



## Pengaruh Bentonit terhadap Pembentukan Fasa Polimorf dan Sifat Termal Membran Hibrida Poliviniliden Fluorida/Bentonit

Edi Pramono<sup>a\*</sup>, Rosid Eka Mustofa<sup>a</sup>, Ozi Adi Saputra<sup>a</sup>, Yulianto Adi Nugroho<sup>b</sup>, Deana Wahyunigrum<sup>c</sup>, Cynthia Linaya Radiman<sup>d</sup>, Sayekti Wahyuningsih<sup>a</sup>, Teguh Endah Saraswati<sup>a</sup>, Sentot Budi Rahardjo<sup>a</sup>, Witri Wahyu Lestari<sup>a</sup>, Dian Maruto Widjonarko<sup>a</sup>, Ari Handono Ramelan<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Prodi Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami 36 A, Kentingan Surakarta 57126, Indonesia

<sup>b</sup>PT Unitama Analitika Perkasa, Jl. Panjang No. 37C, Kebon Jeruk, Jakarta Barat, Jakarta, 11530, Indonesia

<sup>c</sup>Devisi Kimia Organik, FMIPA, Institut Teknologi Bandung, Jl. Ganesa 10 Bandung 40132, Indonesia

<sup>d</sup>Devisi Kimia Fisika dan Anorganik, FMIPA, Institut Teknologi Bandung, Jl. Ganesa 10 Bandung 40132, Indonesia

<sup>e</sup>Prodi Fisika, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami 36 A, Kentingan Surakarta 57126, Indonesia

\*Corresponding author: [edi.pramono.uns@staff.uns.ac.id](mailto:edi.pramono.uns@staff.uns.ac.id)

DOI: 10.20961/alchemy.17.2.46136.177-184

Received 29 November 2020, Accepted 11 August 2021, Published 09 September 2021

### Kata kunci:

analisis termal;  
bentonit;  
inversi fasa;  
membran hibrida;  
poliviniliden  
fluorida-PVDF.

**ABSTRAK.** Kajian struktur dan degradasi termal pada membran hibrida poliviniliden fluorida (PVDF)/lempung bentonit (BNT) telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan mengetahui pengaruh penambahan BNT terhadap pembentukan fasa PVDF dan sifat termalnya. Membran hibrida PVDF/lempung BNT dibuat dengan metode inversi fasa. Membran yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *attenuated total reflectance fourier transform infrared* (ATR-FTIR), *x-ray diffraction* (XRD), dan *differential scanning calorimetry* (DSC). Hasil penelitian menunjukkan membran PVDF/BNT memiliki struktur polimorf PVDF fasa  $\alpha$  dan  $\beta$  yang terkonfirmasi dari data FTIR dan XRD. Data DSC menunjukkan penurunan nilai titik leleh ( $T_m$ ) dengan penambahan BNT, dan dengan rentang suhu pelelehan yang lebih kecil. Kristalisasi PVDF terjadi secara isothermal dan adanya BNT menghasilkan titik kristalisasi ( $T_c$ ) pada suhu yang lebih tinggi dibandingkan membran PVDF murni. Analisis termal dengan DSC memberikan informasi komprehensif pelelehan dan kristalisasi dari polimorf PVDF pada matriks membran.

### Keywords:

thermal analysis;  
bentonite;  
phase inversion;  
hybrid membran;  
polyvinylidene  
fluoride-PVDF.

**ABSTRACT.** Effect of Bentonite toward Polymorph Phase Formation and Thermal Properties of Polyvinylidene Fluoride/Bentonite Hybrid Membranes. The study of the structure and thermal properties of PVDF/bentonite (BNT) hybrid membranes has been carried out. This study aims to determine the effect of BNT addition on the phase formation and thermal properties of the PVDF. In this study, PVDF/BNT hybrid membranes were prepared through the phase inversion method. The resulting membrane was characterized by Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR), x-ray diffraction (XRD), and differential scanning calorimetry (DSC). The results showed that the PVDF/BNT membrane has a PVDF polymorph structure with  $\alpha$  and  $\beta$  phases confirmed by FTIR and XRD data. The DSC data showed that the addition of BNT decrease of the melting point ( $T_m$ ) and with a smaller melting temperature range. PVDF polymorph crystallization occurs isothermally and the presence of BNT produces a crystallization point ( $T_c$ ) at a higher temperature than pristine PVDF membrane. Thermal analysis with DSC provides comprehensive information on melting and crystallization of PVDF polymorphs in the membrane matrix.

