

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat Penelitian

Preparasi dan uji konduktivitas serta uji kinerja material konduktor ionik menggunakan analisis IS dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi FT-IR dan TG-DTA dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Gedung JICA lantai 5, Jln. Dr. Setiabudi No. 229 Bandung.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1

##### Alat:

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah peralatan gelas, lumpang alu, *magnetic stirrer*, alat pembuat pelet, cawan krus, tang krus, oven, tungku listrik (Uchida, IMF-72). Untuk keperluan analisis digunakan alat simultan analisis termal (TG-DTA, SETARAM Setsys TG-DTA 16) dan *Fourier Transform Infra Red* (Shimadzu, FTIR 8400).

##### 3.2.2

##### Bahan:

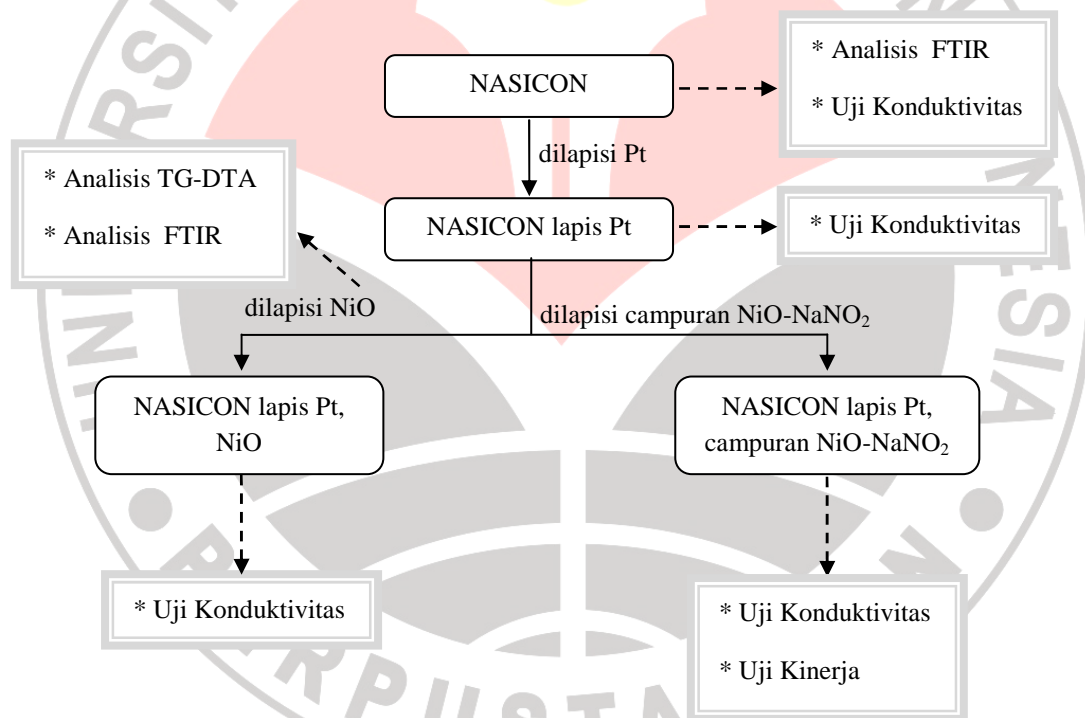
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  p.a (Aldrich),  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  p.a (Aldrich),  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , p.a, Asam Sitrat p.a,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  p.a,  $\text{NaNO}_2$  p.a, Pt p.a, Minyak Terpentin,  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  p.a, dan Aquabides.

## 3.3

## Metode

## Penelitian

Secara garis besar penelitian ini di bagi menjadi tiga tahap, yaitu preparasi, karakterisasi, dan pengujian sensor. Gambar 3.1 menunjukkan skema tahapan umum penelitian. Pembuatan NASICON dilakukan dengan menerapkan metode yang diuraikan pada penelitian sebelumnya oleh Restiana, (2008), Gultom, (2009), dan Nanga, (2010).



Gambar 3.1 Skema Tahapan Umum Penelitian

## 3.4

## Tahapan

## Penelitian

## 3.4.1

## Preparasi

## dan Karakterisasi Material Konduktor Ionik NASICON

Sebanyak 1.832 gram  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , 0.862 gram  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , dan 4.832 gram  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  (perbandingan molar 2:1:2) dilarutkan masing-masing ke dalam 50 mL aquabides. Larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  ditambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  sehingga campuran tersebut kemudian ditambah asam sitrat dengan konsentrasi 6 M.

Campuran yang dihasilkan selanjutnya distirer selama 10 menit sehingga diperoleh sol yang stabil. Sol kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 16 jam sehingga diperoleh *xerogel* (gel kering). *Xerogel* yang dihasilkan dibuat pelet dengan tekanan 60 Psi. Pelet yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu  $750^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Pelet hasil kalsinasi pertama digerus dan dibuat pelet, kemudian dikalsinasi kembali pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 3 jam sehingga diperoleh material konduktor ionik.

Pada tahap karakterisasi, material hasil sintesis dianalisis menggunakan FT-IR yang berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi pada material hasil sintesis. Analisis FT-IR pada sintesis NASICON ini dilakukan pada material hasil kalsinasi  $1000^\circ\text{C}$ .

#### **3.4.2 Preparasi dan Karakterisasi Elektroda Pelengkap NiO**

Sejumlah  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam aquadest, diaduk dengan magnetic stirrer, dan diuapkan di hot plate. Kemudian endapan yang diperoleh dipindahkan ke wadah alumina dan dikalsinasi pada  $800^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Serbuk yang dihasilkan ditambahkan etanol dan dikeringkan pada  $80^\circ\text{C}$ .

