

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Preparasi, sintesis material konduktor ionik 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, Jl. Dr. Setiabudi No. 229 Bandung. Karakterisasi XRD dilaksanakan di laboratorium Pusat Penelitian dan Penambangan Geologi Laut Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah peralatan gelas, lumpang alu, *magnetic stirer*, 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), dan *Impedance Spectroscopy* (IS).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Na_2SiO_3 p.a (Aldrich),
2. $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ p.a (Aldrich),

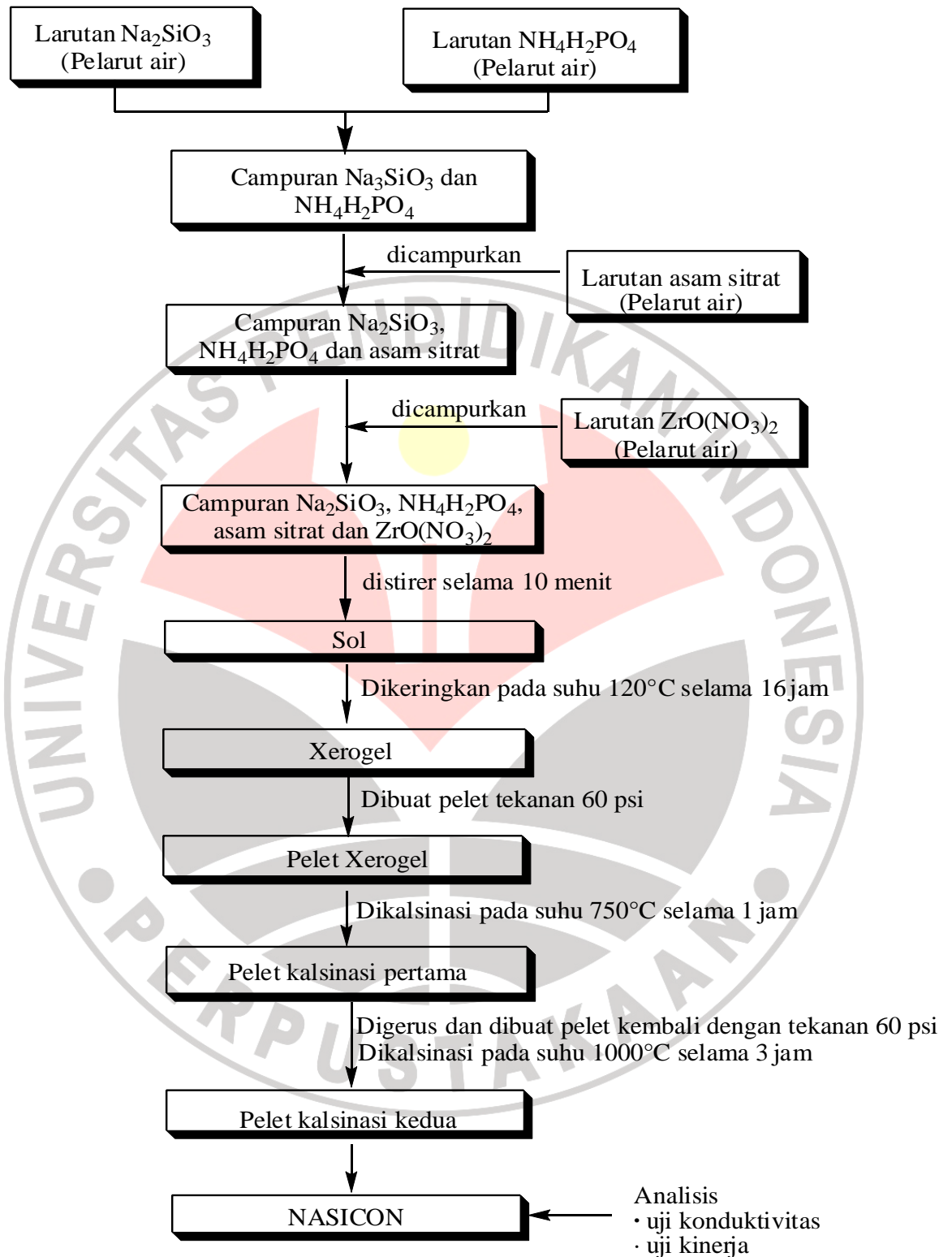
3. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, p.a
4. Asam Sitrat p.a ,
5. NaNO_2 p.a,
6. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ p.a,
7. KNO_3 p.a,
8. Aquabides.

