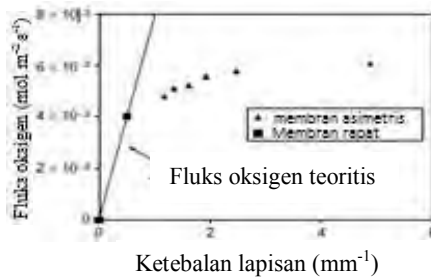
Membran asimetris terdiri dari beberapa lapisan. Contohnya seperti pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Lapisan membran asimetris

Dari Gambar 2.2, tampak adanya perbedaan ukuran pori pada bagian bawah, tengah dan atas. Bagian bawah merupakan lapisan pendukung berpori yang memiliki ketebalan beberapa millimeter dengan ukuran pori 1-10 μm . Lapisan tengah adalah lapisan intermediet dengan ketebalam 10-100 μm dan ukuran pori 50-500 nm. Sedangkan lapisan atas adalah lapisan rapat dengan ketebalan

$\leq 1 \mu\text{m}$ dengan ukuran pori antara 2-50 nm (Bhave, 1991). Membran asimetris terbukti memiliki memiliki selektivitas dan fluks oksigen yang lebih tinggi dibandingkan dengan membran simetris yang ditunjukkan pada grafik Gambar 2.3 (Tan dkk., 2012).



Gambar 2.3 Grafik antara fluks oksigen terhadap ketebalan membran

2.4 Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3

Oksida perovskit dapat disintesis melalui metode *solid-state*. Metode *solid-state* atau dikenal juga reaksi padat-padat merupakan suatu metode untuk menghasilkan padatan polikristalin. Material awal berupa padatan. Padatan dengan padatan sulit beraksi bersama pada suhu ruang dan skala waktu normal. Reaksi padat-padat memerlukan pemanasan pada suhu yang tinggi, pada umumnya pada suhu 1000 sampai 1500 °C agar reaksi dapat berlangsung dengan laju yang cepat. Faktor termodinamika dan faktor kinetik sangat berperan pada reaksi ini. faktor termodinamika ditunjukkan apabila reaksi berlangsung melibatkan perubahan energi bebas, sedangkan faktor kinetika menentukan laju reaksi (West, 1984).

Laju reaksi pada reaksi padatan dipengaruhi oleh tiga faktor yaitu luas permukaan kontak antara permukaan reaktan, laju nukleasi produk dan laju difusi ion pada pembentukan produk. Luas permukaan padatan dapat ditingkatkan dengan memperkecil

ukuran partikel melalui penggerusan dengan mortar agate atau *ball mill*. Luas permukaan yang semakin besar meningkatkan luas permukaan kontak reaksi pada reaktan, proses nukleasi disertai difusi ion ke arah area antar muka sehingga reaksi dapat terus berlangsung. Nukleasi dapat dipermudah jika reaktan memiliki kesamaan atau kemiripan struktur dengan produk yang akan dihasilkan. Adanya kesamaan struktur ini menyebabkan energi yang dibutuhkan dalam proses penyusunan ulang reaktan menjadi produk, lebih kecil. Ukuran partikel juga mempengaruhi laju difusi, dimana ukuran partikel yang besar akan berdifusi lebih jauh untuk mencapai *interface* (Ropp, 2003).

Reaksi padat-padat memiliki beberapa kendala yaitu tidak adanya cara untuk memonitor perkembangan reaksi sehingga reaksi yang ideal diperoleh dengan cara mencoba-coba (*trial and error*) dan sulitnya mendapatkan produk reaksi dengan homogenitas tinggi. Peningkatan homogenitas dapat dilakukan dengan cara menambahkan suatu aditif yang mudah menguap pada saat preparasi (West, 1984).

2.5 Preparasi Membran Rapat Asimetris

Beberapa teknik yang digunakan pada proses pembuatan membran adalah *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template-leaching* dan inversi fasa. Pada umumnya pembuatan membran asimetris menggunakan teknik inversi fasa. Inversi fasa merupakan proses dimana polimer mengalami perubahan terkontrol dari fasa cairan ke fasa padatan. Dibandingkan dengan teknik yang lain, inversi fasa mempunyai beberapa kelebihan diantaranya adalah mudah dilakukan, pembentukan pori dapat dikendalikan dan dapat digunakan pada berbagai macam polimer (Wenten, 1999).

Teknik inversi fasa ini dapat dimanfaatkan untuk membuat membran rapat asimetris dari oksida perovskit (Liu dkk, 2011) Proses pembuatannya diawali dengan pendispersian serbuk halus oksida perovskit ke dalam larutan polimer membran.

Campuran untuk membuat membran terdiri dari binder polimer, serbuk anorganik, pelarut dan aditif. Polimer harus larut dengan pelarut, dan tidak larut pada non-pelarut. Non-pelarut berfungsi sebagai koagulan. Salah satu prinsip teknik inversi fasa yang sering digunakan dalam pembuatan membran asimetris adalah metode pencelupan. Setelah pencelupan larutan polimer pada cairan non-pelarut, pelarut berdifusi ke luar dari larutan polimer sementara non-pelarut berdifusi ke dalam polimer, sehingga dihasilkan konsentrasi koagulan polimer yang meningkat pada permukaan. Pada umumnya pertukaran antara pelarut dan non-pelarut mengubah kestabilan larutan polimer secara termodinamik menjadi tidak stabil. Kemudian, cairan-cairan di dalamnya mengalami *demixing* (Wei, dkk., 2008).

Tingginya konsentrasi polimer pada permukaan mengurangi kecepatan pertukaran antara pelarut dan non-pelarut. Hal ini menyebabkan konsentrasi polimer pada *sub-layer* lebih rendah dari pada konsentrasi polimer pada permukaan. Penggantian pelarut oleh non-pelarut akan menghasilkan kepadatan polimer yang tinggi dan struktur membran yang asimetris.

Pada sistem suspensi yang mengandung serbuk keramik dan binder polimer, kondisinya akan berbeda. Campuran larutan polimer yang memiliki kekentalan tinggi akan menghasilkan membran dengan struktur pori *finger-like* apabila berinteraksi dengan non-pelarut dengan kekentalan rendah (pada umumnya air). Hal ini disebabkan oleh tingginya laju dari air (fasa invading) menuju campuran larutan polimer yang mengandung serbuk keramik dengan ukuran yang berbeda. Beberapa kontrol yang harus diperhatikan yaitu perbandingan partikel kecil dan besar dalam campuran larutan polimer, dan laju pertukaran pelarut dan non-pelarut (Wei dkk., 2008).

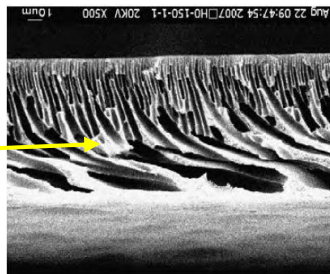
2.6 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Pembentukan Membran Rapat Asimeris Catio₃

2.6.1. Binder Polimer

Pembentukan membran rapat asimetris menggunakan teknik inversi fasa memerlukan bahan tambahan yang disebut binder atau pengikat. Biasanya polimer digunakan sebagai binder karena akan terdegradasi selama sintering. Pada proses inversi fasa, polimer berfungsi sebagai pengarah struktur pori dari membran mentah. Bentuk pori sangat dipengaruhi oleh polimer yang digunakan. Pada saat proses sintering, polimer akan menguap dan meninggalkan pori pada membran. Binder polimer harus dapat larut dengan pelarut. Kekentalan dari binder polimer harus diperhatikan, karena berpengaruh terhadap porositas membran. Selain itu, distribusi serbuk keramik oksida perovskit juga harus diperhatikan. Ukuran pori dan porositas permukaan membran semakin kecil apabila perbandingan serbuk perovskit dan polimer semakin besar (Tan, 2001).

Pada umumnya, binder polimer yang banyak digunakan adalah polietersulfon, seperti yang dilakukan oleh Pan (2013) dan Liu (2011). Namun, pada penelitian ini, polieterimida (PEI) dipilih sebagai binder polimer, PEI dipilih sebagai polimer binder karena berdasarkan Bakeri dkk. (2011) pembuatan membran PEI dengan teknik inversi fasa menghasilkan membran dengan struktur pori *finger-like* yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.

Pori *finger-like*



Gambar 2.4 Foto SEM penampang lintang membran polieterimida

2.6.2. Pelarut

Pada metode inversi fasa, pelarut merupakan hal yang sangat penting. Laju pertukaran pelarut dan non pelarut pada larutan polimer mempengaruhi struktur pori yang terbentuk (Kimmerle dan Strathmann, 1990). Beberapa persyaratan dalam memilih pelarut yaitu

1. Pelarut harus saling dapat campur dengan non-pelarut yang digunakan,
2. Pelarut harus dapat melarutkan polimer dengan konsentrasi tinggi, dan
3. Pelarut harus bersifat cukup volatil agar dapat mudah menguap ketika membran disinter.

(Desmukh dkk, 1998).

2.6.3. Non-Pelarut

Non-pelarut pada teknik inversi fasa berfungsi sebagai koagulan sehingga larutan polimer menjadi membran yang padat. Pada umumnya, non-pelarut yang digunakan adalah air deionisasi dan air kran karena air memberikan separasi fasa terjadi dengan cepat. Pelarut dan air bertukar tempat pada permukaan setelah terjadi kontak (Liu dkk., 2011).

Non-pelarut mempengaruhi pembentukan pori dari membran. Liu dkk. (2011) membuat membran asimetris dengan menggunakan NMP sebagai pelarut dan air sebagai non-pelarut. Hasilnya menunjukkan terbentuk membran dengan struktur pori *finger-like* karena laju pertukaran antara air dan NMP yang lambat. Ketika digunakan campuran pelarut NMP dan etanol, laju pertukaran pelarut dan non-pelarut menjadi sangat lambat karena makrovoid tertekan pada daerah skin layer (Liu dkk., 2011).

Ada dua tipe struktur pori yang dikenal yaitu *finger-like* dan *sponge-like*. Pori tersebut dipengaruhi oleh laju perpindahan pelarut dan non-pelarut. Apabila laju difusi non-pelarut lebih cepat dari pelarut, maka terbentuk struktur *finger-like*. Sebaliknya, apabila difusi non-pelarut lebih lambat dari pelarut maka terbentuk struktur *sponge-like* (Tan dkk., 2011).

2.6.4. Konsentrasi Polimer dan Kekentalan Larutan Polimer

Parameter lain yang mempengaruhi sifat membran yaitu konsentrasi polimer. Konsentrasi polimer dalam larutan campuran akan mempengaruhi kekentalan (viskositas) dari larutan campuran. Sifat ini menggambarkan cepat atau lambatnya larutan campuran polimer mengalir. Pada membran rapat, pengaruh konsentrasi polimer sangat penting. Ketebalan pada permukaan rapat meningkat dengan meningkatnya konsentrasi polimer (Mulder, 1996), namun akan menurunkan laju inversi fasa (Bakeri dkk., 2011). Akibatnya, struktur pori yang dihasilkan akan berbeda pula.

