

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian mengenai material konduktor ionik ini dilaksanakan di laboratorium Riset (*Research Laboratory*) Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi FT-IR dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen, karakterisasi IS dan uji kinerja dilakukan di laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Gedung JICA lantai 5, Jl. Dr. Setiabudhi No. 229 Bandung. Karakterisasi XRD dilaksanakan di laboratorium Kimia Material Program Studi Material Sains, Program Pasca Sarjana UI Jakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam preparasi material konduktor ionik ini diantaranya:

- peralatan gelas,
- lumpang alu,
- *magnetic stirrer*,
- alat pembuat pelet,
- cawan crus,
- tungku (Uchida, IMF-72),
- alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400),
- X-ray difraktometer, dan
- set alat pengukur konduktifitas

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Na_2SiO_3 p.a (Aldrich),
- $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ p.a (Aldrich),
- $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$,
- Asam Sitrat p.a (Merck),
- NaNO_2 p.a,
- $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ p.a,
- Aquades, dan
- Fiber keramik

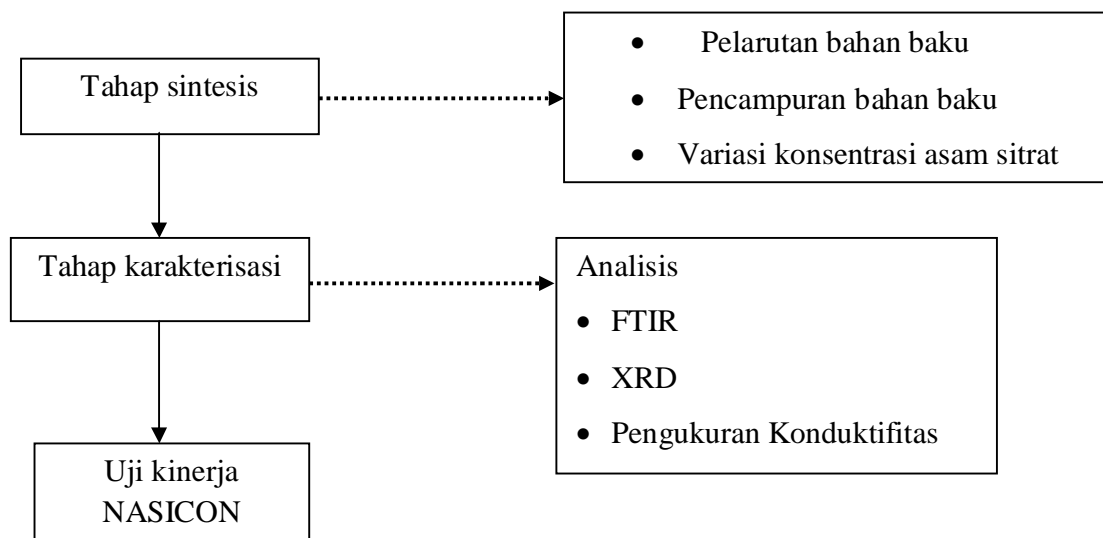
3.3 Desain Penelitian

Secara garis besar penelitian ini dibagi menjadi tiga tahap yaitu:

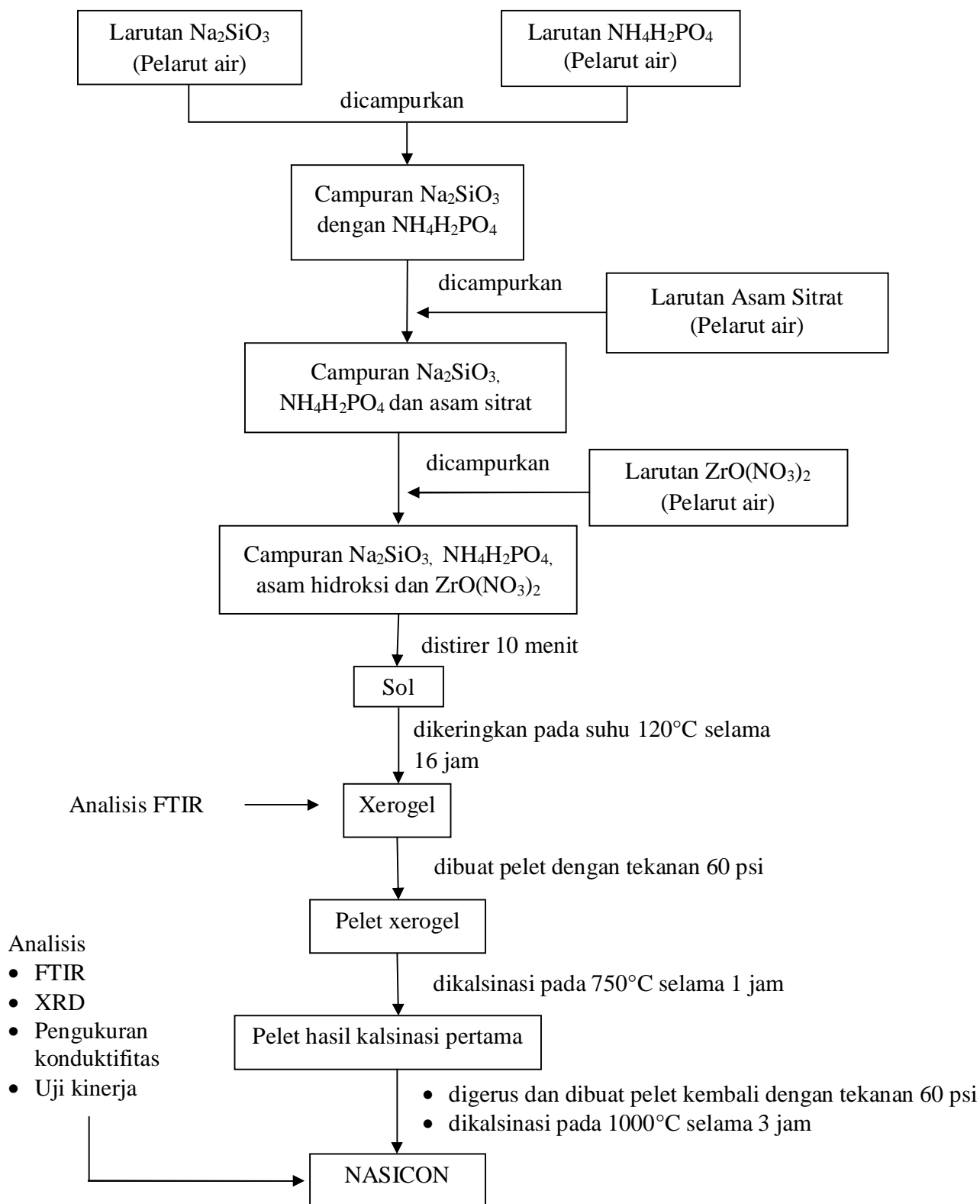
1. Tahap sintesis material konduktor ionik
2. Tahap karakterisasi material konduktor ionik
3. Tahap uji kinerja material konduktor ionik

Pada tahap sintesis semua bahan yang dibutuhkan untuk sintesis NASICON dilarutkan dalam air dengan perbandingan molar 2:1:2:3 untuk natrium silikat (Na_2SiO_3), ammonium dihidrogen fosfat ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), zirkonil nitrat ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$) dan asam sitrat. Tahap selanjutnya dilakukan pencampuran bahan-bahan yang sudah dilarutkan, pada proses pencampuran ini dilakukan variasi konsentrasi asam sitrat. Pada tahap karakterisasi, material hasil sintesis dianalisis menggunakan FTIR, XRD, dan IS serta tahap akhir adalah uji kinerja NASICON. Dalam bentuk skema tahap penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.1. Secara lebih rinci, tahap sintesis dan

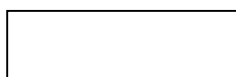
karakterisasi ditunjukkan pada Gambar 3.2 sedangkan tahap uji kinerja NASICON ditunjukkan pada Gambar 3.3.