3.3 Desain Penelitian

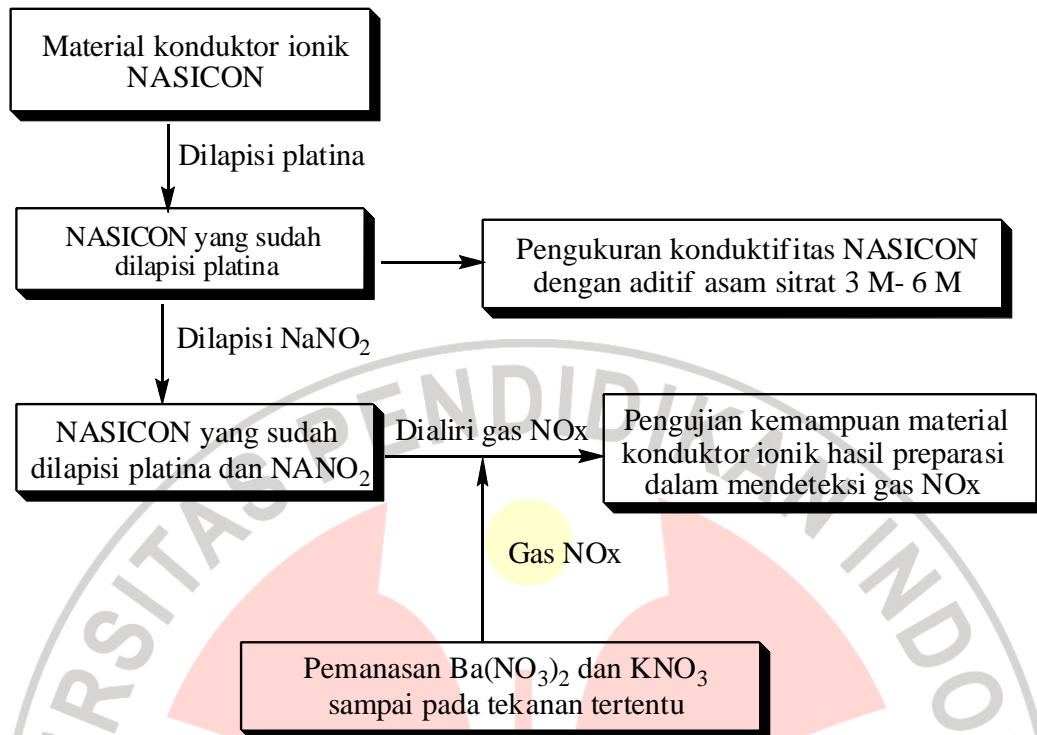
Secara garis besar penelitian ini di bagi menjadi tiga tahap, yaitu:

1. Tahap sintesis material konduktor ionik.
2. Tahap karakterisasi material konduktor ionik.
3. Tahap deteksi gas NO_x oleh material konduktor ionik.

Pada tahap sintesis semua bahan yang dibutuhkan untuk sintesis NASICON untuk natrium silikat (Na_2SiO_3), ammonium dihidrogen fosfat ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), zirkonil nitrat ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$) dilarutkan dalam aquabides dengan perbandingan molar 2:1:2. 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 IS serta tahap akhir adalah uji kinerja NASICON. Secara lebih rinci tahap sintesis dan karakterisasi ditunjukkan pada gambar 3.1. Sedangkan tahap uji kinerja material konduktor ionik ditunjukkan pada gambar 3.2



Gambar 3.1 Tahap sintesis dan karakterisasi material konduktor ionik



Gambar 3.2 Uji kinerja material konduktor ionik 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 aquabides dan setiap larutan dibuat empat buah. Ke dalam setiap larutan Na_2SiO_3 ditambahkan larutan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ sehingga diperoleh empat campuran (Campuran A-D). Campuran tersebut kemudian ditambah asam sitrat dengan konsentrasi yang bervariasi. Variasi konsentrasi asam sitrat dapat dilihat dalam tabel 3.1.