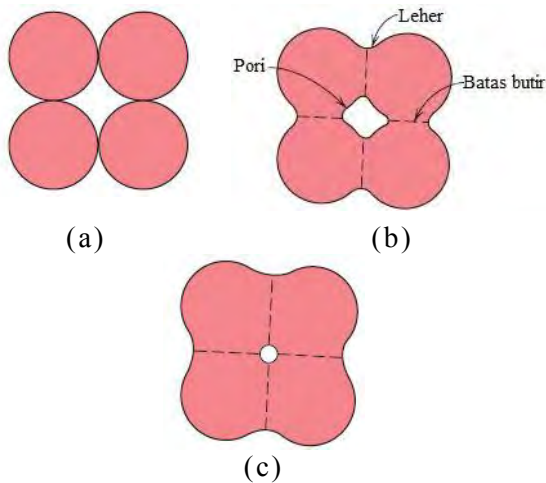
Penambahan material anorganik seperti oksida perovskit akan meningkatkan kekentalan dari campuran larutan. Bakeri dkk., (2012) melaporkan bahwa penambahan material anorganik pada larutan polimer menghasilkan membran mentah yang memiliki rata-rata ukuran pori yang lebih tinggi dan permukaan berpori yang lebih efektif dibandingkan dengan larutan polimer tanpa penambahan material anorganik. Hal ini disebabkan oleh pertukaran pelarut dan non-pelarut menjadi lebih lambat.

Penambahan aditif pada larutan polimer diperlukan untuk menambah kekentalan larutan polimer. Selain itu, juga diperlukan untuk meningkatkan jumlah pori yang terbentuk. Penambahan aditif polimer hidrofilik dapat menghambat aliran non-pelarut pada campuran polimer-pelarut karena kekentalan yang lebih tinggi. Sedangkan larutan polimer tanpa aditif akan memberikan pertukaran pelarut dan non-pelarut lebih cepat karena viskositasnya jauh lebih rendah (Susanto, 2011).

2.7 Sintering

Sintering merupakan perlakuan termal yang dilakukan di bawah suhu cair bahan yang disinter (tanpa melalui fasa lelehnya) yang pada umumnya berkisar antara 0,6-0,8 dari suhu pelelehan bahan utamanya (Riady, 2002). Sintering juga dapat

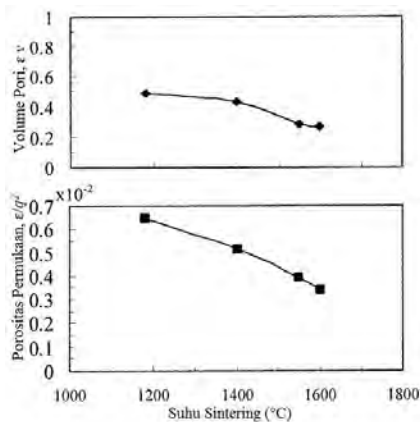
diartikan sebagai proses perubahan bentuk partikel-partikel kecil atau kelompok-kelompok kecil dengan komposisi yang seragam di bawah perlakuan suhu tinggi serta merupakan proses pengubahan serbuk menjadi keramik yang padat dan kuat melalui proses pemanasan seperti terlihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Proses densifikasi saat disinter

Pada sintering ini terjadi beberapa proses secara bersamaan sehingga prosesnya cukup kompleks. Pada Gambar 2.5 ditunjukkan proses yang terjadi pada sintering. Proses ini terdiri dari pertumbuhan butir, penyusutan akibat dari pelepasan ikatan dan penghilangan cairan yang terkandung dalam sampel seperti air atau bahan organik yang digunakan (seperti polimer, alkohol), penghilangan pori, perpindahan partikel dan densifikasi (Barsoum, 1997). Sintering dilakukan dengan tujuan untuk saling mengikat butiran-butiran dan menurunkan porositas sehingga diperoleh pelet yang keras dan tidak rapuh karena terbentuk ikatan yang kuat antar partikel tersebut.

Laju peningkatan suhu harus dikontrol secara hati-hati. Proses pemanasan yang terlalu cepat dapat mengakibatkan penguapan secara tiba-tiba bahan-bahan volatil yang berasal dari penyiapan bahannya sehingga sampel mudah hancur. Oleh karena itu, perlu dilakukan penahanan suhu pada suhu tertentu agar terjadi peningkatan homogenitas reaksi pada komponen serbuk. Tan dkk (2001) melakukan penelitian mengenai pengaruh porositas permukaan dan volume pori terhadap suhu sintering pada membran Al_2O_3 . Hasilnya ditunjukkan oleh Gambar 2.6. Semakin tinggi suhu dan lama waktu sintering, membran yang dihasilkan semakin rapat. Namun, suhu yang terlalu tinggi akan menyebabkan pertumbuhan butir yang abnormal sehingga akan membuat membran retak.



Gambar 2.6 Pengaruh suhu sintering terhadap porositas membran

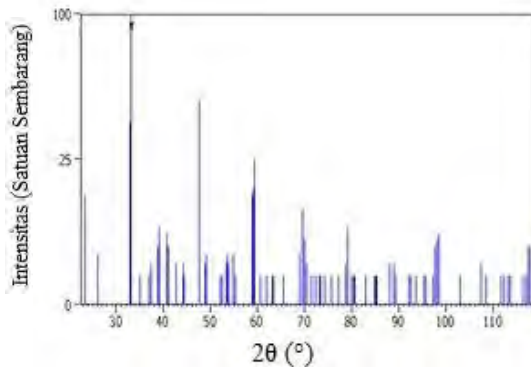
(Tan dkk., 2001)

2.8 Karakterisasi Oksida Perovskit CaTiO_3

Salah satu cara untuk menentukan terbentuknya fasa kristal CaTiO_3 adalah karakterisasi serbuk CaTiO_3 menggunakan alat Difraksi sinar X (XRD). Kristal memiliki bidang-bidang yang

teratur. Sinar X yang ditembakkan pada bidang kristal menghasilkan difraktogram (Cullity, 1956). Difraktogram menggambarkan pola difraksi, dimana setiap kristal tertentu memiliki pola difraksi tertentu.

Sudut yang digunakan untuk analisis suatu senyawa disesuaikan dengan keberadaan fasa zat tersebut (Moreira dkk., 2009). Gambar 2.7 merupakan difraktogram dari oksida perovskit CaTiO_3 berdasarkan data *International Center for Diffraction Data* (ICDD) Nomor PDF 00-022-0153. Puncak khas CaTiO_3 muncul pada $2\theta = 33,14; 47,543; 58,888; 59,054; 59,304; 69,454^\circ$.



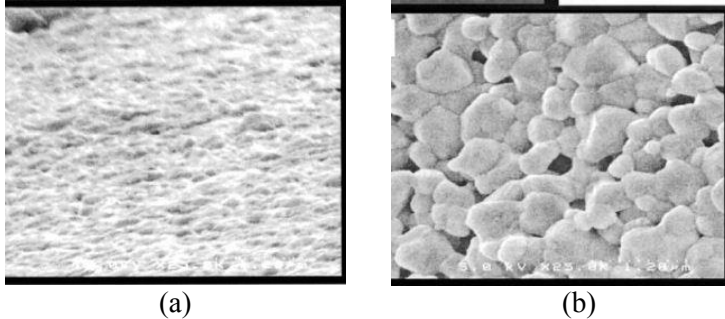
Gambar 2.7 Difraktogram sinar-X serbuk CaTiO_3

2.9 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron Microscope (SEM) digunakan untuk mempelajari tekstur, topografi dan permukaan suatu padatan atau serbuk. SEM dapat digunakan untuk mempelajari struktur dengan rentang yang luas yaitu dari $\sim 10^{-2}$ sampai $10^2 \mu\text{m}$ (West, 1984).

Karakterisasi membran rapat asimetris perovskit menggunakan SEM menghasilkan data mengenai morfologi permukaan rapat asimetris, permukaan berpori dan penampang lintang sebelum sintering maupaun setelah sintering. Pada Gambar 2.8 ditunjukkan morfologi permukaan membran Al_2O_3 setelah sintering memiliki ukuran partikel yang lebih besar dan jelas. Hal

ini menunjukkan bahwa telah terjadi densifikasi dan pertumbuhan butir saat sintering. (Tan, 2001).

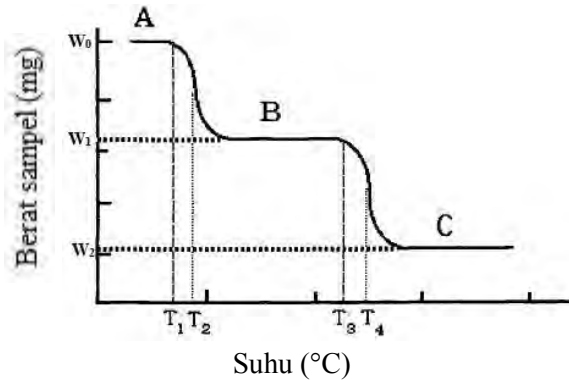


Gambar 2.8 Foto SEM permukaan membran (a) sebelum dan (b) sesudah sintering

2.10 Analisis DTA-TGA

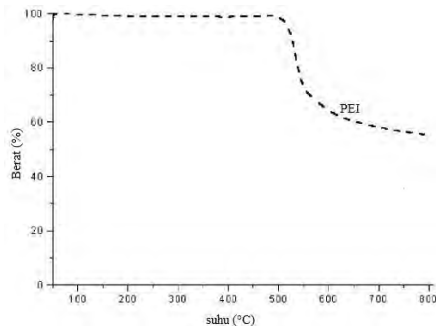
DTA (*Differential Thermal Analysis*) adalah suatu teknik dimana suhu dari suatu sampel dibandingkan dengan material inert. Suhu dari sampel dan pembanding pada awalnya sama sampai ada kejadian yang mengakibatkan perubahan suhu seperti pelelehan, penguraian, atau perubahan struktur sehingga suhu pada sampel berbeda dengan pembanding. Bila suhu sampel lebih tinggi daripada suhu pembanding maka perubahan yang terjadi adalah eksotermal dan sebaliknya (West, 1984).

Termogravimetri (TGA) merupakan teknik pengukuran berdasarkan perubahan berat suatu zat terhadap fungsi suhu atau waktu. Beberapa milligram sampel dipanaskan dengan laju konstan, biasanya pada kisaran suhu 1 sampai 20°C per menit sampai akhirnya terjadi dekomposisi pada rentang suhu tertentu (West, 1984). Gambar 2.9 menunjukkan skema dekomposisi suatu sampel. A mulai terdekomposisi menjadi B pada T_1 dan reaksi dekomposisi terjadi pada T_2 dengan kehilangan berat sebesar ΔW ($W_1 - W_0$). Demikian juga pada reaksi B menjadi C dimulai pada T_3 dan reaksi dekomposisi terjadi pada T_4 (Ropp, 2003).



