

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Tahapan Penelitian dan karakterisasi FT-IR dilaksanakan di Laboratorium Riset (*Research Laboratory*) dan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia, FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia (UPI), Gedung JICA lantai 5, Jl. Dr. Setiabudhi No. 229 Bandung. Sedangkan analisis TG-DTA di Laboratorium Pengujian Balai Besar Keramik Bandung, dan analisis XRD di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cawan krus, tang krus, lumpang dan alu, serta peralatan gelas lainnya. Selain itu juga digunakan tungku listrik (Uchida, IMF-72), *Fourier Transform Infrared* (SHIMADZU, FT-IR-8400), *Impedance Spectroscopy* (IS), *Thermogravimetry-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA, SETSYS-1750), dan *X-Ray Diffraction* (XRD-Philips X'Pert).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ p.a
2. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ p.a
3. MgO
4. Aseton
5. HNO_3 p.a
6. Asam Sitrat p.a

3.3 Tahapan Penelitian

3.3.1 Preparasi Material Sensor dari Campuran MgO, ZrO_2 , dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

Secara garis besar penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap yaitu konversi bahan baku, analisis FTIR, preparasi (dengan cara sintering/reaksi padat-padat) dengan menggunakan dua aditif yang berbeda, yakni asam sitrat dan asam nitrat, analisis IS, analisis TG-DTA, dan analisis XRD .

1. Konversi bahan baku

Bahan baku $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ p.a dikonversi terlebih dahulu untuk memperoleh zirkonium oksida sebagai material awal reaksi pembentukan MZP. Konversi ini dilakukan melalui proses dekomposisi termal.

2. Analisis FT-IR

Analisis FT-IR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat dalam bahan baku dan campuran, serta untuk mengetahui perubahan

apa yang terjadi terhadap ikatan akibatnya adanya perlakuan yang berbeda-beda terhadap sampel.

3. Preparasi Material Sensor

Pada proses ini ZrO_2 dicampurkan dengan MgO dan $NH_4H_2PO_4$. Zat tersebut dicampurkan dengan perbandingan mol antara $Mg:Zr:PO_4$ berturut-turut 1:4:6 kemudian digerus. Campuran hasil penggerusan dipeletkan secara berulang sebanyak tiga kali sebelum disintering pada suhu $1200^\circ C$.

4. Analisis IS

Analisis IS dilakukan untuk mengukur nilai konduktifitas material hasil preparasi.

