

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Preparasi dan uji kinerja material konduktor ionik dilakukan menggunakan alat spektroskopi impedansi (IS) di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi FTIR dan TG-DTA 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 Metalurgi, Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah peralatan gelas kimia, 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), *Thermogravimetric-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA), *Impedance Spectroscopy* (IS), dan multimeter digital model DT830B.

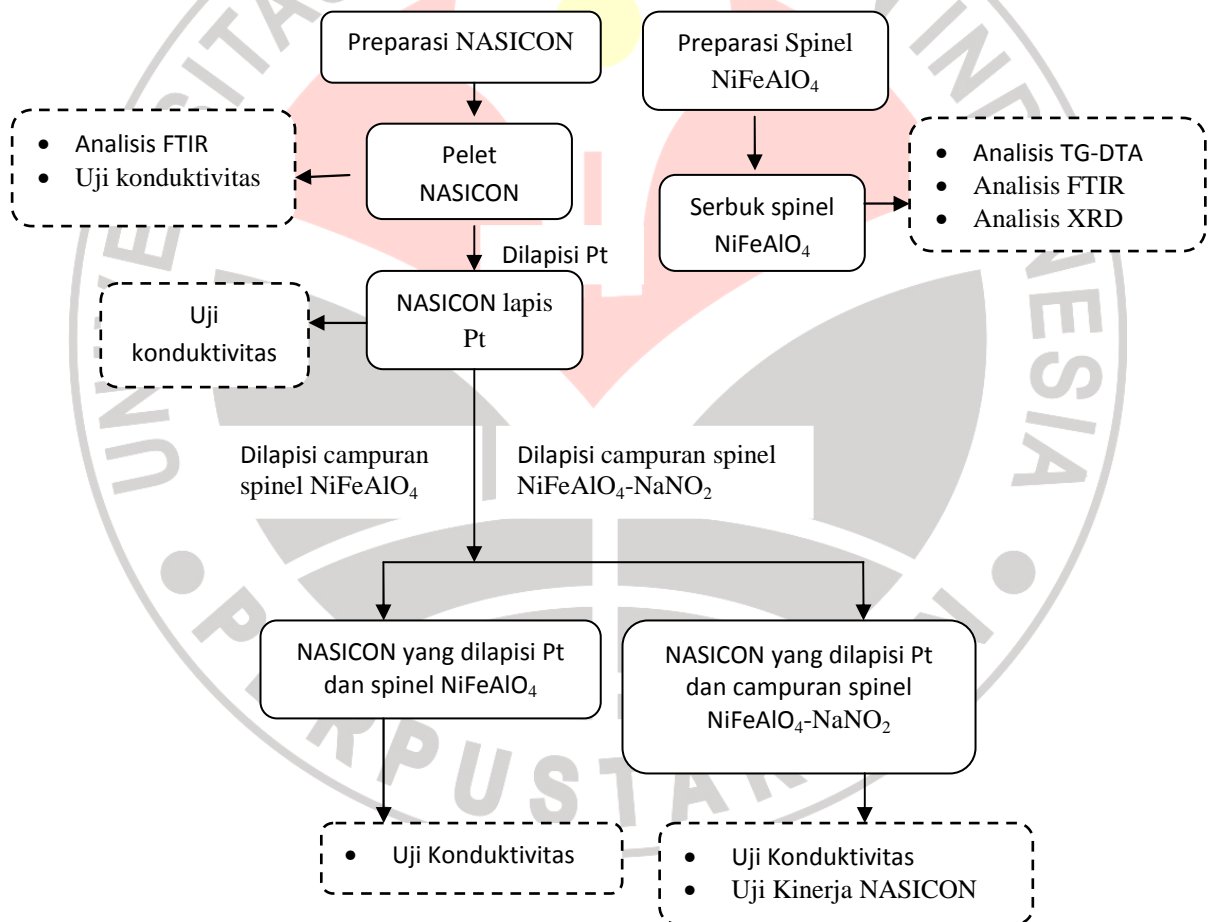
3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian terdiri dari : akuades, akuabides, Na_2SiO_3 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$), $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$,

NaNO_2 , Pt, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, amonia, minyak terpenin, dan indikator pH.

