

BAB III

METODE PENELITIAN

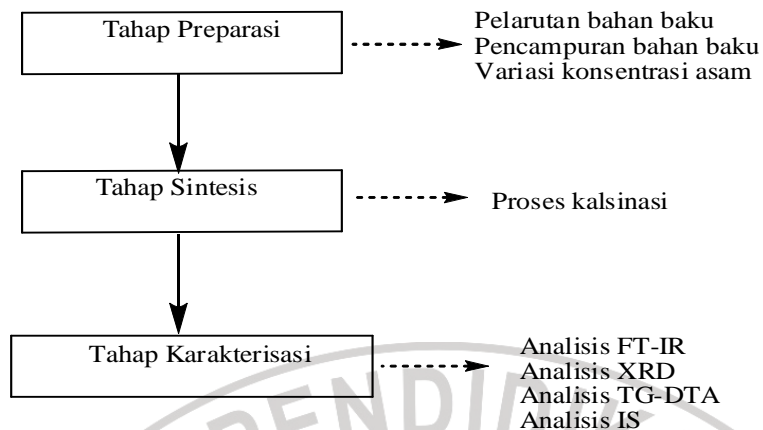
3.1 Tempat Penelitian

Preparasi dan sintesis material konduktor ionik MZP dilaksanakan di Laboratorium Riset (Research Laboratory). Pengukuran karakterisasi FT-IR dilakukan di laboratorium instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, karakterisasi XRD dilakukan di PPPGL, karakterisasi TG-DTA dilakukan di laboratorium Balai Besar Keramik, dan analisis IS dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Gedung JICA lantai 5, Jl. Dr. Setiabudi No. 229 Bandung. Sintering pada suhu tinggi dilakukan di Balai Besar Keramik, Jl. Ahmad Yani Bandung.

3.2 Alur Penelitian

Secara garis besar penelitian ini dibagi menjadi tiga tahap yaitu tahap preparasi material konduktor ionik, tahap sintesis material konduktor ionik, dan tahap karakterisasi material konduktor ionik

Dalam bentuk skema tahap penelitian secara umum ditunjukkan pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Alur penelitian

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : peralatan gelas kimia, stirer, oven, neraca digital, tungku listrik (Uchida, IMF-72), serta alat pembuatan pelet. Untuk tahapan karakterisasi dilakukan analisis FT-IR, XRD, TG-DTA dan spektroskopi impedansi.

3.3.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan adalah :

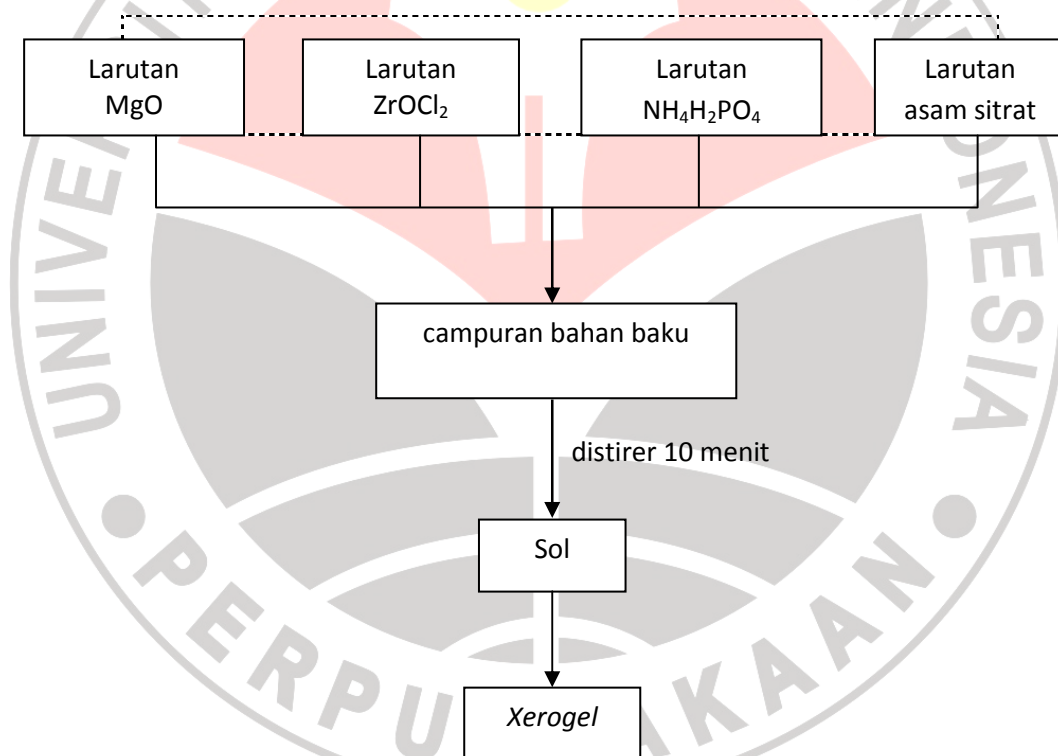
1. $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ p.a
2. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ p.a
3. MgO
4. Asam Sitrat
5. Aquades