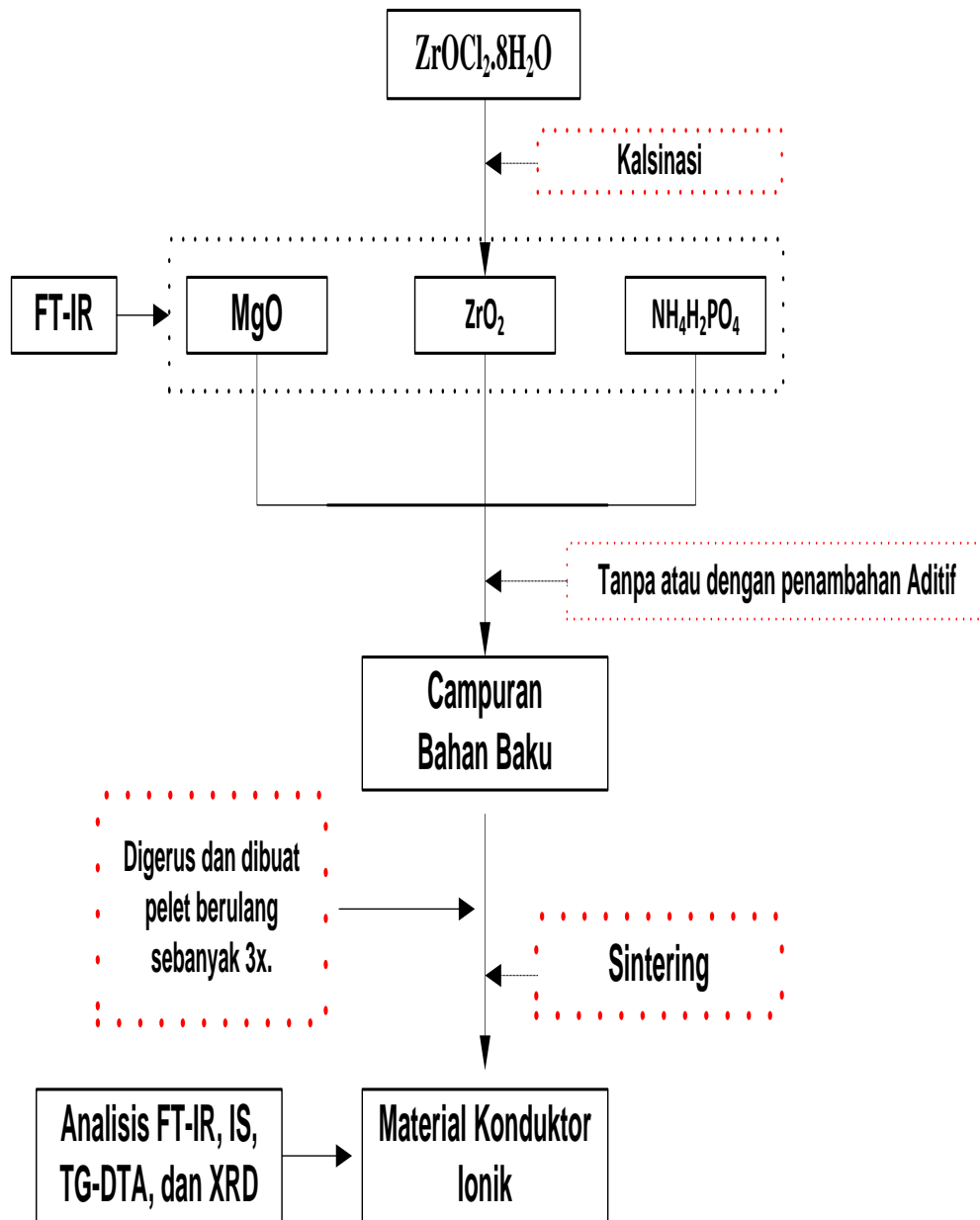
5. Analisis TG-DTA

Analisis TG-DTA dilakukan untuk mengetahui sifat termal dari material hasil preparasi.

6. Analisis XRD

Analisis difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi kristal dengan mengukur pola difraksi pada daerah sudut difraksi (2θ) tertentu, yang dapat memberikan keterangan tentang struktur kristal secara spesifik.

Adapun bagan tahapan eksperimen disajikan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Tahapan Eksperimen Preparasi Campuran MgO, ZrO₂, dan NH₄H₂PO₄

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Konduktor Ionik MZP

3.4.1.1. Konversi Bahan Baku

Zirkonil nitrat oktahidrat ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) 10,0 g dikonversi menjadi ZrO_2 dengan cara dipanaskan pada suhu 500°C selama dua jam dan ditimbang.

3.4.1.2 Preparasi Sintesis MZP

Sebanyak 0,1 g magnesium oksida dicampurkan dengan 1,222 g zirkonium oksida, dan amonium dihidrogen fosfat 1,711 g. Campuran tersebut digerus dalam lumpang alu selama 30 menit. Ke dalam campuran tersebut 10 ml aseton, kemudian diaduk selama 5 menit. Campuran tersebut dikeringkan lalu dibuat pelet secara berulang tiga kali berturut-turut. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

3.4.1.3 Variasi Penambahan HNO_3

Sebanyak 0,1 g magnesium oksida dicampurkan dengan 1,222 g zirkonium oksida, dan amonium dihidrogen fosfat 1,711 g. Campuran tersebut digerus dalam lumpang alu selama 30 menit. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan 1 ml HNO_3 dan 10 ml aseton, kemudian diaduk selama 5 menit. Campuran tersebut dikeringkan lalu dibuat pelet secara berulang tiga kali berturut-turut. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

3.4.1.4 Variasi Penambahan Larutan Asam Sitrat 3M

Sebanyak 0,1 g magnesium oksida dicampurkan dengan 1,222 g zirkonium oksida, dan amonium dihidrogen fosfat 1,711 g. Campuran tersebut

digerus dalam lumpang alu selama 30 menit. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan 1 ml Asam Sitrat 3M dan 10 ml aseton, kemudian diaduk selama 5 menit. Campuran tersebut dikeringkan lalu dibuat pelet secara berulang tiga kali berturut-turut. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

3.4.1.5 Variasi Penambahan Padatan Asam Sitrat 3M

Sebanyak 0,1 g magnesium oksida dicampurkan dengan 1,222 g zirkonium oksida, dan amonium dihidrogen fosfat 1,711 g. Campuran tersebut digerus dalam lumpang alu selama 30 menit. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan 0,576 gr Asam Sitrat dan 10 ml aseton, kemudian diaduk selama 5 menit. Campuran tersebut dikeringkan lalu dibuat pelet secara berulang tiga kali berturut-turut. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

3.4.2 Uji Karakterisasi Konduktor Ionik MZP

3.4.2.1. FTIR

Sampel digerus bersama-sama dengan suatu halida anorganik yang memiliki ikatan ionik sehingga tidak akan menyerap sinar inframerah karena tidak ada vibrasi molekul di dalamnya. Contoh senyawa tersebut adalah NaCl atau KBr. Pada penelitian ini akan menggunakan senyawa KBr. Setelah digerus hingga bercampur sempurna, kemudian dipres pada tekanan 8 hingga 20 ton per satuan luas menjadi cakram tipis atau pelet. Kemudian pelet tersebut dimasukkan ke dalam susunan alat dan kemudian siap ditembak oleh sinar inframerah.

Seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila mereka menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses terkuantisasi. Hanya frekuensi tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul.

Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) dari ikatan kovalen pada kebanyakan molekul. Dalam proses penyerapan maka energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan molekul. Namun demikian, perlu diketahui bahwa tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi inframerah, meskipun frekuensi tetap sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang memiliki momen dipol yang dapat menyerap radiasi inframerah.

3.4.2.2 Difraksi Sinar X (XRD)

Sampel dihaluskan terlebih dahulu menggunakan mortar secara perlahan-lahan. Sampel yang telah halus dicetak pada tempat sample kemudian dimasukkan dalam pusat silinder sinar-X. Kemudian dikenai sinar-X sehingga terjadi difraksi. Difraksi sinar-X dengan XRD Philips X'Pert dengan kondisi kerja sebagai berikut:

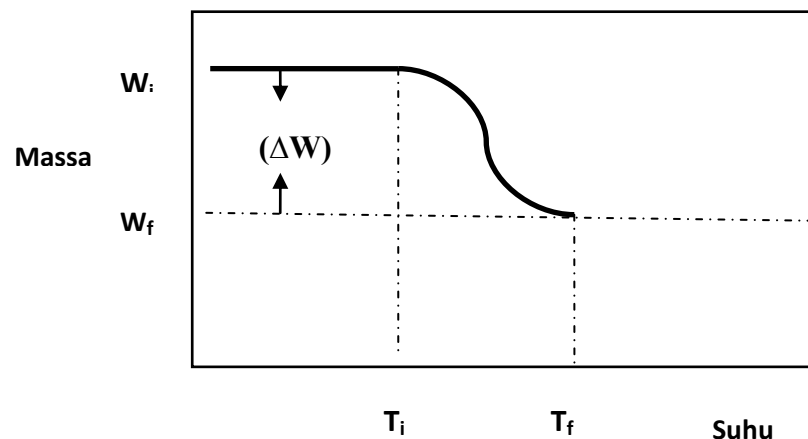
Tabel 3.1 Kondisi Kerja XRD (Difrakstometer sinar-X)

No.	Parameter Instrumen	Kondisi Kerja
1	Sudut difraksi	4°-70°
2	Detector Arm	High
3	Acceleration Voltage	40 kV
4	Filament Current	40 mA
5	Radiation	CuK α radiation ($\lambda=1,5406\text{\AA}$)

Analisis pola difraksi sinar-X pada MZP dilakukan dengan cara membandingkan sudut difraksi 2θ pada MZP dengan sudut difraksi 2θ standar. Jika harga diantara puncak-puncak difraksi MZP dan standar relatif sama yaitu memberikan harga 2θ dengan simpangan maksimal $\pm 0,01$ maka puncak-puncak tersebut dihasilkan dari bidang difraksi yang sama (Cillity, 1978).

3.4.2.3 TG-DTA

Sampel yang digunakan pada pengujian thermogravimetri, dengan berat 54,6 mg milligram, dipanaskan pada laju konstan, berkisar antara $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$, disimpan pada krus yang terbuat dari platina, dan dengan atmosfer udara. Massa awal (W_i), massa akhir (W_f), dan perbedaan massanya (ΔW) merupakan data utama sampel dan dapat digunakan untuk penghitungan secara kuantitatif dari perubahan komposisi sampel.



Gambar 3.2 Termogram skematik TGA dari satu tahap reaksi dekomposisi

Pada teknik DTA, suhu sampel dibandingkan dengan material referen inert selama proses perubahan suhu. Suhu sampel dan referen akan sama hingga saat sampel mengalami proses termal seperti pelelehan, dekomposisi, atau perubahan struktur Kristal dimana apabila grafiknya lebih rendah dibandingkan suhu referen

merupakan proses endotermis dan jika grafikanya lebih tinggi dari suhu referen merupakan proses eksotermis (West, 1989).

3.4.3 Uji Konduktifitas MZP

3.4.3.1 Impedansi Spektroskopi (IS)

Pada pengujian konduktifitas menggunakan alat impedansi spektroskopi (IS). Sampel dibuat dalam bentuk pelet, kemudian dilapisi oleh platina atas bawah. Pelet yang telah dilapisi diuji menggunakan IS dengan elektroda perak. Pengujian dilakukan pada rentang suhu 150°C - 300°C , dengan range 25°C . Pada pengujian diukur arus yang dihasilkan dengan AC Ampere. Arus yang terukur dikonversi ke dalam konduktifitas. Nilai konduktifitas menunjukkan seberapa besar suatu zat untuk dapat menghantarkan elektron dan disebut konduktor ionik.



Gambar 3.3 Set Alat Impedansi Spektroskopi (IS)