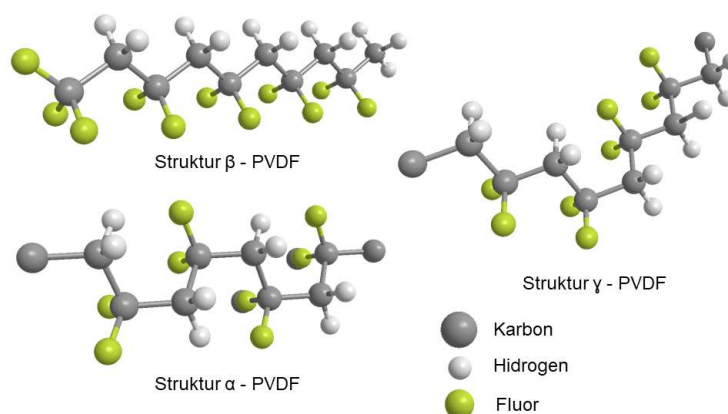
## PENDAHULUAN

Teknologi membran berbasis polimer sintetik saat ini mengalami perkembangan yang cukup pesat. Teknologi membran banyak diaplikasikan pada bidang pengolahan air maupun energi (Ahmadian-Alam *and* Mahdavi, 2018; Lee *et al.*, 2017; Park *et al.*, 2015). Polisulfon (PSf) dan Poliviniliden Fluorida (PVDF) merupakan polimer sintetik yang cukup banyak diaplikasikan pada teknologi tersebut (Polisetti *and* Ray, 2021; Yuan *et al.*, 2019; Zhu *et al.*, 2020). PVDF dipilih sebagai material membran karena beberapa keunggulan yang dimilikinya yaitu ketahanan kimia, sifat termal, dan ketahanan mekanik yang tinggi (Santos *et al.*, 2008).

Kinerja membran PVDF dalam beberapa aplikasinya ditentukan oleh struktur polimorf yang terbentuk pada membran. Secara umum, PVDF stabil pada struktur fasa  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$  (Fadaei *et al.*, 2014; Zheng *et al.*, 2007). Perbedaan tersebut terjadi pada penataan atom fluorin pada rantai polimer seperti ditunjukkan pada Gambar 1, yaitu  $\alpha$ -PVDF berstruktur Trans (T) dan Gauge (G) secara berurutan atau TGTGTG',  $\beta$ -PVDF berstruktur T atau TTTTTT', dan  $\gamma$ -PVDF berstruktur T3GT3G (Ruan *et al.*, 2018). Dari ketiga struktur tersebut diketahui bahwa  $\beta$ -

PVDF bersifat polar, sementara  $\alpha$  dan  $\gamma$ -PVDF bersifat nonpolar (Cui *et al.*, 2015; Zheng *et al.*, 2007). Perbedaan kepolaran tersebut memberikan kinerja yang berbeda dalam aplikasinya seperti konduktivitas dan permeabilitas air (Pramono *et al.*, 2019; Seraji and Guo, 2020). Kajian tentang pembentukan fasa kristal PVDF yang dipengaruhi oleh jenis pelarut, sonikasi dan kondisi koagulasi telah dikaji sebelumnya (Ike *et al.*, 2017; Tao *et al.*, 2013). Penambahan senyawa aditif tertentu pada membran PVDF dapat meningkatkan kinerja membran dan penelitian sebelumnya melaporkan bahwa adanya senyawa organik hidrofilik maupun oksida pada membran PVDF mempengaruhi pembentukan fasa  $\beta$  (Lai *et al.*, 2015; Seraji and Guo, 2020). Pramono *et al.* (2019) melaporkan bahwa penambahan BNT pada membran PVDF meningkatkan fasa  $\beta$  dan hidrofilisitas permukaan membran. Pembentukan fasa polimorf PVDF pada struktur membran dapat dikaji dengan analisis *fourier transform infrared* (FTIR), *x-ray diffraction* (XRD) dan analisis termal dengan *differential scanning calorimetry* (DSC). Analisis mendalam fasa polimorf membran PVDF dengan FTIR telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya (Cai *et al.*, 2017), namun kajian tentang pengaruh penambahan oksida lempung terhadap pembentukan fasa polimorf membran PVDF menggunakan analisis termal belum banyak dilakukan.

Penelitian ini mempelajari pengaruh penambahan lempung Bentonit (BNT) pada pembentukan struktur polimorf segmen PVDF (Gambar 1) dalam membran dan sifat termalnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh BNT terhadap pembentukan fasa polimorf PVDF serta pengaruhnya pada proses pelelehan dan kristalisasi PVDF. Membran dibuat melalui proses inversi fasa dan dikarakterisasi strukturnya dengan XRD dan ATR-FTIR. Pelelehan dan kristalisasi membran hibrida dianalisis dengan DSC.



**Gambar 1.** Struktur polimorf PVDF.

## METODE PENELITIAN

Beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Bentonit (BNT-Bratachem Indonesia), dimetil formamida-DMF (PA grade - Merck), PEG400 (PA Grade-Merck), PVDF MW 535.000 g/mol (Solef®1015). Sebelum pemakaian BNT diayak dengan ukuran 180 mesh.

