

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Sintesis dan uji kinerja material konduktor ionik menggunakan analisis IS dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi FT-IR dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Gedung JICA lantai 5, Jln. Dr. Setiabudi No. 229 Bandung. Karakterisasi XRD dilaksanakan di laboratorium Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia di 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 Difraktometer Sinar-X (XRD), *Fourier Transform Infra Red* (Shimadzu, FTIR 8400), *Impedance Spectroscopy* (IS), dan multimeter digital model DT830B.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Na_2SiO_3 p.a (Aldrich),
2. $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ p.a (Aldrich),
3. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, p.a,
4. Asam Sitrat p.a,

5. NaNO_2 p.a,
6. AgCl p.a,
7. KNO_3 p.a,
8. Aquabides.

3.3 Desain Penelitian

Secara garis besar penelitian ini di bagi menjadi tiga tahap, yaitu:

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

Sintesis Material Konduktor Ionik

Pada tahap sintesis semua bahan yang digunakan untuk sintesis NASICON dilarutkan dalam aquabides dengan perbandingan molar natrium silikat (Na_2SiO_3), ammonium dihidrogen fosfat ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), zirkonil klorida ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) adalah 2:1:2. Kemudian dilanjutkan dengan tahap pencampuran bahan-bahan yang telah dilarutkan dengan penambahan asam sitrat.