Gambar 2.9 Skema termogram reaksi dekomposisi suatu sampel

TGA berguna untuk analisis kuantitatif bahan-bahan yang mengalami kehilangan komponen yang mudah menguap pada suhu dibawah 1200°C (Day dan Underwood, 1986). Salah satu contohnya adalah bahan polimer. Dalam penelitian ini menggunakan polieterimida. Gambar 2.10 merupakan termogram polieterimida pada atmosfer N_2 dari suhu 50 sampai 800°C dengan kenaikan suhu $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. PEI mulai terdekomposisi pada suhu 500°C . Berat PEI berkurang sekitar 40% . PEI terdekomposisi menjadi senyawa CO_2 , CO , N_2 , dan H_2 .

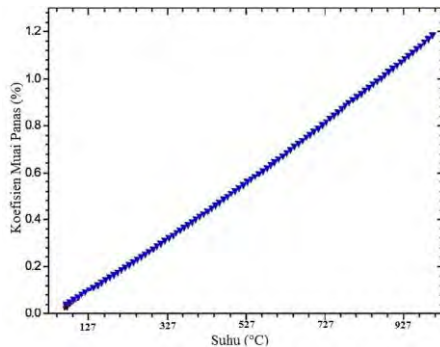


Gambar 2.10 Termogram PEI pada atmosfer N_2

2.11 Analisis Termomekanik (TMA)

Analisis termomekanik merupakan teknik analisis termal untuk mengukur koefisien muai panas pada suatu logam atau padatan. Alat ini dulunya dikenal dengan nama dilatometer. Kurva yang dihasilkan berupa perubahan dimensi (ukuran) suatu sampel terhadap suhu (West, 1984). Material padat pada umumnya mengalami ekspansi (pengembangan) ketika dipanaskan dan penyusutan ketika didinginkan.

Ekspansi termal digambarkan sebagai peningkatan rata-rata jarak antar atom. Salah satu contohnya adalah CaTiO_3 . Pada Gambar 2.11 ditunjukkan bahwa semakin tinggi suhu, koefisien muai panas CaTiO_3 meningkat. Besar koefisien muai panas rata-rata CaTiO_3 adalah $0,041 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (Yang dkk., 2010).



Gambar 2.11 Koefisien Muai Panas CaTiO_3 terhadap suhu

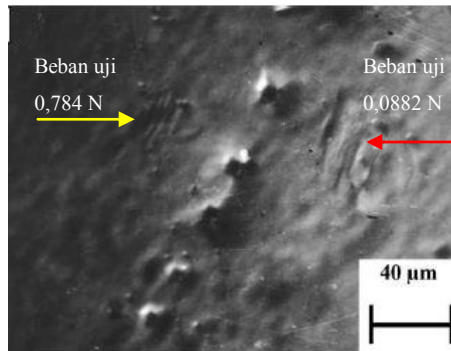
2.12 Pengujian Kekerasan Membran

Kekerasan merupakan suatu sifat mekanik (*Mechanical Properties*) dari suatu material. Kekerasan dapat diartikan sebagai kemampuan suatu material untuk menahan beban indentasi atau penekanan. Metode pengujian kekerasan yang populer adalah pengujian kekerasan dengan metode Vickers. Metode ini menggunakan indenter intan yang cukup kecil dan mempunyai bentuk geometri berbentuk piramid.

Nilai kekerasan Vickers (Hv) didefinisikan sebagai hasil bagi dari beban uji (P) dengan luas permukaan bekas luka tekan dari indentornya yang ditentukan dari panjang diagonalnya (L), seperti yang ditunjukkan pada Persamaan (2) (Mittemeijer, 2010).

$$Hv = 1,854 \frac{P}{L^2} \quad (2)$$

Gupta (2005) menguji kekerasan bidang kristal (1 1 0) CaTiO_3 yang dilapiskan pada plat platinum menggunakan metode pengujian kekerasan Vickers. Beban yang diberikan dari range 0,098-0,784 N. Hasilnya menunjukkan bahwa angka kekerasan Hv menurun dari 12,52 menjadi 7,98 GNm^{-2} . Pada saat beban uji 0,098 dan 0,196 N, CaTiO_3 tidak mengalami goresan. CaTiO_3 mengalami retakan ketika beban uji yang diberikan diatas 0,294 N. Pada Gambar 2.12 terlihat goresan yang diakibatkan oleh beban uji 0,0882 dan 0,784 N.



Gambar 2.12 Foto indentasi pada bidang (1 1 0) CaTiO_3

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap yaitu sintesis oksida perovskit CaTiO_3 dan preparasi membran rapat asimetris CaTiO_3 menggunakan metode inversi fasa rendam-endap dan sintering

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan sintesis CaTiO_3 , preparasi membran dan karakterisasi. Alat sintesis dan preparasi terdiri dari mortar porselin, alu, krusibel porselin, spatula besi, kaca arloji, neraca analitik, plat kaca, stirrer, erlenmeyer, gelas ukur, bak, pipet tetes, *muffle furnace*.

Alat karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) XPert MPD untuk mengetahui fasa kristal dari oksida perovskit yang telah disintesis, *Scanning Electron Micrograph* (SEM) ZEISS EVO MA 10 untuk mengetahui morfologi permukaan, penampang lintang dan kerapatan membran perovskit, analisis Termogravimetri (TGA) untuk mengetahui suhu sintering membran dan *Thermomechanical Analyzer* (TMA), TMA/SDTA 840 METTLER TOLEDO untuk mengetahui koefisien muai panas membran, serta *Micro Vickers hardness* untuk mengetahui kekerasan membran rapat asimetris

3.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk CaCO_3 (Teknis), TiO_2 (Teknis), polieterimida (PEI) (Sigma Aldrich 98%) sebagai binder polimer, N-Metil-2-Pirolidon (NMP) (Merck 99%) sebagai pelarut, Aqua demineralisasi (Aqua DM) sebagai non-pelarut.

3.2 Cara Kerja

3.2.1. Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3

Oksida perovskit CaTiO_3 disintesis menggunakan metode *solid state* (Ali dan Yashima, 2005). Sintesis oksida perovskit ini diawali dengan pencampuran bahan baku CaCO_3 dan TiO_2 sesuai dengan perhitungan stoikiometri yaitu 73,61 g CaCO_3 dan 58,7 g TiO_2 . Kemudian digerus selama 1,5 jam. Hasil pencampuran dan penggerusan ini disebut dengan prekursor. Prekursor yang diperoleh selanjutnya dikalsinasi menggunakan *muffle furnace* pada suhu 400°C selama 1 jam, 600°C selama 1 jam, dan suhu 900°C selama 2 jam dan suhu 1200°C selama 4 jam dengan laju kenaikan suhu $3^\circ\text{C}/\text{menit}$.

Serbuk yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dengan sudut pada 2θ antara 20° sampai 80° menggunakan sumber sinar-X dari $\text{Cu K}\alpha$.

3.2.2. Preparasi Membran Rapat Asimetris CaTiO_3

Membran rapat asimetris CaTiO_3 dibuat melalui metode inversi fasa rendam-endap. Kemudian dilakukan sintering untuk mendapatkan membran kerapatan yang tinggi.

Membran dibuat dengan komposisi PEI : NMP : oksida perovskit sama dengan 13 : 42 : 45 % berat/berat. PEI dan NMP dicampur secara perlahan selama 24 jam pada suhu 70°C sampai membentuk larutan polimer. Kemudian serbuk CaTiO_3 yang lolos ayakan 120 mesh dimasukkan kedalam larutan dan diaduk menggunakan stirrer selama 24 jam agar campuran larutan polimer merata. Kemudian suspensi dicetak diatas plat kaca. Hasil pencetakan langsung dimasukkan dalam bak berisi aqua DM sebagai non-pelarut untuk membentuk membran mentah yang padat. Membran rapat asimetris CaTiO_3 yang dihasilkan kemudian disinter pada beberapa suhu sesuai Tabel 3.1

Tabel 3.1. Variasi suhu sintering membran

Larutan Campuran Polimer	Suhu Sintering (°C)
A	890
	1100
	1200

Membran rapat asimetris yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ZEISS EVO M10. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan penampang lintang membran rapat asimetris CaTiO_3 .

3.2.3. Analisis DTA-TGA

Analisis DTA-TGA dilakukan di Laboratorium Energi, LPPM ITS Surabaya. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui suhu sintering membran mentah CaTiO_3 sehingga dihasilkan membran rapat asimetris CaTiO_3 yang tidak retak dan kuat. Analisis dilakukan pada rentang suhu 25° sampai 1100°C dengan kenaikan suhu $10^\circ\text{C}/\text{menit}$

3.2.4. Analisis TMA

Analisis TMA dilakukan untuk mengetahui koefisien muai panas dari membran CaTiO_3 yang terbentuk. Membran yang digunakan harus memiliki permukaan yang rata. Analisis dilakukan pada rentang suhu 25° sampai 1100°C dengan kenaikan suhu $25^\circ\text{C}/\text{menit}$.

3.2.5. Pengujian Kekerasan Membran Rapat Asimetris CaTiO_3

Membran rapat asimetris diuji kekerasan menggunakan metode *Micro Vickers Hardness*. Permukaan membran yang diuji harus rata. Indentor berupa intan berbentuk piramid. Indentasi yang dihasilkan berupa piramid. Gaya yang diberikan saat indentasi adalah 0,5 N dan dipertahankan selama 4 detik..

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Oksida Perovskit CaTiO₃

Oksida perovskit CaTiO₃ pada penelitian ini disintesis melalui metode *solid state* seperti yang telah dilakukan oleh Roushown (2005). Metode ini dipilih karena memiliki keuntungan yaitu stoikiometri oksida perovskit yang diinginkan sesuai yang diharapkan. CaCO₃ dan TiO₂ dipilih sebagai bahan baku oksida perovskit.

Bahan baku tersebut ditimbang sesuai dengan mol stoikiometrinya seperti yang ditunjukkan pada Lampiran B, kemudian dicampur sampai homogen. Campuran homogen dihasilkan dengan cara menggerus campuran dengan mortar dan alu porselen. Penggerusan dilakukan selama satu jam. Campuran homogen ini bermanfaat untuk mempermudah jalannya reaksi *solid state*. Selain itu, akibat dari proses penggerusan, dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dengan luas permukaan yang besar, sehingga jarak antar ion semakin kecil dan mudah berdifusi kedalam kisi kristal membentuk produk (West, 1984).

Campuran yang telah homogen kemudian dikalsinasi dengan beberapa tahap. Kalsinasi dilakukan dengan kenaikan suhu 3°C/menit. Tahap pertama, kalsinasi dilakukan pada suhu 400°C selama 1 jam. Tujuan kalsinasi ini adalah untuk menguraikan CaCO₃ menjadi CO₂ dan CaO. Pada tahap kedua, kalsinasi dilakukan pada suhu 600°C selama 1 jam. Pada tahap ini diharapkan terjadi konversi secara sempurna dari CaCO₃ menjadi CaO. Kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 900°C selama 2 jam. Pada tahap ini diharapkan mulai terbentuk fasa oksida perovskit. Tahap terakhir yaitu kalsinasi pada suhu 1200°C selama 4 jam agar terbentuk fasa perovskit sempurna. Pada tahap kalsinasi ini terjadi difusi ion-ion reaktan pada kisi kristal yang saling kontak sehingga terbentuk struktur perovskit CaTiO₃. Sebelum dikalsinasi, campuran berwarna putih, setelah dikalsinasi campuran berubah menjadi warna kuning yang

mengindikasikan telah terbentuknya produk seperti tampak pada Gambar 4.1.