### Pembuatan Membran Hibrida

Membran hibrida PVDF/BNT dibuat dengan metode inversi fasa mengikuti publikasi sebelumnya (Pramono *et al.*, 2019). Larutan cetak membran disiapkan dengan melarutkan polimer PVDF, PEG400 dan BNT dengan konsentrasi PVDF 18%, PEG 4% dan BNT divariasikan 1 – 5% (b/b) dalam DMF. Larutan diaduk pada suhu penangas minyak silikon 60 °C selama 24 jam sampai homogen yaitu tidak terbentuk endapan lempung. Dalam kondisi panas, larutan dilapiskan di atas permukaan kaca (20 × 30 cm<sup>2</sup>) dan langsung dimasukkan dalam bak koagulan yang berisi air. Membran padat yang terbentuk dilepas dari kaca dan dicuci dengan air mengalir selama 24 jam. Pada penelitian ini diperoleh membran padat dengan rata-rata ketebalan 0,08 mm.

### Analisis Gugus Fungsi dan Kristal Membran PVDF

Analisis gugus fungsi dan keberadaan fasa PVDF dilakukan dengan *attenuated total reflectance fourier transform infrared* (ATR-FTIR - Carry 630). Membran dipotong dengan dimensi 2 × 2 cm<sup>2</sup> dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam. Sampel kering di-scan permukaannya dengan ATR-FTIR sebanyak 48 scan. Sementara itu struktur matrik membran PVDF dianalisis dengan *x-ray diffraction* (XRD Rigaku). Sebelum pengukuran

membran dikeringkan dan dilekatkan pada sampel sel. Membran dianalisis dengan XRD pada  $2\theta$  0,2° sampai 60°. Hasil yang diperoleh diolah dengan perangkat lunak Origin 2017.

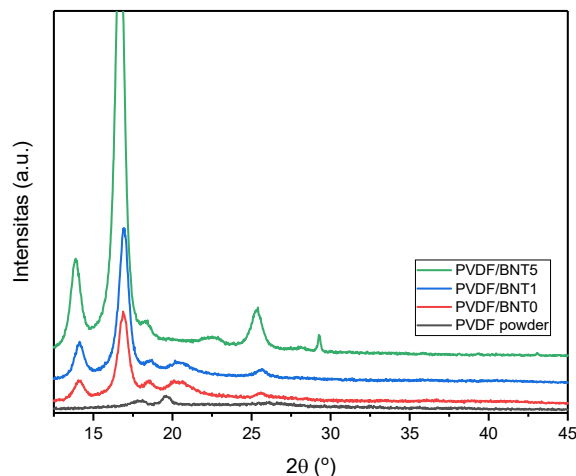
### Analisis Termal Membran Hibrida

Analisis termal membran hibrida menggunakan alat *simultaneous thermal analyzer* (STA) LINSEIS PT1600. Sebelum analisis dilakukan, alat dikalibrasi terlebih dahulu menggunakan standar Indium dengan titik leleh 156 °C. Pengukuran STA dilakukan dengan *thermocouple* TGA-DSC tipe S dengan cawan krus alumina dan atmosfer udara. Setelah semua file kalibrasi dan zero siap, sampel membran dibakar pada kecepatan pemanasan 10 derajat permenit (dpm) pada rentang suhu 25 °C – 250 °C, dan dilanjutkan pendinginan alat sampai kembali ke suhu ruang. Perekaman data dilakukan pada pemanasan sampai 250 °C untuk menghasilkan informasi titik leleh, dan pendinginan untuk mendapatkan informasi titik kristalisasi. Data yang diperoleh dievaluasi dengan perangkat lunak STA Linseis PT1600 dan analisis lanjut dilakukan dengan perangkat lunak Origin 2017.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

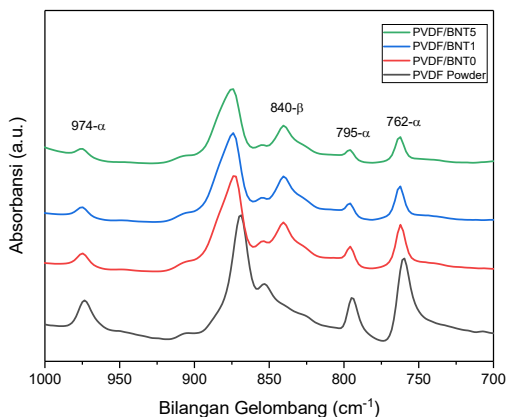
### Analisis Struktur Polimorf PVDF

Secara umum diketahui bahwa PVDF stabil dalam tiga fasa yaitu  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$ . Untuk mengetahui keberadaan polimorf PVDF dalam berbagai fasa dilakukan analisis dengan XRD dan ATR-FTIR. Difraktogram XRD yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 2. Data menunjukkan bahwa serbuk polimer PVDF yang digunakan pada penelitian ini memiliki satu fasa yaitu  $\alpha$ -PVDF yang terkonfirmasi pada  $2\theta$  17,9° dan 19,6° (Bai *et al.*, 2012; Ruan *et al.*, 2018; Tsonos *et al.*, 2015). Kemunculan fasa  $\beta$  PVDF terkonfirmasi pada difraktogram membran PVDF maupun hibridanya yaitu munculnya puncak khas pada 20,46°. Pada penelitian ini, membran dibuat dengan pelarut DMF dan menghasilkan membran dengan fasa campuran  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF yang terkonfirmasi dari puncak pada 18,66° untuk fasa  $\alpha$  dan 20,46° untuk fasa  $\beta$ . Proses kristalisasi fasa PVDF dalam membran dipengaruhi oleh jenis pelarut yang digunakan. Interaksi dipolar pelarut dan PVDF mengakibatkan terjadinya transformasi susunan  $\text{CH}_2\text{-CF}_2$ , dan sifat polar pada media pelarut maupun koagulan mengakibatkan pembentukan konformasi fasa  $\beta$  (Tao *et al.*, 2013).