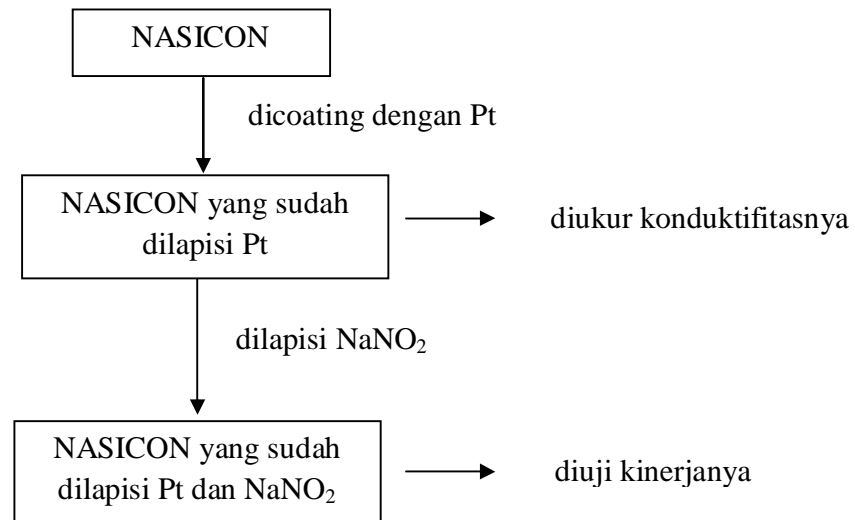


Gambar 3.1 Tahapan umum penelitian



Gambar 3.2 Tahap sintesis dan tahap karakterisasi





Gambar 3.3 Tahap uji kinerja NASICON

3.3.1 Langkah Kerja

3.3.1.1 Tahap Sintesis Material Konduktor Ionik

Sebanyak 1.708 gram Na_2SiO_3 , 0.868 gram $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, dan 3.486 gram $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ (perbandingan molar 2:1:2) dilarutkan masing-masing ke dalam 50 mL aquades dan setiap larutan dibuat lima buah. Ke dalam setiap larutan Na_2SiO_3 ditambahkan larutan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ sehingga diperoleh lima campuran (Campuran A-E). Campuran tersebut kemudian ditambah asam sitrat dengan konsentrasi yang bervariasi. Variasi konsentrasi asam sitrat yang digunakan diperlihatkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Variasi konsentrasi asam sitrat yang digunakan pada preparasi material konduktor ionik

Jenis Campuran	Konsentrasi asam sitrat (Molar)
A	0.420
B	0.560
C	0.700
D	0.840
E	0.980

Campuran A-E yang dihasilkan distirer selama 10 menit sehingga diperoleh sol A-E. Langkah selanjutnya sol A-E yang telah diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 14 jam sehingga diperoleh gel A-E, jika gel ini dikeringkan kembali maka akan diperoleh *xerogel* (gel kering) A-E. Setiap *xerogel* yang dihasilkan dibuat pelet dengan massa *xerogel* 0,8 gram dan tekanan 60 psi. Pelet yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu 750°C selama 1 jam. Pelet hasil kalsinasi pertama digerus dan dibuat pelet kembali, kemudian dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 3 jam sehingga diperoleh material konduktor ionik.

3.3.1.2 Tahap Karakterisasi Material Konduktor Ionik

Pada tahap karakterisasi ini *xerogel*, pelet hasil kalsinasi pertama dan material konduktor ionik yang dihasilkan dianalisis FT-IR. Analisis XRD dilakukan pada

semua konduktor ionik yang dihasilkan dan analisis IS dilakukan pada sampel konduktor ionik dengan konsentrasi asam sitrat 3 M, 4 M, dan 5 M.

Tujuan berbagai analisis yang dilakukan pada sampel adalah sebagai berikut.

- Analisis FTIR

Analisis ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada NASICON serta mengetahui pengaruh variasi konsentrasi asam sitrat pada proses sintesis material konduktor ionik.

- Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui pola difraksi sinar-X NASICON hasil sintesis. Hasil analisis ini kemudian dibandingkan dengan pola difraksi NASICON dari literatur.