(a)

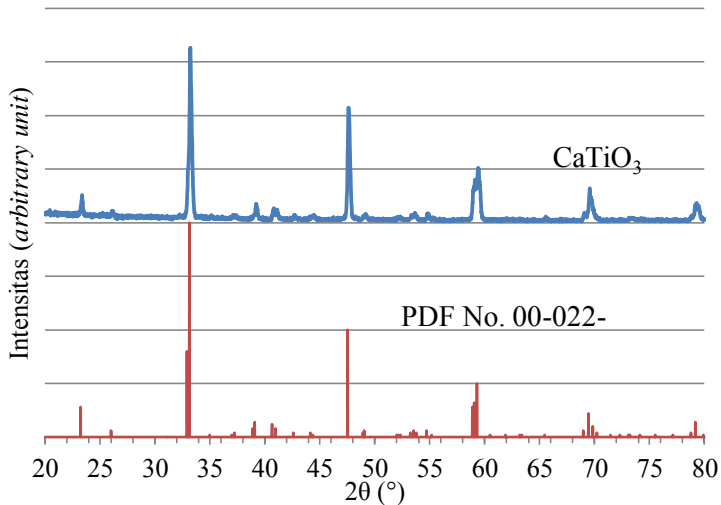


(b)

Gambar 4.1. Serbuk perovskit CaTiO_3 (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi

Untuk memastikan terbentuk oksida perovskit CaTiO_3 , dilakukan analisa kristal dari fasa oksida perovskit menggunakan difraksi sinar X. Gambar 4.2 menunjukkan difraktogram dari oksida perovskit CaTiO_3 .

Difraktogram CaTiO_3 hasil sintesis dibandingkan dengan difraktogram CaTiO_3 dari database ICDD nomor 00-022-0153, seperti yang terlihat pada Gambar 4.2. Pola difraksi CaTiO_3 hasil sintesis muncul pada $2\theta = 33.14^\circ$; 47.543° ; 58.888° ; 59.054° ; 59.304° ; 69.454° ; dan 79.173° . Puncak pada 2θ tersebut merupakan khas perovskit CaTiO_3 dan telah sesuai dengan standard CaTiO_3 dari database ICDD. Puncak yang tinggi, baseline yang rata dan bentuk puncak yang tajam menunjukkan CaTiO_3 hasil sintesis memiliki kekristalan yang tinggi. Selain itu, pada difraktogram tersebut juga tidak tampak adanya puncak dari bahan baku CaCO_3 maupun TiO_2 . Hal ini menunjukkan bahan baku telah bereaksi membentuk CaTiO_3 dengan kemurnian tinggi.



Gambar 4.2. Difraktogram CaTiO_3 hasil sintesis dan pola difraksi standard CaTiO_3 dari ICDD.

4.2 Preparasi Membran Rapat Asimetris CaTiO_3

Membran datar rapat asimetris dibuat dengan teknik inversi fasa dengan metode rendam endap. Teknik ini dipilih karena dapat menghasilkan membran dengan struktur asimetris seperti yang telah dilaporkan Liu dkk. (2003). Membran rapat asimetris terdiri dari lapisan rapat dan berpori. Lapisan rapat harus memiliki ketebalan yang sangat tipis, sedangkan lapisan berpori diharapkan terbentuk struktur pori yang memanjang atau biasa disebut struktur *finger-like*.

Pada pembuatan membran rapat asimetris CaTiO_3 digunakan PEI sebagai binder polimer, NMP sebagai pelarut dan aqua DM sebagai non-pelarut. NMP dipilih sebagai pelarut karena mampu melarutkan PEI dan sifatnya yang dapat larut di dalam non-pelarut (Aqua DM). Selain itu, NMP tidak beraksi dengan serbuk CaTiO_3 . Aqua DM dipilih sebagai non-pelarut karena tidak dapat melarutkan polimer dan separasi fasa dapat terjadi dengan cepat.

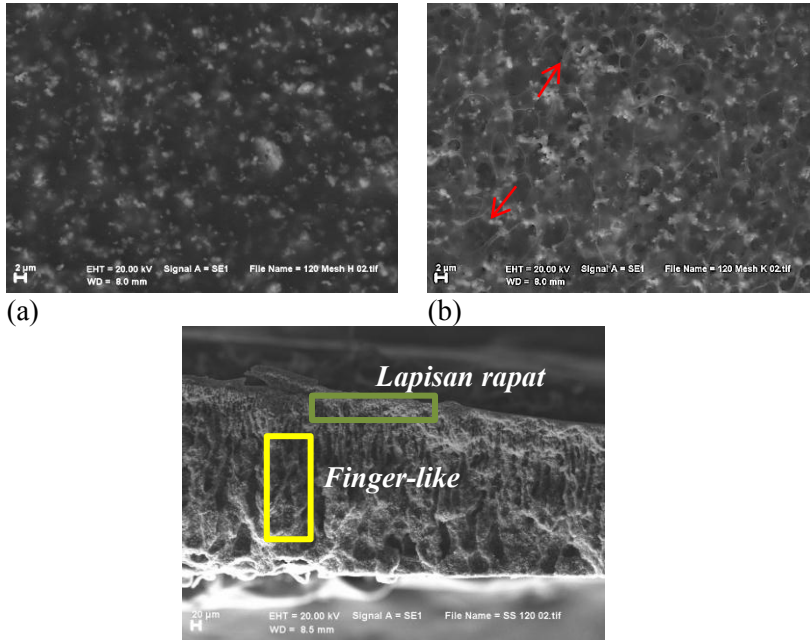
Pembuatan campuran larutan polimer dilakukan dengan komposisi PEI : NMP : serbuk perovskit = 13 : 42 : 45 % berat/berat. Serbuk perovskit CaTiO_3 yang digunakan memiliki ukuran lebih kecil dari 125 μm atau yang lolos ayakan 120 mesh. Pertama, PEI dilarutkan dengan NMP pada suhu 70°C seperti yang telah dilakukan Bakeri dkk., (2011) dengan pengadukan selama 24 jam, sehingga dihasilkan larutan polimer yang homogen. Setelah itu, serbuk perovskit CaTiO_3 ditambahkan sesuai dengan komposisi dan diaduk selama 24 jam. Perlakuan ini berfungsi agar larutan polimer dan serbuk perovskit tercampur dan persebaran butir serbuk perovskit merata.

Campuran larutan polimer yang terbentuk kemudian dicetak dengan ketebalan ± 2 mm. Setelah dicetak, dilakukan proses rendam-endap untuk memperoleh membran mentah yang padat. Larutan yang telah dicetak langsung dimasukkan ke dalam bak yang berisi aqua DM sebagai non-pelarut. Pada perlakuan ini terjadi perubahan fasa dari campuran yang berbentuk larutan menjadi membran mentah padat. Hal ini disebabkan oleh terjadinya pertukaran antara NMP sebagai pelarut dan aqua DM. Pelarut akan keluar dari larutan polimer dan aqua DM masuk dalam larutan polimer. Pada saat pelarut keluar, konsentrasi polimer pada permukaan menjadi meningkat. Pertukaran yang lebih lanjut menghasilkan membran yang padat. Hal ini telah didukung oleh Wei dkk., (2008). Setelah memadat, membran dikeluarkan dari bak aqua DM. Membran mentah yang terbentuk ditunjukkan oleh Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Membran mentah hasil proses inversi fasa.

Membran mentah kemudian dilihat morfologinya menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4.4. Pada Gambar 4.4 (a) ditunjukkan bagian rapat dari membran, (b) bagian berpori dan (c) penampang lintang membran yang terbentuk.



Gambar 4.4. Foto SEM membran sebelum sintering (a) permukaan rapat, (b) permukaan berpori, (c) penampang lintang.

Pada permukaan rapat membran tampak polimer menyelimuti serbuk oksida perovskit dan persebaran serbuk oksida perovskit tampak merata. Hal berbeda ditunjukkan pada permukaan membran yang berpori. Permukaan ini membentuk pori akibat dari proses inversi fasa rendam-endap. Ketika NMP pada

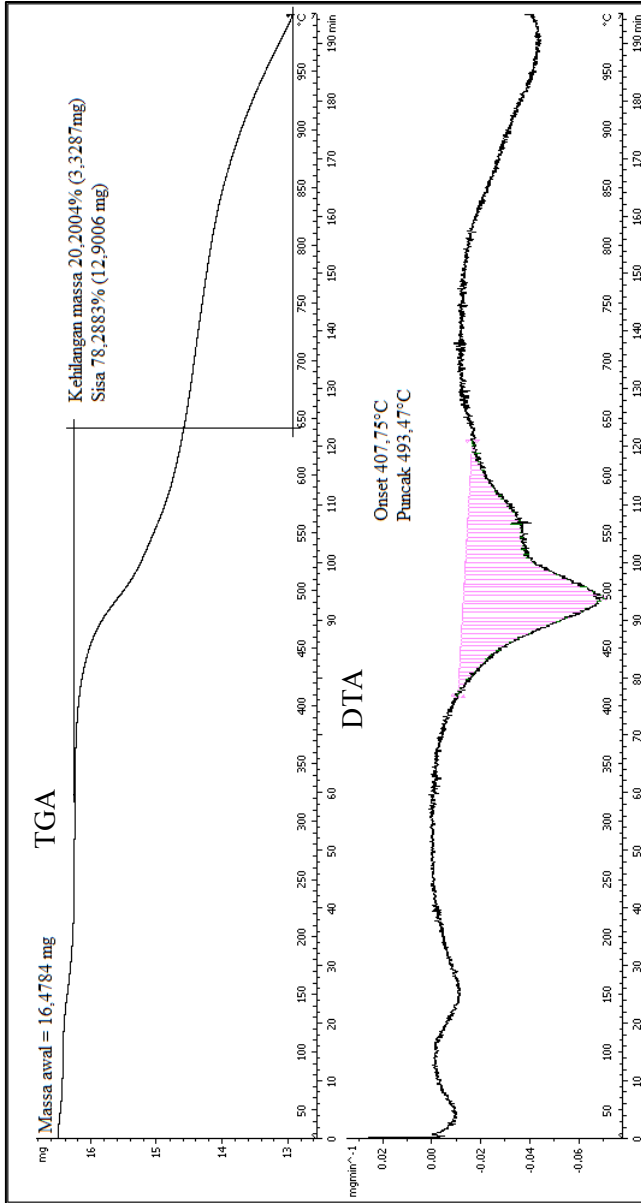
campuran larutan polimer bertukar dengan aqua DM, salah satu permukaan membran bertindak sebagai jalan untuk pertukaran tersebut sehingga terbentuk pori pada permukaan. Pada Gambar 4.4 (c) terlihat bahwa penampang lintang membran mentah memiliki struktur asimetris yaitu terdiri dari lapisan rapat dan lapisan berpori. Pori membran dibentuk dari pergerakan perovskit yang telah diselimuti polimer menuju ke permukaan. Hal ini mengakibatkan adanya ruang kosong yang ditinggalkan perovskit dan polimer ketika menuju permukaan. Ruang kosong ini kemudian membentuk pori. Bentuk pori tersebut dipengaruhi oleh laju pertukaran pelarut dan non-pelarut. Pertukaran NMP dan aqua DM berlangsung dengan cepat, sehingga menghasilkan pori didalam membran berbentuk memanjang (*finger-like*) dan porositas permukaan membran cukup tinggi. Seperti yang telah dilaporkan oleh Bakeri, dkk., 2011.