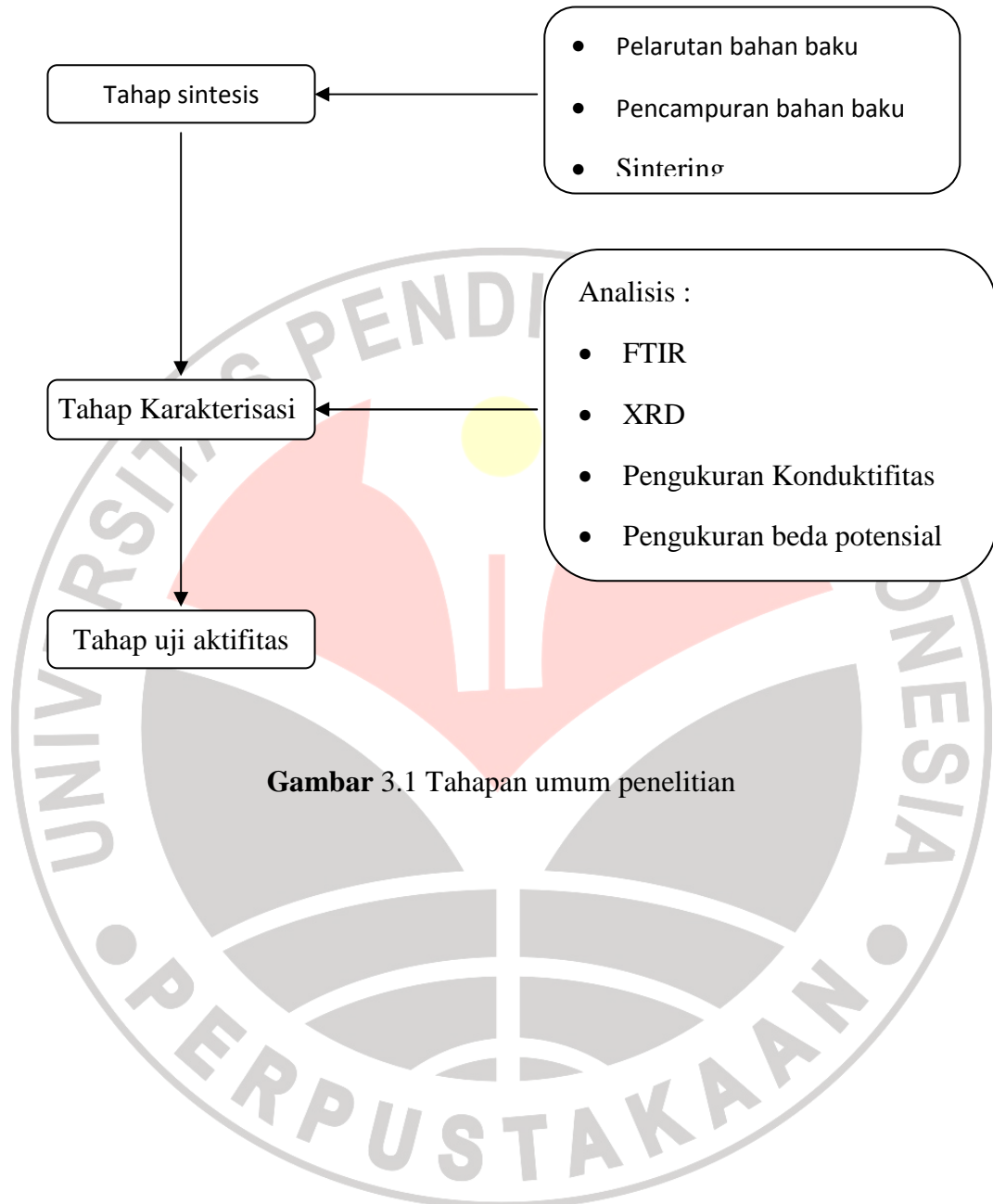
Karakterisasi Material Konduktor Ionik

Pada tahap karakterisasi, material hasil sintesis dianalisis menggunakan FTIR, XRD, dan IS serta tahap akhir adalah uji aktifitas NASICON. Pengukuran beda potensial NASICON yang telah dilapisi dengan Pt / NaNO_3 dan Ag / AgCl dilakukan pada suhu 175°C , 200°C , dan 250°C .

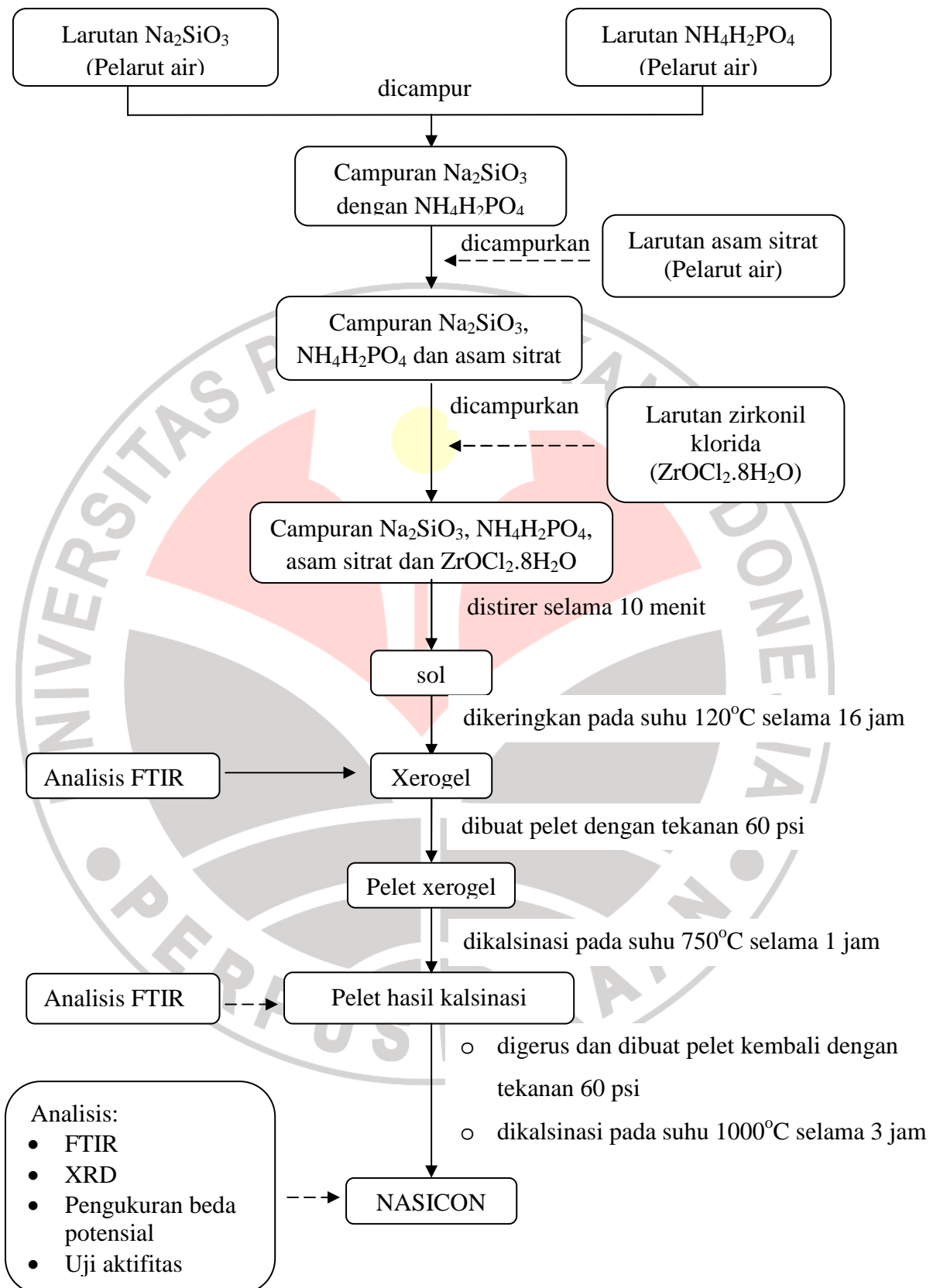
Dalam bentuk skema tahapan umum penelitian ditunjukkan pada Gambar