Untuk mengetahui terjadinya pembentukan NiO maka dianalisis menggunakan TG-DTA dan untuk mengetahui gugus fungsi dari sampel serbuk NiO diperiksa dengan analisis FT-IR. Analisis TG-DTA dilakukan pada endapan

hasil penguapan larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Analisis FT-IR dilakukan pada serbuk NiO hasil akhir pengeringan pada  $80^\circ\text{C}$ .

Serbuk NiO yang sudah didapat kemudian dicampurkan dengan minyak terpentin agar terbentuk pasta NiO.

### 3.4.3 Preparasi Elektroda Kerja Campuran NiO- $\text{NaNO}_2$

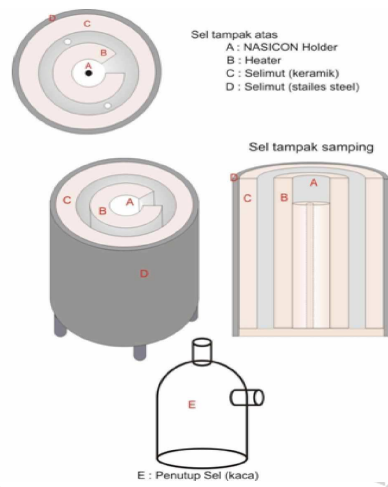
Sejumlah serbuk NiO dicampurkan dengan sejumlah serbuk  $\text{NaNO}_2$ , kemudian dicampur dengan minyak terpentin agar terbentuk pasta NiO- $\text{NaNO}_2$ .

### 3.4.4 Uji Konduktivitas

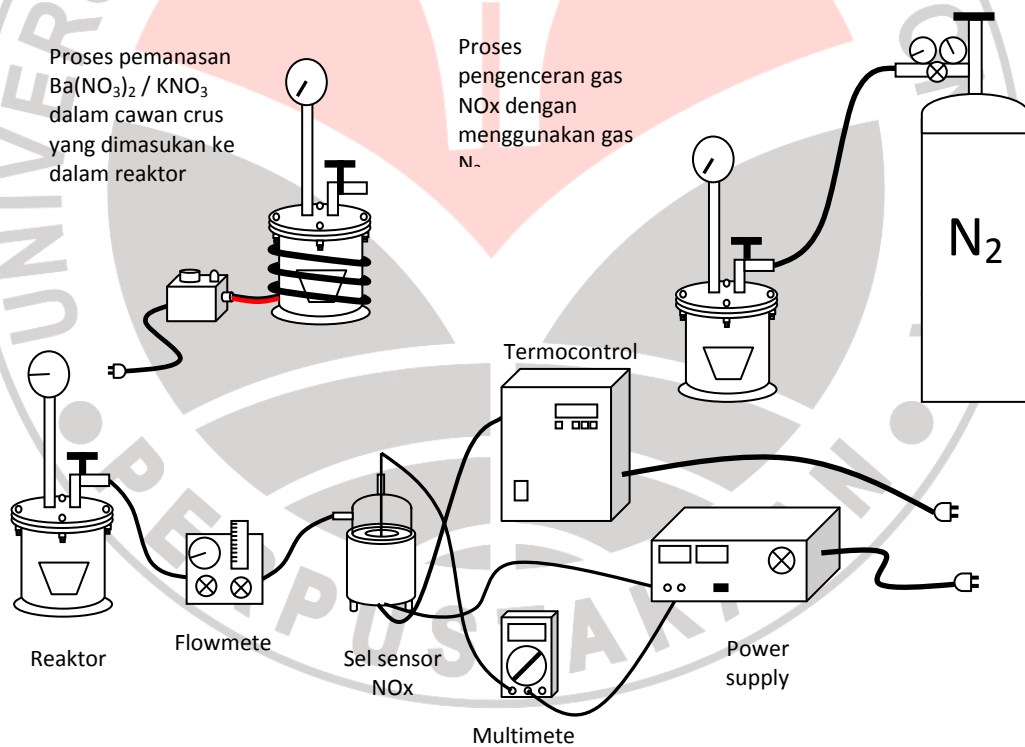
Pada uji konduktivitas, NASICON tanpa pelapisan, NASICON yang telah dilapisi Pt, NASICON yang telah dilapisi Pt dan dilapisi kembali dengan NiO, dan NASICON yang telah dilapisi Pt dan dilapisi kembali dengan campuran NiO- $\text{NaNO}_2$ , masing-masing dimasukkan ke dalam alat uji kemudian dipanaskan hingga suhu  $350^\circ\text{C}$ . Setelah itu dicatat nilai arus yang didapat selama 2 menit.

### 3.4.5 Uji Kinerja Sel Sensor

Pada uji kinerja, permukaan NASICON yang sudah dilapisi Pt dan campuran NiO- $\text{NaNO}_2$  dimasukkan ke dalam alat uji lalu dipanaskan hingga suhu  $350^\circ\text{C}$  kemudian dialiri gas  $\text{NO}_2$  yang berasal dari hasil pemanasan  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ . Selain dengan pengaliran gas  $\text{NO}_2$ , dilakukan juga dalam keadaan atmosphere dan hanya dialiri gas  $\text{N}_2$ . Respon dari NASICON terhadap gas yang dialirkan dapat terlihat dari adanya peningkatan nilai arus. Pengaliran dilakukan selama 2 menit. Gambar 3.2 menunjukkan skema alat IS dan Gambar 3.3 menunjukkan skema alat pengujian konduktivitas dan kinerja sel sensor.



**Gambar 3.2** Skema Alat IS



**Gambar 3.3** Skema Alat Pengujian Konduktivitas dan Kinerja Sel Sensor