Membran mentah tersebut kemudian disinter untuk mendapatkan membran rapat asimetris CaTiO_3 yang kuat dan tahan retak.

4.3 Membran Rapat Asimetris CaTiO_3

Sintering merupakan tahapan paling penting karena dapat mempengaruhi struktur, kerapatan dan kekuatan membran. Selama disinter, akan terjadi penguapan polimer yang menyebabkan terbentuknya pori pada membran dan juga terjadi densifikasi pada permukaan membran yang rapat.

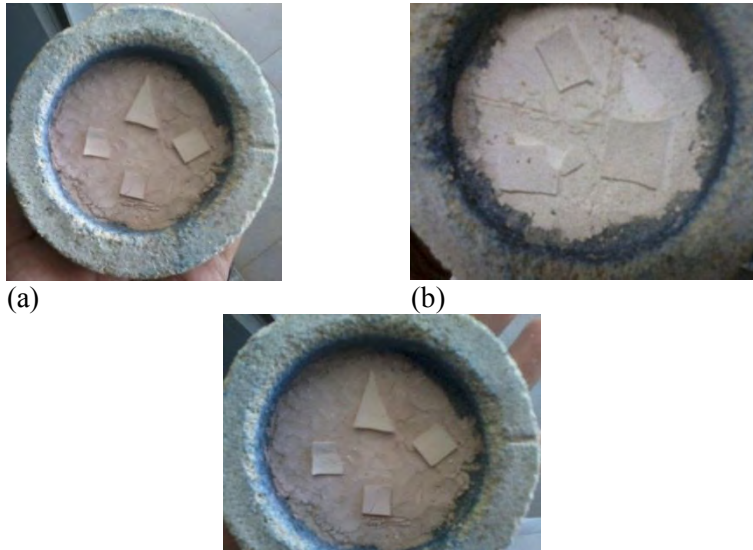
Suhu dan tahapan sintering ditentukan dari analisa termogravimetri (TGA). Analisa dilakukan pada rentang suhu kamar sampai 1000°C dengan laju kenaikan suhu $5^\circ\text{C}/\text{menit}$. Gambar 4.4 menunjukkan termogram TGA dari membran sebelum sintering.



Gambar 4.5 Termogram DTA-TGA membran sebelum sintering (membran mentah)

Termogram DTA-TGA pada gambar diatas menunjukkan adanya lembah-lembah endotermis pada suhu 493°C. Lembah pada suhu 493°C menunjukkan terjadinya penguapan PEI. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Farong (1987), PEI menguap semua pada suhu sekitar 500°C. Pada tahap ini, kehilangan massa yang terjadi sebesar 20,2%. Wu (2013) melaporkan hal yang sama, bahwa kehilangan berat yang tinggi disertai peningkatan suhu mengindikasikan reduksi pada fasa polimer. Diatas suhu 500°C tidak muncul lembah endotermis. Hal ini menunjukkan bahwa polimer sudah menguap semua dan tersisa serbuk perovskit.

Berdasarkan data DTA-TGA di atas, maka proses sintering membran dilakukan secara bertahap dari suhu ruang sampai suhu 890°C. Sintering membran dilakukan bertahap untuk menghindari letupan membran yang menyebabkan membran menjadi rusak. Kenaikan suhu sintering yaitu 1°C/menit. Tahapan sintering terdiri dari lima tahapan. Tahapan pertama pada suhu 150°C selama 1 jam dilakukan untuk menghilangkan sisa pelarut. Tahap kedua pada suhu 350°C selama 2 jam dilakukan untuk memulai penguapan polimer. Tahap sintering ketiga yaitu pada suhu 500°C selama 1 jam untuk menguapkan seluruh polimer. Penguapan polimer harus dilakukan dengan perlahan agar pori yang terbentuk pada membran keramik nantinya sesuai dengan pori yang telah dimiliki membran sebelum sintering. Proses ini ditahan selama 1 jam agar polimer menguap sempurna dan merata. Selanjutnya tahap sintering terakhir yaitu pada suhu 600°C selama 1 jam dan 890°C selama 5 jam. Pada tahap ini terjadi densifikasi membran. Membran hasil sintering dapat dilihat pada Gambar 4.6.



(a) (b) (c)
 Gambar 4.5. Membran setelah sintering (a) 890°C, (b) 1100°C, (c) 1200°C

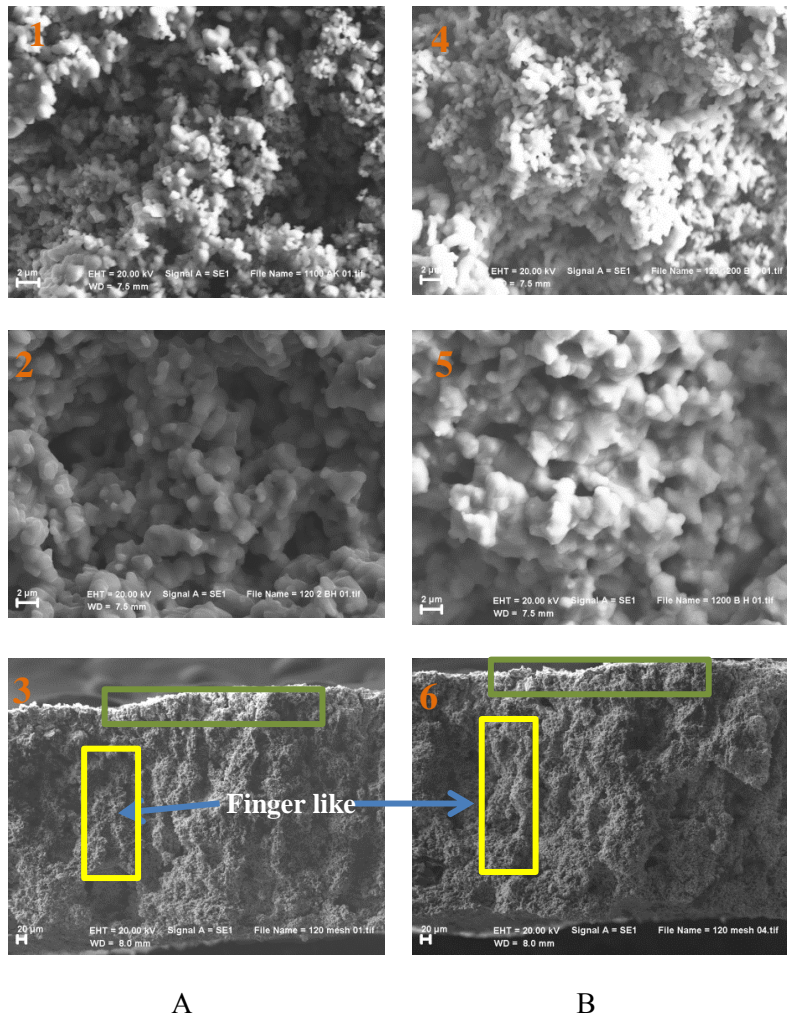
Membran yang terbentuk selanjutnya disinter kembali pada beberapa variasi suhu yaitu 890°C, 1100°C dan 1200°C selama 4 jam dengan kenaikan suhu 3°C/menit. Sintering tahap ini berfungsi untuk membentuk membran yang lebih kuat dan bebas retak. Membran yang disinter pada suhu 890°C dapat dilihat pada Gambar 4.6 (a), masih sangat rapuh. Hal ini mengindikasikan bahwa membran telah kehilangan polimer, namun belum terjadi densifikasi pada membran. Partikel-partikel perovskit masih saling berjauhan sehingga kerapatan pada membran sangat rendah. Kerapatan yang rendah mengakibatkan membran menjadi sangat rapuh.

Hasil sintering membran pada suhu 1100°C dan 1200°C menghasilkan membran yang lebih kuat. Kekuatan membran diukur melalui alat *Micro Vickers Hardness*. Analisis SEM

dilakukan untuk mengamati morfologi dari bagian rapat, pori dan penampang lintang dari membran.

Pada Gambar 4.7 ditunjukkan perubahan morfologi membran pada suhu sintering 1100°C dan 1200°C. Pada bagian permukaan membran yang berpori (Gambar 4.7 A1) terbentuk pori-pori antar partikel oksida perovskit yang lebih besar dibandingkan dengan membran hasil sintering suhu 1200°C. Peningkatan suhu menyebabkan jarak antar partikel semakin kecil, sehingga pori-pori antar partikel menjadi rendah seperti terlihat pada Gambar 4.7 B4. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Wu dkk. (2013) bahwa semakin tinggi suhu sintering semakin berkurang porositas permukaan membran. Pada permukaan rapat membran juga menunjukkan kecenderungan yang sama, yaitu semakin tinggi suhu sintering, membran semakin rapat. Pada permukaan rapat tampak adanya pertumbuhan partikel akibat tingginya suhu sintering, seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.7.B5.

Foto SEM penampang lintang pada Gambar 4.7 3A dan 6B memperlihatkan adanya perbedaan antara lapisan rapat dan berpori. Porositas penampang lintang membran hasil sintering suhu 1200°C lebih kecil dibandingkan dengan sintering suhu 1100°C. Morfologi membran rapat asimetris disebabkan oleh ukuran partikel oksida perovskit dan distribusinya yang kurang seragam. Partikel oksida perovskit yang lolos ayakan 120 mesh masih mengandung partikel dengan ukuran terbesar 125µm. Sintering pada suhu 1100°C dan 1200°C menyebabkan partikel oksida perovskit yang berukuran lebih kecil mengisi pori-pori yang telah terbentuk pada proses inversi fasa. Ukuran partikel dalam proses pembentukan membran rapat asimetris menjadi sangat penting untuk dikaji agar dihasilkan membran akhir dengan struktur pori yang diinginkan.

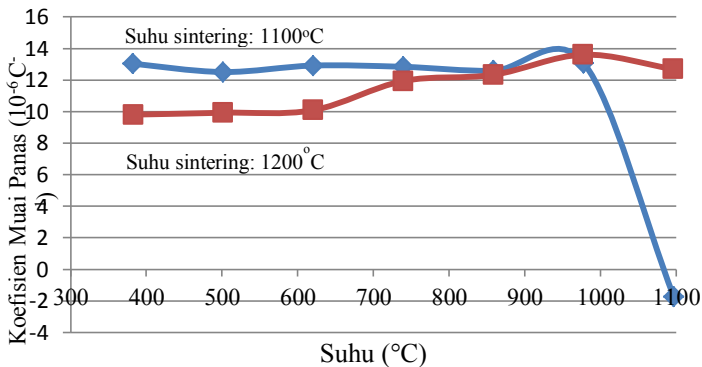


Gambar 4.6. Foto SEM membran rapat asimetris CaTiO_3 pada suhu (A). 1100°C (B) 1200°C , (1,4) Permukaan berpori, (2,5). Permukaan rapat (3,6). Penampang lintang.