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Tahapan Penelitian

3.4.2 Tahap preparasi bahan baku

Pada tahap preparasi bahan baku, semua bahan baku dan zat aditif asam sitrat dilarutkan dengan air sehingga terbentuk sol yang dapat digunakan dalam mensintesis MZP. Setelah itu dilakukan variasi konsentrasi zat aditif asam sitrat yang ditambahkan. Secara umum langkah kerja pada tahap preparasi bahan baku ditunjukkan pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Tahap Preparasi bahan baku

Sebanyak 0,1 gram MgO, 1,725 gram $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dan 3,21 gram ZrOCl_2 dimana perbandingan molarnya 1:4:6 dilarutkan masing-masing dalam 50 mL aquades. Ke dalam setiap larutan MgO ditambahkan larutan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ sehingga diperoleh tiga campuran (campuran 1-3). Masing-masing campuran tersebut

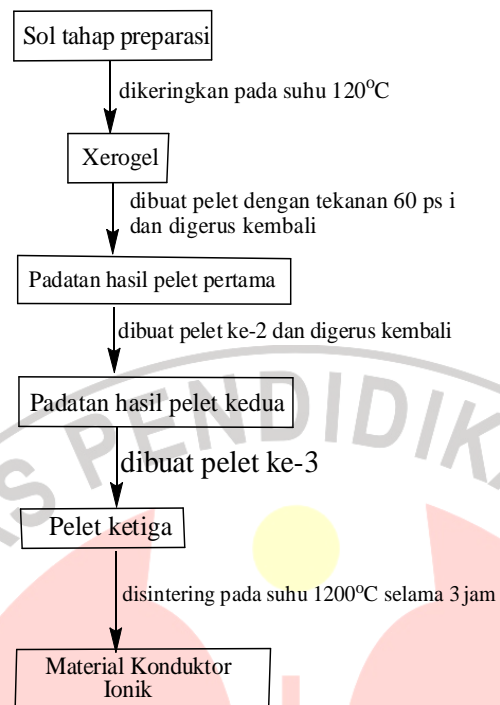
mengalami variasi konsentrasi aditif asam sitrat. Kemudian ditambahkan larutan $ZrOCl_2$ ke dalam masing-masing campuran.

3.4.3 Variasi Konsentrasi Asam sitrat

Pada campuran 1, campuran terlebih dahulu ditambahkan zat aditif asam sitrat 2 M baru kemudian ditambahkan larutan $ZrOCl_2$. Untuk campuran 2, konsentrasi asam sitrat yang digunakan 3 M, sedangkan campuran 3, konsentrasi asam sitratnya 4 M, yang kemudian ditambahkan $ZrOCl_2$. Campuran 1-3 yang dihasilkan distirer selama 10 menit sehingga diperoleh sol 1-3.

3.5 Tahap Sintesis

Campuran bahan baku yang berbentuk cairan dimana terdapat padatan terdispersi di dalamnya disebut sol. Setelah sol yang stabil terbentuk, maka dilakukan tahap sintesis material konduktor ionik. Untuk mensintesis material ini, sol yang diperoleh pada tahap preparasi bahan baku dikeringkan dan disintering. Tahapan proses sintesis tersebut ditunjukkan oleh Gambar 3.3. Suhu kalsinasi diketahui melalui analisis TG-DTA (*Thermo Gravimetric – Differential Thermal Analysis*) yang merujuk pada penelitian sebelumnya. Tujuan dari analisis TG-DTA selain untuk mengetahui suhu kalsinasi adalah untuk mengetahui perubahan massa dan perubahan termal pada pemanasan suatu material, sehingga dapat diketahui perkiraan reaksi dan temperatur terjadinya dekomposisi dari suatu material.