**Gambar 2.** Difraktogram serbuk PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT.

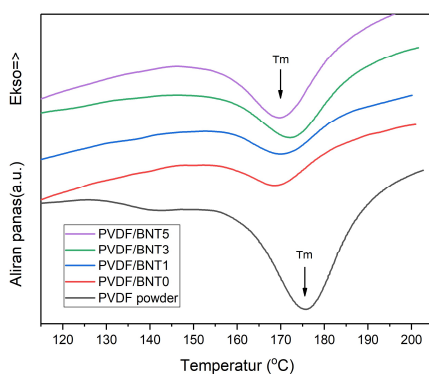
Pembentukan fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF dikonfirmasi pula dengan analisis FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 3. Data ATR-FTIR powder PVDF menunjukkan munculnya puncak pada  $762\text{ cm}^{-1}$ ,  $795\text{ cm}^{-1}$  dan  $974\text{ cm}^{-1}$  yang berkorelasi dengan vibrasi C–C, C–F dan C–H pada fasa  $\alpha$  PVDF, dan tidak ditemukan puncak fasa  $\beta$ -PVDF. Sementara itu fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF terkonfirmasi untuk seluruh membran hibrida yaitu dengan adanya tambahan puncak baru pada bilangan gelombang  $840\text{ cm}^{-1}$  (Cui *et al.*, 2015; Ike *et al.*, 2017) yang berasal dari vibrasi C–F (Bai *et al.*, 2012) fasa  $\beta$ -PVDF. Data tersebut menyimpulkan bahwa membran yang dihasilkan memiliki fasa campuran antara fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF.



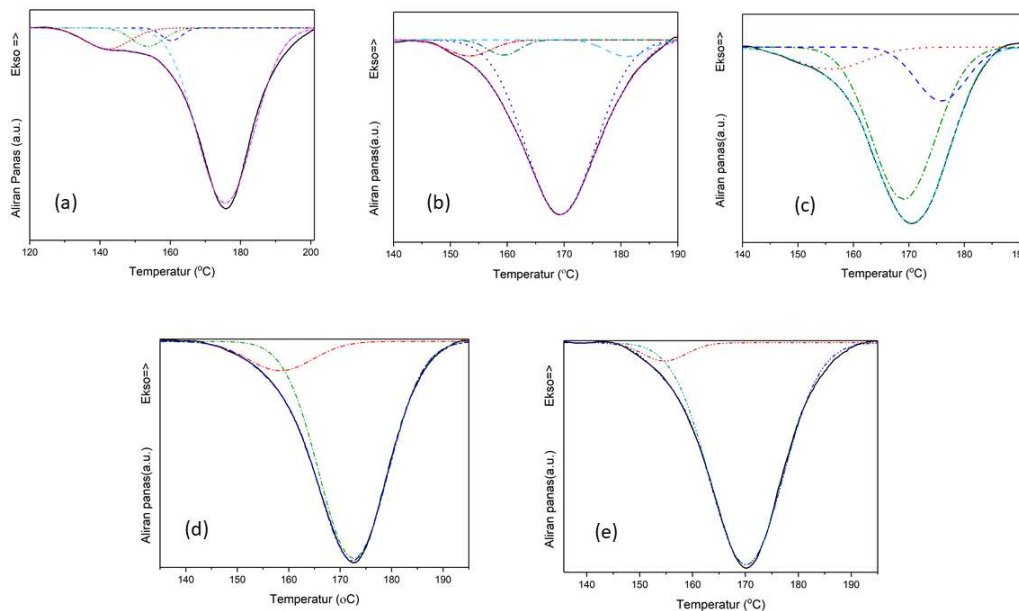
**Gambar 3.** Spektra FTIR PVDF murni dan membran hibrida PVDF/BNT.