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

Jenis Campuran	Konsentrasi Asam Sitrat (Molar)
A	3
B	4
C	5
D	6

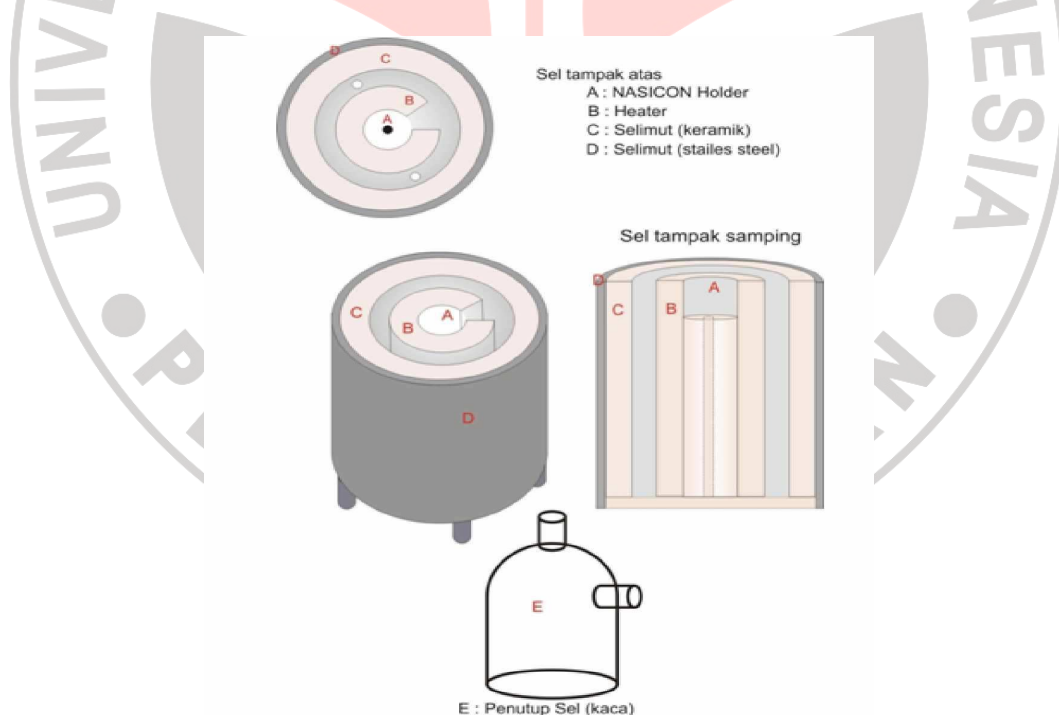
Campuran A-D yang dihasilkan distirer selama 10 menit sehingga diperoleh sol A-D. Selanjutnya sol A-D dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 16 jam sehingga diperoleh *xerogel* (gel kering) A-D. Setiap *xerogel* yang dihasilkan dibuat pelet dengan tekanan 60 Psi. Pelet yang dihasilkan dikalsinasi 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