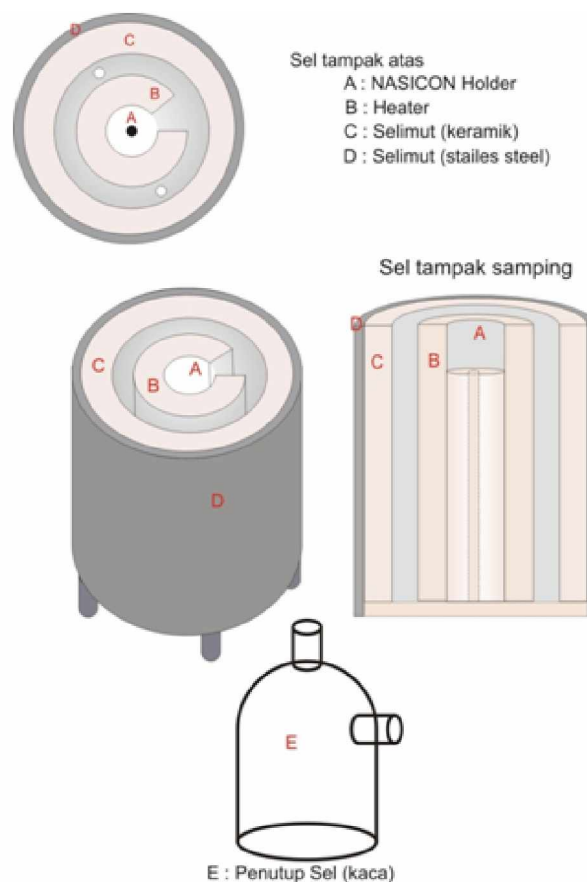
- Pengukuran konduktifitas

Dilakukan untuk mengetahui nilai konduktifitas dari material konduktor ionik yang dihasilkan. Konduktifitas dinyatakan sebagai banyaknya arus listrik yang dapat dihantarkan oleh suatu zat dalam satuan luas.

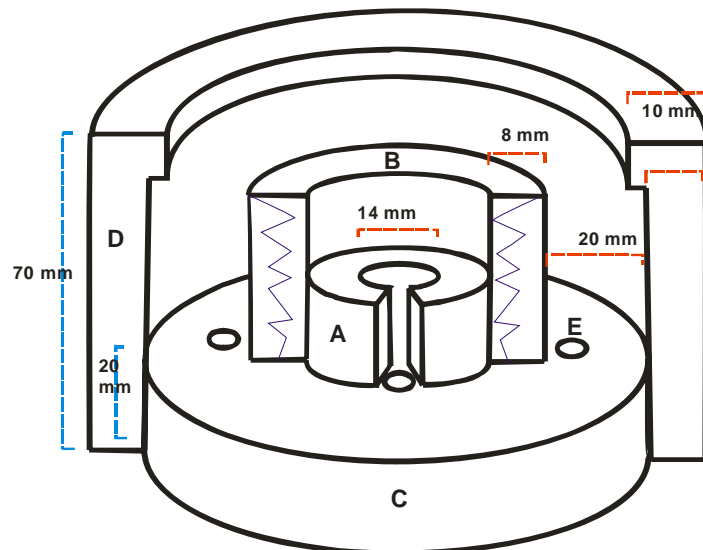
3.3.1.3 Uji Kinerja NASICON

Sebelum dilakukan uji kinerja NASICON, terlebih dahulu dilakukan pengukuran nilai konduktifitas. Pada pengukuran konduktifitas ini NASICON dilapisi dengan Pt dan pengukuran dilakukan pada suhu 150°C, 175°C, 200°C, 225°C, 250°C, 275°C, 300°C, 325°C, 350°C, 375°C dan 400°C. Setelah nilai konduktifitas

NASICON diketahui langkah selanjutnya adalah menguji respon NASICON terhadap gas NO_x yang dialirkan. Pada uji kinerja ini NASICON yang sudah dilapisi Pt dilapisi lagi dengan NaNO_2 sebagai fasa pendukung. NASICON yang sudah dilapisi Pt dan NaNO_2 dimasukkan ke dalam alat uji kemudian dialiri gas NO_2 dari hasil pemanasan $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Respon dari NASICON terhadap gas yang dialirkan dapat terlihat dari adanya peningkatan nilai arus. Skema bagian-bagian alat pengukur konduktifitas dan uji kinerja diperlihatkan pada Gambar 3.4 dan Gambar 3.5.



Gambar 3.4 Skema bagian-bagian rancangan Sel



Gambar 3.5 Penampang lintang rancangan sel sensor A : Tempat sampel, B : pemanas, C : Alas, D : Selimut, E : Lubang gas keluar)