**Analisis Pelelehan dan Kristalisasi Membran Hibrida PVDF/BNT**

Termogram DSC dan data detail proses pelelehan membran PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT ditunjukkan pada Gambar 4. Data menunjukkan proses inisiasi pelelehan polimer PVDF pada sampel serbuk PVDF mengalami inisiasi pelelehan pada suhu yang lebih rendah yaitu pada 125 °C dan diperoleh puncak titik leleh pada 175 °C. Pada sampel membran PVDF maupun hibridanya mengalami pergeseran ke suhu inisiasi pelelehan yang lebih tinggi yaitu sekitar 142 °C sampai 145 °C. Keberadaan lempung dan pembentukan fasa  $\alpha$  dan  $\beta$ -PVDF pada matriks membran mempengaruhi titik puncak pelelehan (*melting point* -  $T_m$ ). Gambar 4 menunjukkan bahwa pembentukan fasa  $\beta$ -PVDF dalam matiks membran meningkatkan suhu inisiasi pelelehan, namun menurunkan  $T_m$  membran dibandingkan serbuk PVDF yang didominasi oleh fasa  $\alpha$  PVDF. Membran PVDF dan hibridanya diperoleh  $T_m$  berturut-turut 170 °C, 171 °C, 173 °C dan 170 °C untuk penambahan BNT 0%, 1%, 3% dan 5% b/b. Pembentukan polimorf PVDF karena adanya BNT pada matriks membran juga mempengaruhi rentang suhu pelelehan. Data menunjukkan terjadinya penurunan rentang suhu pelelehan, dan ini mengindikasikan semakin homogen jenis fasa PVDF yang terbentuk pada matriks membran. Detail keberadaan fasa polimorf PVDF pada proses pelelehan dibahas pada hasil dekonvolusi DSC masing-masing sampel.



**Gambar 4.** Termogram DSC serbuk PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT.



**Gambar 5.** Dekonvolusi termogram DSC membran (a) PVDF/BNT0, (a) PVDF/BNT1, (c) PVDF/BNT5.

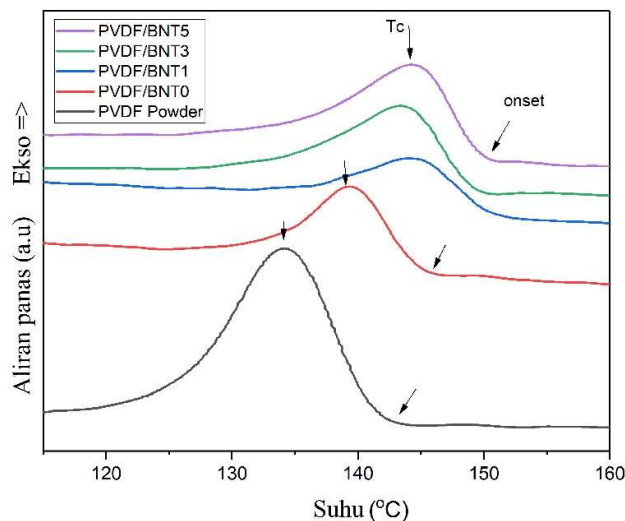
Analisis komprehensif data DSC proses pelelehan dilakukan dengan dekonvolusi data dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 5. Data menunjukkan adanya perbedaan pola pelelehan pada serbuk PVDF, membran PVDF tanpa BNT dan membran hibrida PVDF/BNT. Dekonvolusi termogram DSC serbuk PVDF dan membran PVDF tanpa BNT tersusun atas empat puncak. Sementara itu, pada membran hibrida PVDF/BNT diperoleh tiga puncak pada penambahan BNT 1% b/b dan dua puncak untuk penambahan BNT 3% dan 5% b/b. Dengan adanya BNT pada larutan cetak mengakibatkan adanya reorientasi struktur PVDF di permukaan aluminosilika lempung saat terjadinya nukelasi (Zhang *et al.*, 2012). Proses tersebut mengakibatkan PVDF yang terbentuk relatif seragam sehingga menghasilkan titik leleh dengan rentang lebih kecil dan tidak diperoleh punggungan pasca Tm. Fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF diketahui memiliki titik leleh yang relatif berdekatan (Ruan *et al.*, 2018; Tao *et al.*, 2013), oleh karena itu pada penelitian ini pun diperoleh puncak yang relatif bertumpang tindih, namun pada membran PVDF tanpa BNT munculnya punggungan pasca Tm berhubungan dengan pelelehan segmen  $\beta$  PVDF.

Proses kristalisasi polimer PVDF dipengaruhi oleh pelarut, kondisi koagulan dan zat yang ditambahkan (Ike *et al.*, 2017; Tao *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2012). Kristalinitas relatif dari masing-masing matriks PVDF yang terbentuk pada membran dapat diketahui dari total perubahan entalpi pelelehannya dan dibandingkan dengan entalpi 100% kristalin PVDF yaitu sebesar 104,7 J/g (Marega and Marigo, 2003). Data entalpi pelelehan dan persen kristalinitas (Xc) ditunjukkan pada Tabel 1. Data menunjukkan kristalinitas membran lebih kecil dibandingkan dengan serbuk PVDF. Kristalisasi matriks PVDF pada membran terjadi pada proses koagulasi dalam inversi fasa. Larutan polimer yang bersuhu kurang lebih 50 °C didinginkan mendadak pada suhu koagulan 25 °C, sehingga polimer PVDF cenderung terbentuk fasa amorf. Variasi konsentrasi BNT mempengaruhi kristalinitas membran dan semakin besar konsentrasi BNT menghasilkan kristalinitas yang semakin tinggi pula. Seperti dijelaskan sebelumnya, keberadaan BNT membantu mengarahkan struktur PVDF pada proses kristalisasi, sehingga dengan makin tingginya BNT kristalinitas PVDF pada matriks membran makin besar pula.