Gambar 3.3 Tahapan proses sintesis

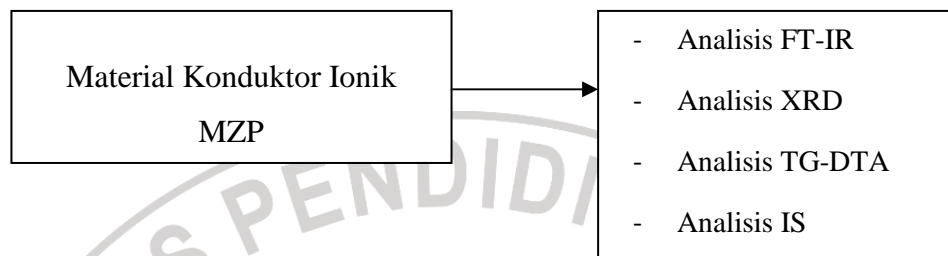
Sol 1-3 yang diperoleh pada tahap preparasi bahan baku dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 120°C. Pemanasan berlangsung kurang lebih 16 jam sehingga diperoleh gel 1-3. Gel adalah padatan yang di dalamnya masih terdapat cairan. Pemanasan berlanjut akan membentuk gel kering (*xerogel* 1-3). Setiap *xerogel* yang dihasilkan dibuat pelet dengan massa *xerogel* 0,8 gram dan tekanan 60 psi. Pelet-pelet tersebut (pelet 1) digerus dan dibuat pelet kembali (pelet 2). Pelet 2 tersebut digerus dan dibuat pelet kembali (pelet 3) yang kemudian disintering pada suhu 1200°C selama 3 jam sehingga diperoleh material konduktor ionik.

3.6 Tahap Karakterisasi

Setelah tahap sintesis, maka dilakukan tahap karakterisasi. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui keberhasilan sintesis dan sifat-sifat material yang

dihasilkan. Karakterisasi yang dilakukan antara lain analisis FT-IR, XRD, TG-DTA, dan IS.

Secara garis besar tahap karakterisasi dapat dilihat pada Gambar 3.4 berikut :



Gambar 3.4 Tahapan karakterisasi

3.6.1 Analisis FT-IR

Prinsip kerja FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) adalah pendeteksian vibrasi ikatan-ikatan yang terdapat pada suatu material. Analisis ini dilakukan pada xerogel dan material yang dihasilkan sehingga dapat diketahui perubahan ikatan yang terjadi dalam proses sintesis material konduktor ionik ini.

3.6.2 Analisis XRD

Untuk mengetahui berhasil tidaknya suatu sintesis ataupun kemurnian sintesis padatan dapat dilakukan analisis XRD (*X-ray diffraction*). Suatu material memiliki pola XRD yang khas, sehingga bila pola difraksi sinar x material yang disintesis dengan pola difraksi sinar x referensi memiliki nilai 2θ yang sama maka dapat dikatakan material yang disintesis tersebut sama dengan material referensi.

3.6.3 Analisis TG-DTA

Analisis TG-DTA bertujuan untuk mengetahui suhu kalsinasi, selain itu untuk mengetahui perubahan massa dan perubahan termal pada pemanasan suatu material, sehingga dapat diketahui perkiraan reaksi dan temperatur terjadinya

dekomposisi dari suatu material. Analisis TG-DTA dilakukan pada material konduktor ionik MZP dengan penambahan aditif asam sitrat 3M.

Massa sampel yang digunakan adalah 50,4 mg. Sampel dipanaskan pada laju konstan 10°C / menit. Atmosfer yang digunakan pada analisis ini adalah atmosfer udara.

3.6.4 Analisis IS

Analisis Impedansi Spektroskopi bertujuan untuk mengetahui konduktifitas material konduktor ionik yang dihasilkan. Analisis IS ini dilakukan pada berbagai suhu, yaitu suhu 150°C , 175°C , 200°C , 225°C , 250°C , 275°C , dan 300°C untuk mengetahui pengaruh suhu analisis terhadap konduktifitas material konduktor ionik berbasis magnesium.



Gambar 3.5 Set alat konduktifitas