3.1. Secara lebih rinci, tahap sintesis dan karakterisasi ditunjukkan pada Gambar

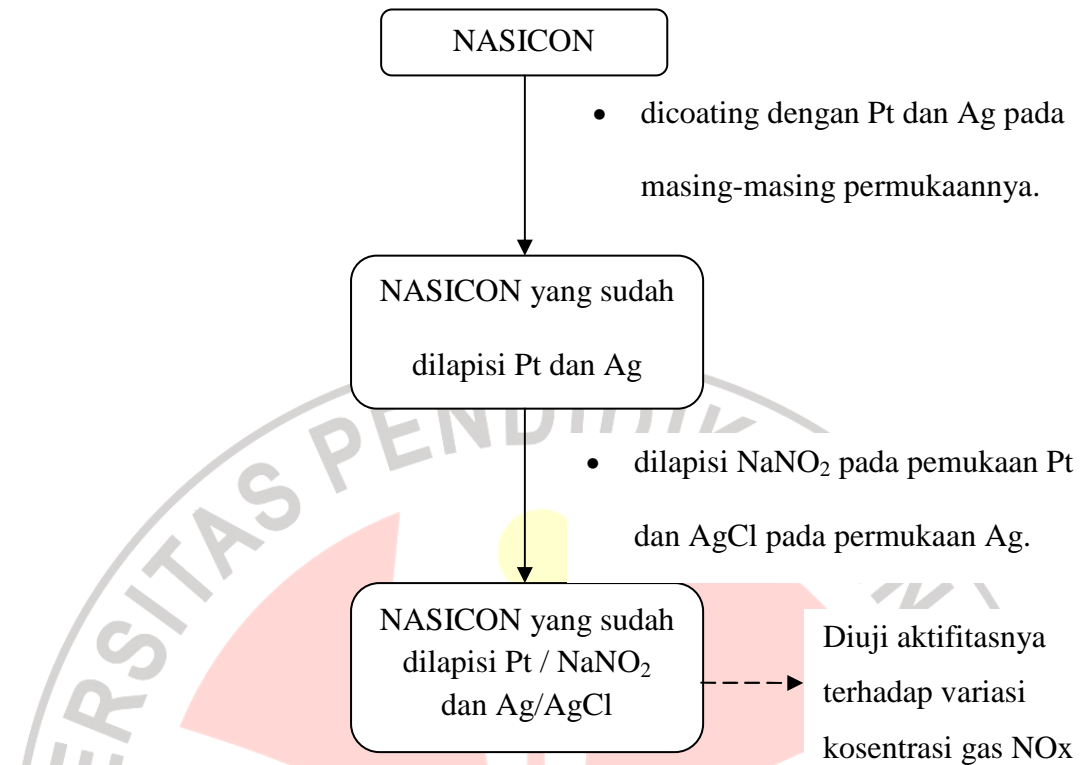
3.2. sedangkan tahap uji aktifitas NASICON ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.1 Tahapan umum penelitian