**Tabel 1.** Data entalpi pelelehan dan kristalinitas PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT.

Sampel	$\Delta H_m$ (J/g)	Xc (%)
PVDF powder	39,65	37,87
PVDF/BNT0%	18,21	17,39
PVDF/BNT1%	17,50	16,71
PVDF/BNT3%	20,44	19,52
PVDF/BNT5%	27,09	25,87

Analisis lanjut dilakukan pada proses kristalisasi pasca pelelehan dengan DSC dan termogram DSC ditunjukkan pada Gambar 6. Proses kristalisasi terjadi saat sampel didinginkan setelah melalui tahapan pelelehan, dan ditandai dengan puncak eksotermik pada termogram DSC. Gambar 6 menunjukkan bahwa polimer PVDF mengalami kristalisasi pada proses pendinginan dan penambahan BNT mengakibatkan proses kristalisasi terjadi lebih awal atau pada suhu yang lebih tinggi. Dari data diperoleh titik onset membran hibrida PVDF BNT 5% b/b terjadi pada 150 °C, sementara pada sampel serbuk polimer diperoleh onset kristalisasi pada 143 °C.



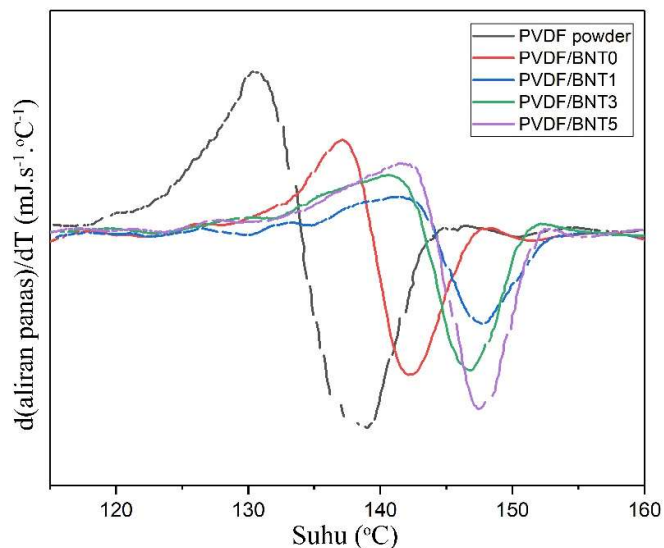
**Gambar 6.** DSC termogram kristalisasi serbuk PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT

Nilai titik puncak kristalisasi ( $T_c$ ) berbeda cukup besar antara serbuk PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT, yaitu diperoleh  $T_c$  untuk serbuk PVDF, membran hibrida BNT 0% dan 5 % b/b berturut-turut pada 134 °C, 139 °C dan 144 °C. Dari data diperoleh perbedaan  $T_c$  mencapai 10 derajat Celsius antara sampel serbuk polimer PVDF dan membran hibrida dengan BNT 5% b/b. Data termogram DSC kristalisasi menunjukkan bahwa polimer PVDF terkrustalisasi secara isothermal atau terjadi pada suhu yang sama baik fasa  $\alpha$  maupun  $\beta$ -PVD untuk tiap jenis sampel uji. Hal ini ditunjukkan dengan pola puncak yang serempak dan tidak dihasilkan punggung. Kristalisasi pada PVDF dipengaruhi oleh kecepatan pendinginan (Pérez *et al.*, 2020), pada kecepatan yang sama PVDF dan relatif tinggi cenderung mengalami kristalisasi isothermal, namun pada kecepatan yang lebih rendah proses kristalisasi akan terjadi non-isothermal (Liu *et al.*, 1997).

Pada penelitian ini, proses pendinginan dilakukan secara otomatis oleh alat yaitu sekitar 30 derajat/menit dan tidak divariasikan pada kecepatan yang lebih rendah, sehingga kristalisasi terjadi secara iso-thermal (Pérez *et al.*, 2020). Kecepatan pendinginan yang tinggi mengakibatkan proses relaksasi segmen polimer tidak terjadi sehingga cenderung terbentuk satu jenis kristal, sementara pada pendinginan dengan kecepatan lebih rendah proses relaksasi segmen polimer memungkinkan terjadi dan struktur polimorf fasa  $\alpha$  dan  $\beta$ -PVDF dapat terbentuk pada suhu yang berbeda.

Analisis perubahan aliran panas pembentukan kristal PVDF terhadap suhu pendinginan dilakukan dengan menurunkan data aliran panas terhadap suhu ( $T$ ) dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 7. Sampel serbuk PVDF menghasilkan intensitas nilai yang lebih tinggi dibandingkan membran hibrida PVDF/BNT. Hasil intensitas lebih tinggi diperoleh pada membran PVDF BNT0 dan 5% dibandingkan pada penambahan 1 dan 3% b/b. Hal ini menunjukkan bahwa dalam proses kristalisasi serbuk PVDF dan membran PVDF tanpa BNT melepaskan energi yang lebih besar untuk setiap 1 atau memiliki kapasitas kalor ( $C_p$ ). Penambahan BNT yang cukup besar berdampak pula pada pelepasan energi tersebut, dan hal ini berkorelasi dengan kristalinitas matriks PVDF. Dari data tampak bahwa dalam proses pendinginan, tanpa adanya BNT polimorf fasa  $\alpha$  dan  $\beta$ -PVDF terkrustalkan lebih baik dari lelehannya. Membran hibrida dengan penambahan lempung menunjukkan peningkatan intensitas dengan semakin besar konsentrasi BNT. Hal ini menunjukkan pada konsentrasi rendah, tolakan polar - non polar antara PVDF dan BNT masih terjadi sehingga kemampuan kristalisasi PVDF menurun, namun dengan semakin besarnya konsentrasi