4.4 Pengujian Koefisien Muai Panas

Koefisien muai panas erat kaitannya dengan kuat ikat antar atom dan kerapatan partikel (Mittemeijer, 2010). Koefisien muai panas dapat diukur menggunakan alat *Thermomechanical Analyzer* (TMA). Analisa TMA dilakukan dengan pemanasan dari suhu kamar sampai suhu 1100°C dengan laju 25°C/menit.

Penurunan bilangan oksida Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} tidak mungkin terjadi, karena $CaTiO_3$ sangat stabil pada suhu tinggi, kecuali jika dilakukan pada atmosfer reduksi atau H_2 . Hal ini ditunjukkan dari tidak terjadi perubahan warna $CaTiO_3$. Setelah pengujian, warna $CaTiO_3$ tetap berwarna kuning. Warna $CaTiO_3$ akan berubah menjadi hitam apabila terjadi reduksi ion Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} , seperti yang telah dilaporkan oleh Vashook dkk., (2006) sehingga dapat disimpulkan bahwa koefisien muai panas membran $CaTiO_3$ dihasilkan dari pemuai pada volume unit sel $CaTiO_3$. Semakin tinggi suhu, semakin besar volume unit sel (Boudali dkk., 2010).

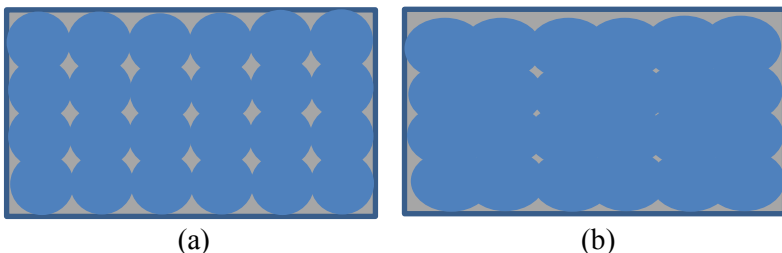


Gambar 4.7. Koefisien muai panas terhadap suhu

Pada Gambar 4.8 ditunjukkan koefisien muai panas membran hasil sintering pada suhu 1100°C dan 1200°C. Berdasarkan gambar tersebut terlihat bahwa membran hasil sintering suhu 1100°C memiliki koefisien muai panas yang lebih tinggi dibandingkan dengan membran hasil sintering suhu 1200°C pada

rentang suhu 100 sampai 900°C. Namun, pada saat suhu dinaikkan menjadi 1000°C, kedua membran hasil sintering tersebut memiliki nilai koefisien muai panas yang hampir sama. Hal sebaliknya terjadi ketika suhu dinaikkan sampai 1200°C. Membran hasil sintering suhu 1100°C mengalami penurunan yang cukup drastis. Keadaan ini menunjukkan bahwa terjadi pelelehan pada membran Hal ini disebabkan oleh adanya rongga udara.

Rongga udara menyebabkan kekuatan membran menurun (Nam dkk., 2013). Rongga udara terbentuk akibat menguapnya polimer yang menyelimuti partikel CaTiO_3 . Rongga udara yang besar antar partikel membentuk pori pada membran. Densifikasi membran perovskit pada saat disinter, menyebabkan rongga semakin kecil. Densifikasi antar partikel CaTiO_3 diilustrasikan pada Gambar 4.9. Pada saat disinter suhu 1100°C, masih terdapat rongga udara antar partikel CaTiO_3 , seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 (a), sehingga saat suhu analisa dinaikkan, membran menjadi hancur. Hal ini didukung juga oleh foto SEM bagian permukaan rapat dan penampang lintang pada Gambar 4.7 2A dan 3A bahwa membran yang disinter pada suhu 1100 memiliki porositas yang tinggi dibandingkan dengan membran yang disinter suhu 1200°C. Membran yang disinter suhu 1200°C memiliki jarak antar partikel semakin dekat, sehingga rongga udara akan mengecil. Hal ini menyebabkan membran mampu mempertahankan strukturnya dan menjadi kuat.



Gambar 4.8. Ilustrasi densifikasi partikel oksida perovskit pada suhu sintering (a) 1100°C dan (b) 1200°C

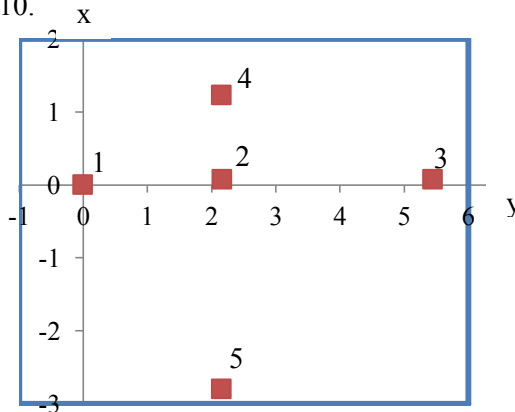
Nilai koefisien muai panas ditunjukkan pada Tabel 4.1. Nilai tersebut merupakan koefisien muai panas rata-rata pada suhu 400-900°C. Perbedaan suhu sintering memberikan perbedaan signifikan pada nilai koefisien muai panas. Membran hasil sintering suhu 1100°C memiliki koefisien muai panas sebesar $12,78 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$. Sedangkan membran hasil sintering suhu 1200°C memiliki koefisien muai panas yang rendah yaitu $10,82 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$.

Tabel 4.1 Nilai koefisien muai panas pada kisaran suhu 400 sampai 900°C

Suhu Sintering (°C)	Koefisien Muai Panas (10^{-6} C^{-1})
1100	12,78
1200	10,82

4.5 Pengujian Kekerasan Membran

Membran keramik merupakan tipe membran yang rapuh. Indentasi dengan beban lebih dari 0,5 N menyebabkan membran retak. Nilai kekerasan membran ditunjukkan Tabel 4.2. Pengujian membran diambil di lima titik membran seperti terlihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Koordinat titik indentasi pengujian kekerasan membran

Tabel 4.2 Nilai kekerasan membran

Suhu Sintering	No.	D ₁ (μm)	D ₂ (μm)	Hv (Kgf/mm ²)
1100°C	1	206,2	210,4	21,4
	2	532,4	493,3	3,5
	3	283,2	244,5	13,3
	4	453,7	383,1	5,3
	5	411,0	377,9	6,0
1200°C	1	173,9	205,5	25,8
	2	209,6	199,1	22,2
	3	229,5	198,4	20,3
	4	219,2	218,0	19,4
	5	188,0	205,6	23,9

Nilai kekerasan membran hasil sintering suhu 1100°C bervariasi antara 3,5-21,4 Hv, Sedangkan nilai kekerasan yang dimiliki membran hasil sintering suhu 1200°C lebih tinggi yaitu 19,4-25,8 Hv. Persebaran nilai kekerasan tidak merata diakibatkan oleh distribusi partikel oksida perovskit yang kurang merata saat proses densifikasi, sehingga kekerasan yang dihasilkan berbeda. Kekerasan membran berkaitan dengan kerapatan membran. Semakin rapat membran, semakin tinggi pula kekerasannya. Hal ini didukung oleh data TMA dan foto SEM setelah sintering membran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Membran rapat asimetris CaTiO_3 telah dibuat tanpa cacat dan tanpa retak dengan metode inversi fasa rendam-endap. Morfologi membran menunjukkan adanya lapisan rapat yang tipis dan lapisan berpori dengan struktur memanjang (*finger-like*). Suhu sintering sangat mempengaruhi morfologi membran dan sifat mekaniknya. Membran dengan suhu sintering 1200°C menghasilkan membran dengan morfologi lapisan rapat lebih rapat dan tipis dan lapisan berpori yang porinya lebih kecil dibandingkan dengan suhu sintering 1100°C . Sedangkan, sintering pada suhu 890°C menghasilkan membran yang sangat rapuh.

Nilai koefisien muai panas pada suhu $400\text{-}900^\circ\text{C}$ menunjukkan bahwa koefisien muai panas membran dengan suhu sintering 1200°C sebesar $10,82 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$. Hasil pengujian kekerasan membran menggunakan *Micro Vickers Hardness* menunjukkan bahwa membran hasil sintering suhu 1200°C lebih keras daripada membran hasil sintering suhu 1100°C . Secara keseluruhan sebaran kekerasan membran tidak merata. Pada membran hasil sintering 1200°C , kekerasan pada kisaran $19,4\text{-}25,8 \text{ Hv}$.

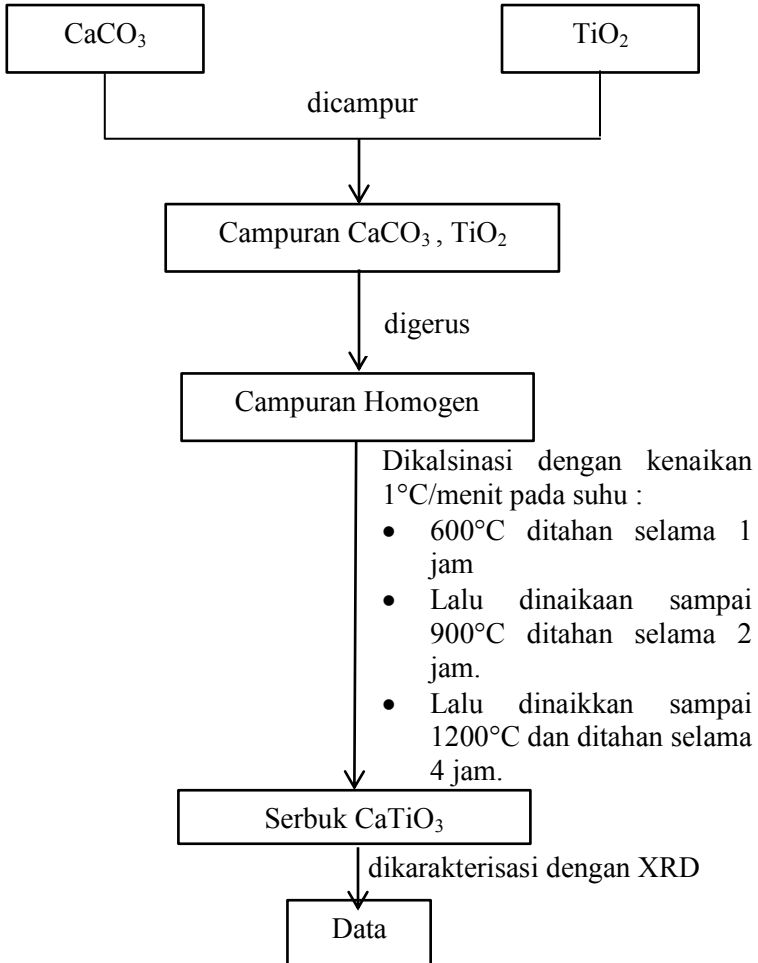
5.2. Saran

Pada penelitian lebih lanjut dapat dilakukan mengenai penyeragaman ukuran partikel dan pengaruh jumlah oksida perovskit yang digunakan pada proses inversi fasa. Selain itu, juga perlu dilakukan penelitian penambahan aditif untuk membentuk struktur pori seperti yang diharapkan dan uji permeabilitas oksigen dari membran asimetris CaTiO_3 ini dibandingkan dengan membran rapat asimetris dari oksida perovskit lainnya dengan binder polimer yang sama.