Gambar 3.2. Tahap Sintesis dan tahap karakterisasi



Gambar 3.3 Tahap uji aktifitas NASICON

Uji Aktifitas NASICON

Pada uji aktifitas ini permukaan NASICON yang sudah dilapisi Pt dilapisi lagi dengan NaNO_2 dan permukaan yang telah dilapisi Ag dilapisi pula dengan AgCl sebagai fasa pendukung. NASICON yang sudah dilapisi Pt / NaNO_2 dan Ag / AgCl dimasukkan ke dalam alat uji kemudian dialiri gas NO_2 yang berasal dari hasil pemanasan KNO_3 . Respon dari NASICON terhadap gas yang dialirkan dapat terlihat dari adanya peningkatan nilai beda potensial.

3.3.1 Langkah Kerja

3.3.1.1 Tahap Sintesis Material Konduktor Ionik

Sebanyak 1.832 gram Na_2SiO_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 Na_2SiO_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°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°C selama 1 jam. Pelet hasil kalsinasi pertama digerus dan dibuat pelet, kemudian dikalsinasi kembali pada suhu 1000°C selama 3 jam sehingga diperoleh material konduktor ionik.

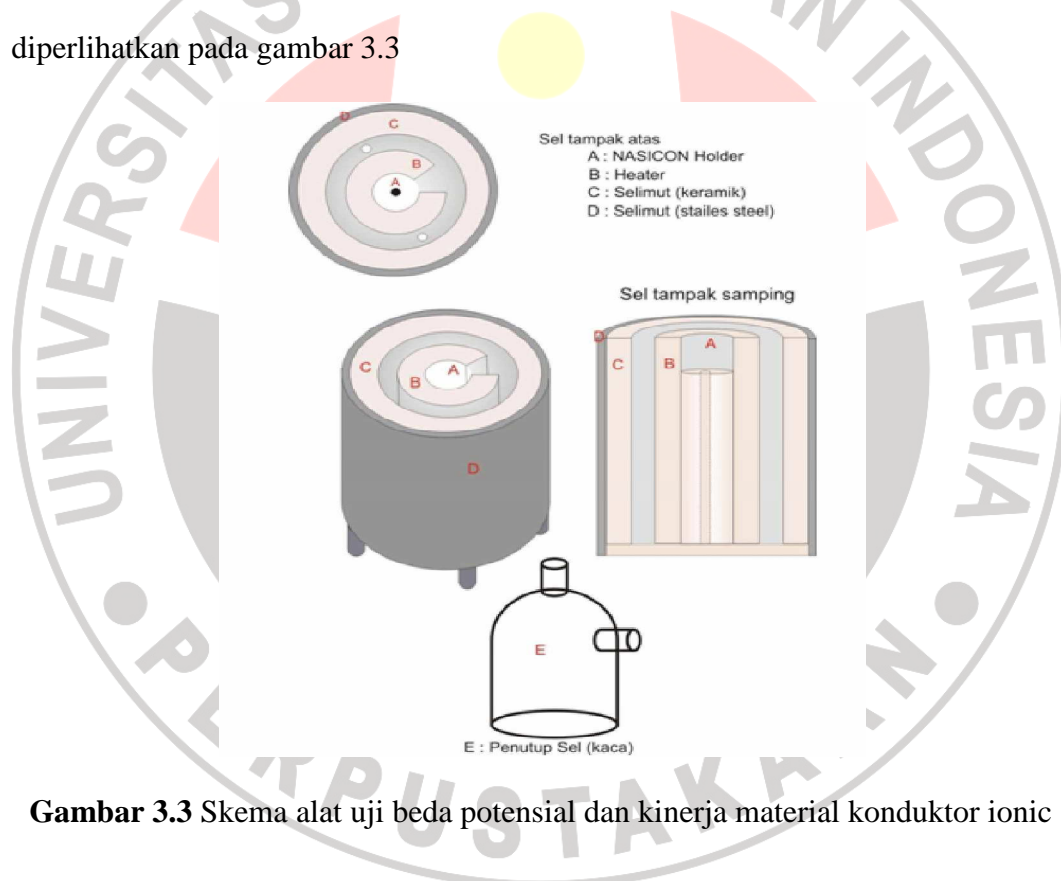
3.3.1.2 Tahap Karakterisasi Material Konduktor Ionik