BNT justru membantu mengarahkan struktur dan meningkatkan kembali pembentukan kristal PVDF khususnya fasa  $\beta$ -PVDF yang lebih bersifat polar.



**Gambar 7.** Perubahan aliran panas terhadap suhu pada kristalisasi serbuk PVDF dan membran hibrida PVDF/BNT.

#### KESIMPULAN

Membran hibrida PVDF/BNT telah berhasil dibuat menggunakan metode inversi fasa, dan dianalisis struktur serta sifat termalnya. Analisis struktur menunjukkan bahwa membran yang dihasilkan tersusun atas campuran fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF yang dikonfirmasi oleh data XRD dan ATR-FTIR pada puncak khas masing-masing fasa. Analisis termal dengan DSC memberikan informasi pelelehan dan kristalisasi PVDF yang dipengaruhi oleh keberadaan BNT dan pembentukan fasa  $\alpha$ -PVDF dan  $\beta$ -PVDF. Data menunjukkan bahwa keberadaan BNT yang menginduksi pembentukan fasa  $\beta$ -PVDF menurunkan titik leleh membrane dibandingkan dengan PVDF serbuk yang tersusun oleh fasa  $\alpha$ -PVDF. Sehingga, adanya BNT pada larutan cetak membantu meningkatkan kristalinitas membran PVDF, yang didominasi oleh segmen fasa  $\beta$ -PVDF yang relatif polar di permukaannya. Analisis DSC menunjukkan kinerja yang baik dalam analisis komprehensif sifat kristal PVDF pada matriks membran yang terbentuk dari proses inversi fasa maupun proses kristalisasi pasca lelehannya.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada KK Kimia Fisika dan Anorganik FMIPA ITB untuk fasilitas laboratorium dan penggunaan alat ATR-FTIR. Ucapan terima kasih juga kami sampaikan kepada LPPM UNS atas support finansial melalui Hibah Grup Riset 2020 No. 452/UN27.21/PN/2020.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadian-Alam, L., and Mahdavi, H., 2018. Preparation and Characterization of PVDF-Based Blend Membranes as Polymer Electrolyte Membranes in Fuel Cells: Study of Factor Affecting The Proton Conductivity Behavior. *Polymers for Advanced Technologies* 29, 2287–2299. doi: 10.1002/pat.4340.
- Bai, H., Wang, X., Zhou, Y. and Zhang, L., 2012. Preparation and Characterization of Poly (Vinylidene Fluoride) Composite Membranes Blended with Nano-Crystalline Cellulose. *Progress in Natural Science: Materials International* 22(3), 250-257. doi: 10.1016/j.pnsc.2012.04.011.
- Cai, X., Lei, T., Sun, D., and Lin, L., 2017. A Critical Analysis of the  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$  Phases in Poly(Vinylidene Fluoride) Using FTIR. *RSC Advances* 7(25), 15382–15389. doi: 10.1039/c7ra01267e.
- Cui, Z., Hassankiadeh, N.T., Zhuang, Y., Drioli, E. and Lee, Y.M., 2015. Crystalline Polymorphism in Poly (Vinylidene fluoride) Membranes. *Progress in Polymer Science* 51, 94-126. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2015.07.007.