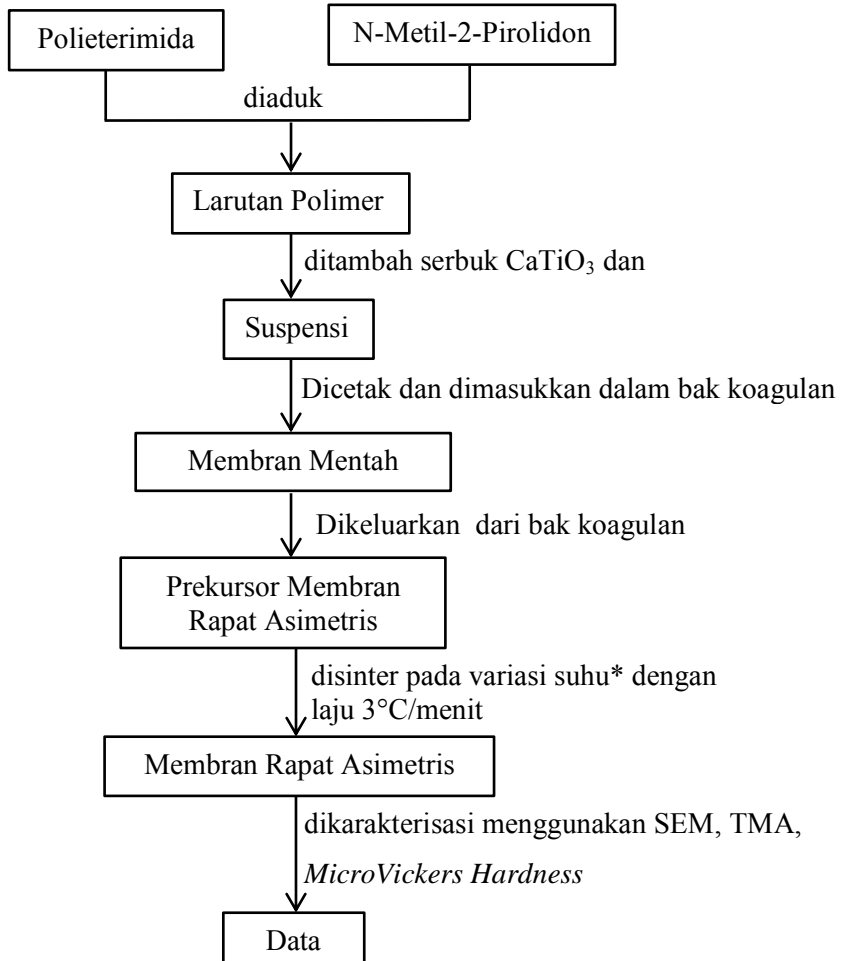
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A SKEMA KERJA

1. Sintesis Oksida Perovskit CaTiO_3



2. Preparasi Membran Rapat Asimetris CaTiO_3



*suhu 890°C, 1100°C dan 1200°C

LAMPIRAN B PERHITUNGAN

1. Perhitungan Komposisi Bahan Baku Sintesis Serbuk Oksida Perovskit CaTiO_3

Massa serbuk oksida perovskit CaTiO_3 yang akan dibuat adalah 100 gram.

$$\text{Ar Ca} = 40,08 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Ti} = 47,87 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar O} = 16,00 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar C} = 12,01 \text{ g/mol}$$

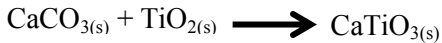
$$\text{Mr CaCO}_3 = 100,06 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr TiO}_2 = 236,35 \text{ g/mol}$$



$$\begin{aligned} \text{Mr CaTiO}_3 &= \text{Ar Ca} + \text{Ar Ti} + 3 \times \text{Ar O} \\ &= 40,08 + 47,87 + (3 \times 16,00) \text{ g/mol} \\ &= 135,95 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$\text{Mol CaTiO}_3 = (100 \text{ g}) / (135,95 \text{ g/mol}) = 0,735 \text{ mol}$$



Perbandingan stoikiometri CaCO_3 dan TiO_2 yang dibutuhkan adalah 1:1, sehingga,

$$\text{Mol CaCO}_3 = \text{mol TiO}_2 = \text{mol CaTiO}_3$$

$$\text{Massa CaCO}_3 = 0,735 \text{ mol} \times 100,08 \text{ g/mol} = 73,61 \text{ g}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = 0,735 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol} = 58,70 \text{ g}$$

2. Perhitungan Komposisi Polimer, Pelarut, Serbuk Perovskit

Komposisi PEI : NMP: CaTiO₃ = 13% : 42% : 45%
berat/berat

Jumlah larutan suspensi polimer = 10 g

ρ N-Metil-2-Pirolidon = 1,03 g/mL

Massa polieterimida yang digunakan

$$m = 13\% \times 10 \text{ g} = 1,3 \text{ g}$$

Volume NMP = (m/ρ)

$$= (42\% \times 10 \text{ g}) / 1,03 \text{ g/mL} = 4,2 \text{ mL}$$

Massa CaTiO₃ = 45% \times 10 g = 4,5 g

3. Perhitungan Nilai Kekerasan Membran

$$\begin{aligned} L &= \frac{1}{2} \times (D_1 + D_2) \\ &= \frac{1}{2} (0,2062 \text{ mm} + 0,2104 \text{ mm}) \\ &= 0,2083 \text{ mm} \end{aligned}$$

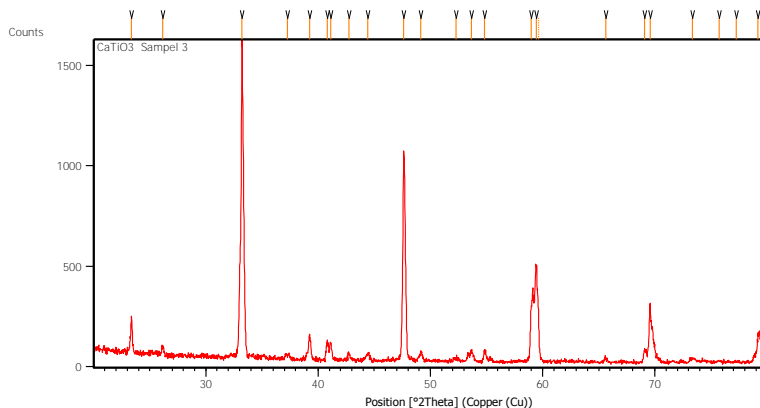
$$\begin{aligned} Hv &= 1,854 \times \frac{P}{L^2} \\ &= 1,854 \times \frac{0,5 \text{ Kgf}}{(0,0433(\text{mm}))^2} \\ &= 21,36 \text{ Kgf/mm}^2 \end{aligned}$$

Tabel 1. Nilai Kekerasan Membran Berdasarkan Perhitungan

Suhu Sintering (°C)	No	D ₁ (μ m)	D ₂ (μ m)	D ₁ (mm)	D ₂ (mm)	L (mm)	L rata-rata (mm)	Hv (Kgf/mm ²)
1100	1	206,2	210,4	0,2062	0,2104	0,2083	0,0433	21,3649
	2	532,4	493,3	0,5324	0,4933	0,5128	0,2630	3,5245
	3	283,2	244,5	0,2832	0,2445	0,2638	0,0696	13,3157
	4	453,7	383,1	0,4537	0,3831	0,4184	0,1750	5,2953
	5	411,0	377,9	0,4110	0,3779	0,3944	0,1555	5,9579
1200	1	173,9	205,5	0,1739	0,2055	0,1897	0,0359	25,7599
	2	209,6	199,1	0,2096	0,1991	0,2043	0,0417	22,1988
	3	229,5	198,4	0,2295	0,1984	0,2139	0,0457	20,2514
	4	219,2	218,0	0,2192	0,2180	0,2186	0,0477	19,3990
	5	188,0	205,6	0,1880	0,2056	0,1968	0,0387	23,9347

LAMPIRAN C
HASIL KARAKTERISASI XRD CaTiO₃

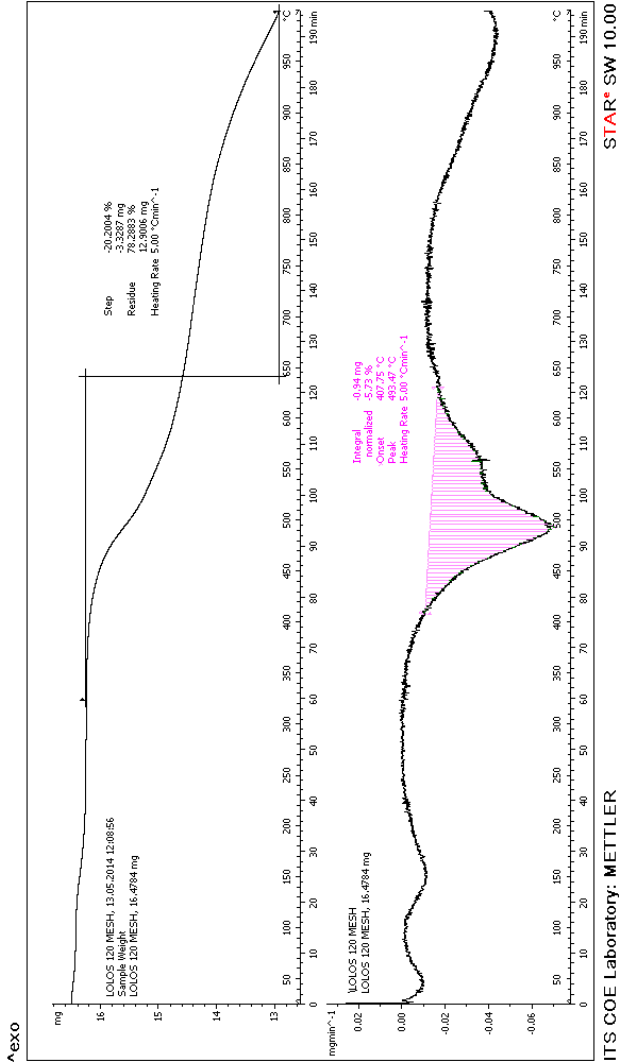
Dataset Name CaTiO₃ Sampel 3
File name E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn
2014\Februari\24feb\CaTiO₃ Sampel 3\CaTiO₃ Sampel 3.rd
Comment Configuration=Reflection-Transmission Sp
Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time 2/24/2014 2:24:00 PM
Raw Data Origin PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis Gonio
Start Position [°2Th.] 20.0154
End Position [°2Th.] 79.9914
Step Size [°2Th.] 0.0170
Scan Step Time [s] 19.7000
Scan Type Continuous
Offset [°2Th.] 0.0000
Divergence Slit Type Fixed
Divergence Slit Size [°] 0.2500
Specimen Length [mm] 10.00
Receiving Slit Size [mm] 12.7500
Measurement Temperature [°C] -273.15
Anode Material Cu
K-Alpha1 [Å] 1.54060
K-Alpha2 [Å] 1.54443
K-Beta [Å] 1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000
Generator Settings 30 mA, 40 kV
Diffractometer Type XPert MPD
Diffractometer Number 1
Goniometer Radius [mm] 200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
Incident Beam Monochromator No
Spinning No