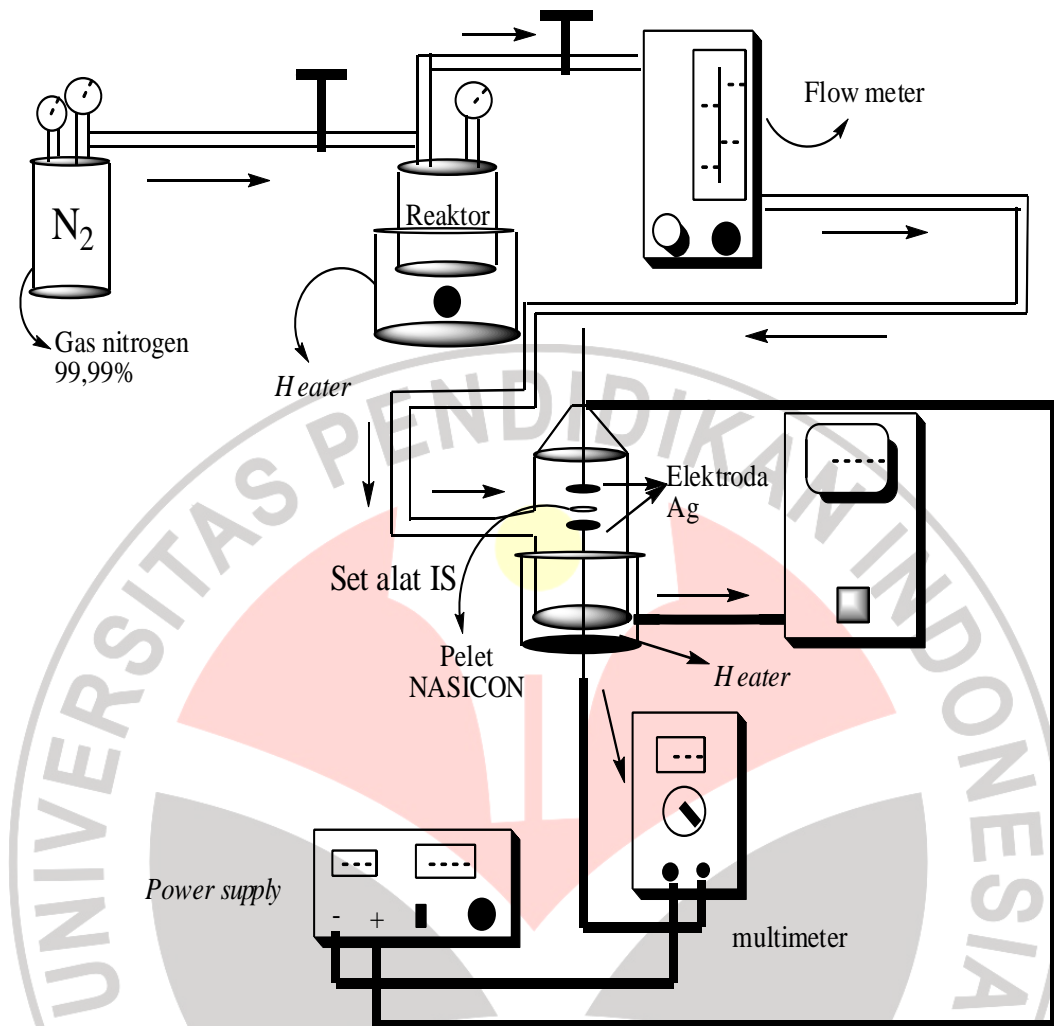
Pada konduktor ionik yang dihasilkan dilakukan uji konduktifitas menggunakan alat IS (*Impedance Spectroscopy*) bertujuan untuk mengetahui nilai konduktifitas dari material konduktor ionik yang dihasilkan. Sebelum dilakukan uji konduktifitas, material konduktor ionik dilapisi terlebih dahulu dengan platina. Uji konduktifitas material konduktor ionik 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.

3.3.1.3 Tahap Uji Kinerja Material Konduktor Ionik

Tahap uji kinerja material konduktor ionik dalam mendeteksi gas NO_x dilakukan setelah pengukuran nilai konduktifitas material konduktor ionik. Material konduktor ionik yang telah terlebih dahulu dilapisi dengan platina dilapisi kembali dengan NaNO₂ sebagai fasa pendukung. NASICON yang sudah dilapisi platina dan NaNO₂ dimasukkan ke dalam alat uji kemudian dialiri gas NO₂ yang berasal dari hasil pemanasan Ba(NO₃)₂ dan pemanasan KNO₃. Respon dari NASICON terhadap gas NO₂ yang dialirkan dapat terlihat dari adanya peningkatan nilai arus. Skema bagian-bagian alat pengukur konduktifitas serta dalam mendeteksi gas NO_x diperlihatkan pada gambar 3.3 dan skema alat deteksi gas NO_x diperlihatkan pada gambar 3.4.



Gambar 3.3 Skema alat uji konduktifitas dan kinerja material konduktor ionik



Gambar 3.4 Skema alat deteksi gas NOx