Pada tahap ini dilakukan uji beda potensial, material konduktor ionik yang dilapisi terlebih dahulu dengan platina pada bagian atasnya dan perak pada bagian bawahnya. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui nilai ΔE yang dihasilkan dari material konduktor ionik yang telah dimodifikasi dengan NaNO_2 , Pt dan Ag, AgCl. Uji beda potensial pada material konduktor ionik yang telah dimodifikasi dilakukan pada suhu 27°C , 200°C , 250°C , dan 300°C .

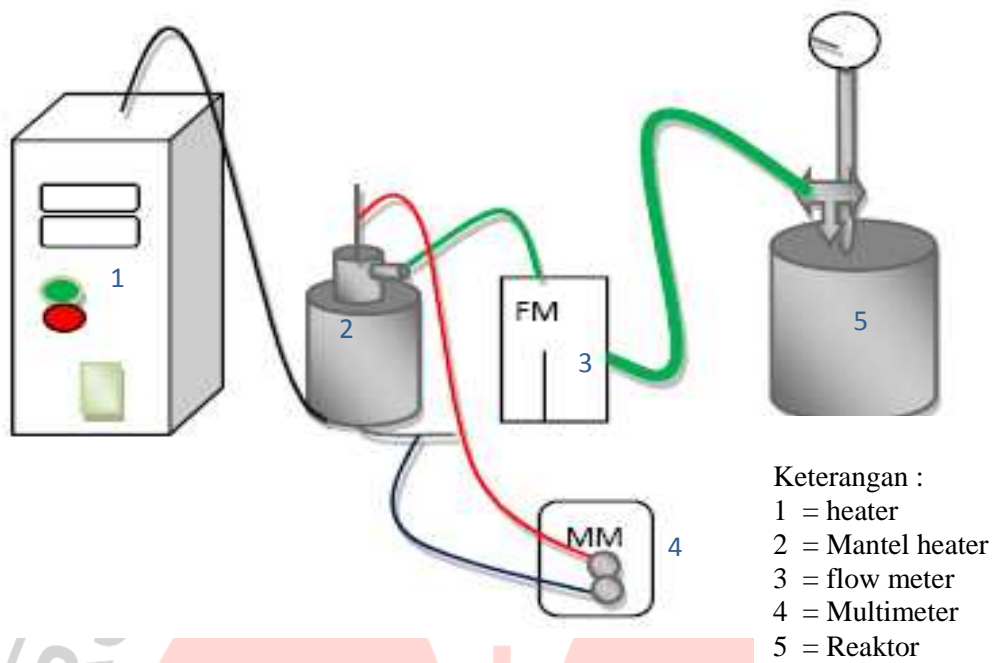
3.3.1.3 Tahap Uji Kinerja Material Konduktor Ionik

Tahap uji kinerja material konduktor ionik yang telah dimodifikasi dalam mendeteksi gas NO_x dilakukan setelah pengukuran nilai beda potensial. Material

konduktor ionik yang telah terlebih dahulu dilapisi dengan platina dilapisi kembali dengan NaNO_2 sebagai fasa pendukung. Sedangkan bagian yang telah dilapisi perak dilapisi kembali dengan AgCl . NASICON yang sudah dilapisi Pt, NaNO_2 dan Ag, AgCl dimasukan ke dalam alat uji kemudian dialiri gas NO_2 yang berasal dari hasil pemanasan KNO_3 . Respon dari NASICON terhadap gas NO_2 yang dialirkan dapat terlihat dari adanya peningkatan nilai beda potensial. Skema bagian-bagian alat pengukur konduktifitas serta dalam mendeteksi gas NO_x diperlihatkan pada gambar 3.3



Gambar 3.3 Skema alat uji beda potensial dan kinerja material konduktor ionik



Gambar 3.4 Skema alat deteksi gas NO_x