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23.3676	177.20	0.1171	3.80691	11.20
26.1508	42.01	0.1673	3.40771	2.65
33.2188	1582.74	0.1171	2.69704	100.00
37.2706	22.18	0.4015	2.41262	1.40
39.2243	121.90	0.1338	2.29684	7.70
40.7969	87.27	0.2007	2.21186	5.51
41.1220	85.97	0.1338	2.19512	5.43
42.7349	31.99	0.1338	2.11594	2.02
44.4242	31.15	0.3346	2.03932	1.97
47.6070	1028.42	0.1338	1.91015	64.98
49.1577	50.36	0.1673	1.85346	3.18
52.2696	15.84	0.4015	1.75020	1.00
53.6663	55.42	0.1673	1.70790	3.50
54.7985	56.71	0.2342	1.67526	3.58
58.9605	260.64	0.0816	1.56526	16.47
59.4244	476.07	0.2040	1.55414	30.08
59.6121	269.92	0.1224	1.55354	17.05
65.6121	19.50	0.2448	1.42175	1.23

69.0940	69.58	0.1428	1.35836	4.40
69.5677	293.86	0.1428	1.35026	18.57
73.3285	19.11	0.4896	1.29001	1.21
75.7111	8.16	0.4896	1.25523	0.52
77.2277	8.32	0.2856	1.23432	0.53
79.1767	124.74	0.2448	1.20875	7.88
79.5256	115.79	0.1632	1.20732	7.32

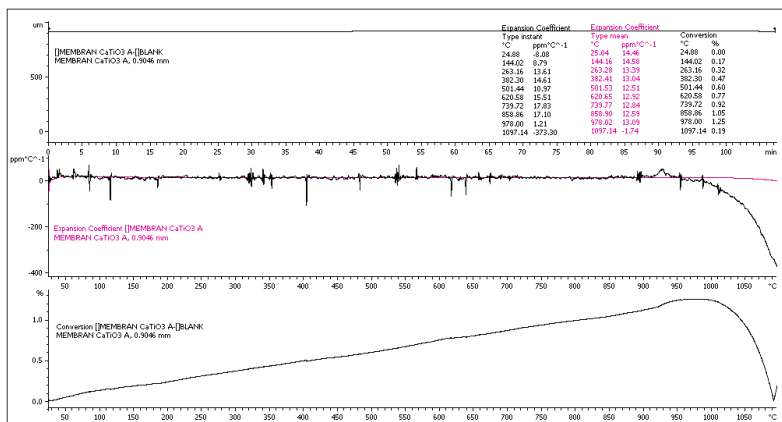
LAMPIRAN D TERMOGRAM DTA/TGA MEMBRAN MENTAH



LAMPIRAN E

ANALISA TERMOMEKANIK (TMA) MEMBRAN

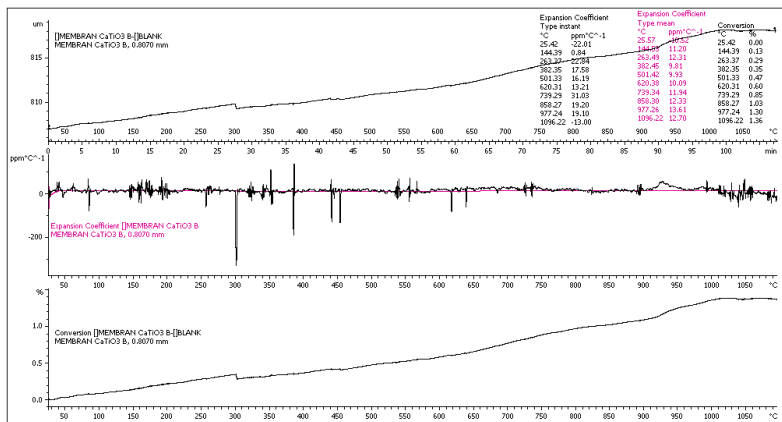
1. Membran hasil sintering suhu 1100°C.



ITS COE Laboratory: METTLER

STAR[®] SW 10.00

2. Membran hasil sintering suhu 1200°C



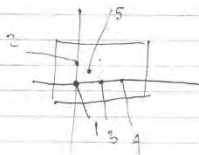
ITS COE Laboratory: METTLER

STAR[®] SW 10.00

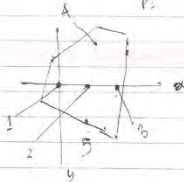
LAMPIRAN F

PENGUJIAN *MICRO VICKERS HARDNESS*

1. Membran disinter pada suhu 1200°C

4 Juli 2014	Suhu: 23,4 °C																				
	Humidity: 40 %																				
1) Sampel A $F = 0,5 \text{ kgf}$																					
$P = 10 \mu$																					
	<p style="text-align: center;">Sampel A</p> <table border="0"> <tr><td>N=207 X= 0,000 Y= 0,000</td><td>HARDNESS= 25,8</td></tr> <tr><td>D1=173,9 D2=205,5</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=208 X= 0,000 Y= -0,436</td><td>HARDNESS= 22,2</td></tr> <tr><td>D1=209,6 D2=199,1</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=209 X= 2,606 Y= 0,000</td><td>HARDNESS= 20,3</td></tr> <tr><td>D1=229,5 D2=198,4</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=210 X= 4,296 Y= 0,000</td><td>HARDNESS= 19,4</td></tr> <tr><td>D1=213,2 D2=218,0</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=211 X= 2,290 Y= 0,353</td><td>HARDNESS= 23,9</td></tr> <tr><td>D1=188,0 D2=205,6</td><td>HRC=OVER</td></tr> </table>	N=207 X= 0,000 Y= 0,000	HARDNESS= 25,8	D1=173,9 D2=205,5	HRC=OVER	N=208 X= 0,000 Y= -0,436	HARDNESS= 22,2	D1=209,6 D2=199,1	HRC=OVER	N=209 X= 2,606 Y= 0,000	HARDNESS= 20,3	D1=229,5 D2=198,4	HRC=OVER	N=210 X= 4,296 Y= 0,000	HARDNESS= 19,4	D1=213,2 D2=218,0	HRC=OVER	N=211 X= 2,290 Y= 0,353	HARDNESS= 23,9	D1=188,0 D2=205,6	HRC=OVER
N=207 X= 0,000 Y= 0,000	HARDNESS= 25,8																				
D1=173,9 D2=205,5	HRC=OVER																				
N=208 X= 0,000 Y= -0,436	HARDNESS= 22,2																				
D1=209,6 D2=199,1	HRC=OVER																				
N=209 X= 2,606 Y= 0,000	HARDNESS= 20,3																				
D1=229,5 D2=198,4	HRC=OVER																				
N=210 X= 4,296 Y= 0,000	HARDNESS= 19,4																				
D1=213,2 D2=218,0	HRC=OVER																				
N=211 X= 2,290 Y= 0,353	HARDNESS= 23,9																				
D1=188,0 D2=205,6	HRC=OVER																				

2. Membran disinter pada suhu 1100°C

2) Sampel B $F = 0,5 \text{ kgf}$																					
$P = 10 \mu$																					
	<p style="text-align: center;">Sampel B</p> <table border="0"> <tr><td>N=212 X= 0,000 Y= 0,000</td><td>HARDNESS= 21,4</td></tr> <tr><td>D1=206,2 D2=210,4</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=213 X= 2,168 Y= 0,057</td><td>HARDNESS= 3,5</td></tr> <tr><td>D1=532,4 D2=493,3</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=214 X= 5,449 Y= 0,067</td><td>HARDNESS= 13,3</td></tr> <tr><td>D1=283,2 D2=244,5</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=216 X= 2,163 Y= 1,227</td><td>HARDNESS= 5,3</td></tr> <tr><td>D1=453,7 D2=383,1</td><td>HRC=OVER</td></tr> <tr><td>N=217 X= 2,163 Y= -2,804</td><td>HARDNESS= 6,0</td></tr> <tr><td>D1=411,0 D2=377,9</td><td>HRC=OVER</td></tr> </table>	N=212 X= 0,000 Y= 0,000	HARDNESS= 21,4	D1=206,2 D2=210,4	HRC=OVER	N=213 X= 2,168 Y= 0,057	HARDNESS= 3,5	D1=532,4 D2=493,3	HRC=OVER	N=214 X= 5,449 Y= 0,067	HARDNESS= 13,3	D1=283,2 D2=244,5	HRC=OVER	N=216 X= 2,163 Y= 1,227	HARDNESS= 5,3	D1=453,7 D2=383,1	HRC=OVER	N=217 X= 2,163 Y= -2,804	HARDNESS= 6,0	D1=411,0 D2=377,9	HRC=OVER
N=212 X= 0,000 Y= 0,000	HARDNESS= 21,4																				
D1=206,2 D2=210,4	HRC=OVER																				
N=213 X= 2,168 Y= 0,057	HARDNESS= 3,5																				
D1=532,4 D2=493,3	HRC=OVER																				
N=214 X= 5,449 Y= 0,067	HARDNESS= 13,3																				
D1=283,2 D2=244,5	HRC=OVER																				
N=216 X= 2,163 Y= 1,227	HARDNESS= 5,3																				
D1=453,7 D2=383,1	HRC=OVER																				
N=217 X= 2,163 Y= -2,804	HARDNESS= 6,0																				
D1=411,0 D2=377,9	HRC=OVER																				

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Banyuwangi, 01 Mei 1993 dengan nama lengkap Maya Machfudzoh. Penulis merupakan anak pertama Bapak Abdul Karim AM dan Munawaroh. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di MI Islamiyah Kedayunan, SMP Negeri 2 Rogojampi dan SMA Negeri 1 Genteng. Setelah lulus dari SMA Negeri 1 Genteng, penulis mengikuti program Bidikmisi dan diterima di jurusan Kimia ITS Surabaya pada tahun 2010 dan terdaftar dengan NRP. 1410 100 038. Di Jurusan Kimia ini,

Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Ir. Endang Purwanti S. MT. dan Hamzah Fansuri M.Si, Ph.D. Penulis pernah aktif dalam organisasi kampus yaitu Badan Eksekutif Mahasiswa ITS (BEM ITS) 2011/2012 sebagai staff Badan Semi Otonom ITS *Education Care Center* (BSO IECC), BEM ITS 2012/2013 sebagai *Manager of Student Resources Development Management* BSO IECC dan BEM ITS 2013/2014 sebagai sekretaris BSO IECC, serta pernah menjadi asisten praktikum pada kuliah Kimia Dasar I, Termodinamika dan Senyawa Anorganik serta Sintesis Senyawa Anorganik. Penulis dapat dihubungi melalui email maya.machfudzoh@gmail.com.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”