- Fadaei, A., Salimi, A., and Mirzataheri, M., 2014. Structural Elucidation of Morphology and Performance of the PVDF/PEG Membrane. *Journal of Polymer Research* 21(9), 545. doi: 10.1007/s10965-014-0545-x.
- Ike, I. A., Zhang, J., Groth, A., Orbell, J. D., and Duke, M., 2017. Effects of Dissolution Conditions on the Properties of PVDF Ultrafiltration Membranes. *Ultrasonics Sonochemistry* 39, 716–726. doi: 10.1016/j.ultsonch.2017.05.041.
- Lai, C. Y., Groth, A., Gray, S., and Duke, M., 2015. Impact of Casting Conditions on PVDF / nanoclay Nanocomposite Membrane Properties. *Chemical Engineering Journal* 267, 73–85. doi: 10.1016/j.cej.2014.12.036.
- Lee, T. H., Lee, M. Y., Lee, H. D., Roh, J. S., Kim, H. W., and Park, H. B., 2017. Highly Porous Carbon Nanotube/Polysulfone Nanocomposite Supports for High-Flux Polyamide Reverse Osmosis Membranes. *Journal of Membrane Science* 539, 441–450. doi: 10.1016/j.memsci.2017.06.027.
- Liu, Z., Maréchal, P., and Jérôme, R., 1997. Melting and Crystallization of Poly(Vinylidene Fluoride) Blended with Polyamide 6. *Polymer* 38(20), 5149–5153. doi: 10.1016/S0032-3861(97)00047-5.
- Marega, C., and Marigo, A., 2003. Influence of Annealing and Chain Defects on the Melting Behaviour of Poly(Vinylidene Fluoride). *European Polymer Journal* 39(8), 1713–1720. doi: 10.1016/S0014-3057(03)00062-4.
- Park, J. W., Wycisk, R., and Pintauro, P. N., 2015. Nafion/PVDF Nanofiber Composite Membranes for Regenerative Hydrogen/Bromine Fuel Cells. *Journal of Membrane Science*, 490, 103–112. doi: 10.1016/j.memsci.2015.04.044.
- Pérez, E., Angulo, I., Blázquez-Blázquez, E., and Cerrada, M. L., 2020. Characteristics of the Non-Isothermal and Isothermal Crystallization for the  $\beta$  Polymorph in PVDF by Fast Scanning Calorimetry. *Polymers* 12(11), 1–17. doi: 10.3390/polym12112708.
- Polisetti, V., and Ray, P., 2021. Nano SiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub> Embedded Polyacrylonitrile/Polyvinylidene Fluoride Ultrafiltration Membranes: Improvement in Flux and Antifouling Properties. *Journal of Applied Polymer Science* 138(1), 1–21. doi: 10.1002/app.49606.
- Pramono, E., Alfiansyah, R., Ahdiat, M., Wahyuningrum, D., and Radiman, C. L., 2019. Hydrophilic Poly(Vinylidene Fluoride)/Bentonite Hybrid Membranes for Microfiltration of Dyes. *Materials Research Express* 6, 105376. doi: 10.1088/2053-1591/ab42e9.
- Ruan, L., Yao, X., Chang, Y., Zhou, L., Qin, G., and Zhang, X., 2018. Properties and Applications of the  $\beta$  Phase Poly(Vinylidene Fluoride). *Polymers* 10(3), 1–27. doi: 10.3390/polym10030228.
- Santos, W. N. dos, Iguchi, C. Y., and Gregorio, R., 2008. Thermal Properties of Poly(Vinylidene Fluoride) in the Temperature Range from 25 to 210°C. *Polymer Testing* 27(2), 204–208. doi: 10.1016/j.polymertesting.2007.10.005.
- Seraji, S. M., and Guo, Q., 2020. Polymorphism and Crystallization in Poly(Vinylidene Fluoride)/ Poly( $\epsilon$ -Caprolactone)–Block–Poly(Dimethylsiloxane)–Block–Poly( $\epsilon$ -Caprolactone) Blends. *Polymer International* 69(2), 173–183. doi: 10.1002/pi.5933.
- Tao, M. mi, Liu, F., Ma, B. rong, and Xue, L. xin., 2013. Effect of Solvent Power on PVDF Membrane Polymorphism During Phase Inversion. *Desalination* 316, 137–145. doi: 10.1016/j.desal.2013.02.005.
- Tsonos, C., Pandis, C., Soin, N., Sakellari, D., Myrovali, E., Kriptou, S., Kanapitsas, A., and Siores, E., 2015. Multifunctional Nanocomposites of Poly(Vinylidene Fluoride) Reinforced by Carbon Nanotubes and Magnetite Nanoparticles. *Express Polymer Letters* 9(12), 1104–1118. doi: 10.3144/expresspolymlett.2015.99.
- Yuan, X. S., Guo, Z. Y., Geng, H. Z., Rhen, D. S., Wang, L., Yuan, X. T., and Li, J., 2019. Enhanced Performance of Conductive Polysulfone/MWCNT/PANI Ultrafiltration Membrane in an Online Fouling Monitoring Application. *Journal of Membrane Science* 575, 160–169. doi: 10.1016/j.memsci.2019.01.010
- Zhang, Y. Y., Jiang, S. L., Yu, Y., Xiong, G., Zhang, Q. F., and Guang, G. Z., 2012. Phase Transformation Mechanisms and Piezoelectric Properties of Poly(Vinylidene Fluoride)/Montmorillonite Composite. *Journal of Applied Polymer Science* 123(5), 2595–2600. doi: 10.1002/app.34431.
- Zheng, J., He, A., Li, J., and Han, C. C., 2007. Polymorphism Control of Poly(Vinylidene Fluoride) Through Electrospinning. *Macromolecular Rapid Communications* 28(22), 2159–2162. doi: 10.1002/marc.200700544.
- Zhu, J., Zhou, S., Li, M., Xue, A., Zhao, Y., Peng, W., and Xing, W., 2020. PVDF Mixed Matrix Ultrafiltration Membrane Incorporated with Deformed Rebar-like Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>–Palygorskite Nanocomposites to Enhance Strength and Antifouling Properties. *Journal of Membrane Science* 612, 118467. doi: 10.1016/j.memsci.2020.118467.