3.3 Desain Penelitian

Penelitian ini terdiri atas menjadi beberapa tahapan, yaitu : preparasi dan karakterisasi material konduktor ionik, elektroda kerja, dan pengujian sensor. Adapun desain penelitian secara umum terdapat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema tahapan umum penelitian

3.4 Langkah Kerja

3.4.1 Tahap Preparasi dan Karakterisasi 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 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ kemudian campuran tersebut ditambah asam sitrat dengan konsentrasi 6 M. Campuran Na_2SiO_3 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, dan asam sitrat kemudian ditambahkan larutan Zirkonil klorida.

Campuran yang dihasilkan selanjutnya distirer selama 10 menit sehingga diperoleh sol yang stabil. Sol kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam sehingga diperoleh *xerogel* (gel kering). *Xerogel* yang dihasilkan dibuat pelet dengan tekanan 60 Psi. Pelet yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu 750°C selama 2 jam. Pelet hasil kalsinasi pertama digerus dan dibuat pelet, kemudian dikalsinasi kembali pada suhu 1000°C selama 3 jam sehingga diperoleh material konduktor ionik NASICON.

Pada tahap karakterisasi material konduktor ionik NASICON digunakan FTIR. Analisis FTIR berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi pada material hasil preparasi yang telah dikalsinasi pada 1000°C .

3.4.2. Tahap Preparasi dan Karakterisasi Elektroda Spinel NiFeAlO_4

Pada tahap preparasi spinel oksida NiFeAlO_4 menggunakan metode sol-gel. Serbuk $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ digunakan sebagai bahan prekursor untuk preparasi produk spinel oksida yang diinginkan. Masing-masing larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$,

dicampurkan. Kemudian campuran tersebut ditambahkan asam sitrat. Campuran tersebut diukur pH-nya. Tambahkan amonia sampai pH larutan tersebut netral, pH=7.

Campuran tersebut kemudian diuapkan. Proses penguapan terjadi sangat lama, karena jumlah air yg volumenya banyak. Campuran tersebut diuapkan sampai larutan tersebut berubah menjadi pasta. Setelah menjadi pasta kemudian dilakukan proses kalsinasi selama 4 jam pada suhu 500°C. Setelah proses kalsinasi, pasta tersebut akan menjadi serbuk seperti abu berwarna hitam.

Pada tahap ini dilakukan analisis TG-DTA pada pasta spinel, tujuannya untuk mengetahui perubahan yang terjadi dari bentuk pasta sampai menjadi serbuk spinel NiFeAlO_4 . Analisis FTIR dan XRD pada serbuk spinel. Analisis FTIR untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada material tersebut, sedangkan XRD untuk mengetahui kisi kristal pada material hasil sintesis.

3.4.3 Tahap Uji Konduktivitas Material Konduktor Ionik

Material konduktor ionik yang dihasilkan dilakukan uji konduktivitas menggunakan alat IS (*Impedance Spectroscopy*). Pengujian konduktivitas ini bertujuan untuk mengetahui nilai konduktivitas dari material konduktor ionik yang dihasilkan. Pada uji konduktivitas ini sampel yang diuji adalah NASICON hasil kalsinasi 1000°C. Pengujian konduktivitas ini dilakukan pada NASICON tanpa dilapisi apapun, NASICON yang telah dilapisi platina, NASICON yang telah dilapisi platina dan spinel NiFeAlO_4 , dan NASICON yang telah dilapisi platina + campuran spinel $\text{NiFeAlO}_4\text{-NaNO}_2$. Konduktivitas dinyatakan sebagai

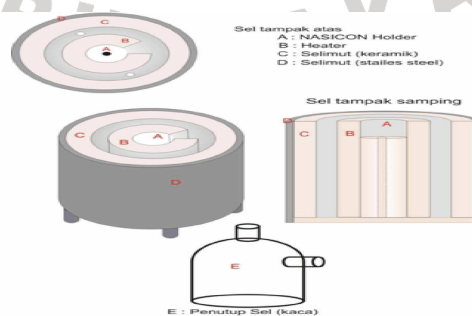
banyaknya arus listrik yang dapat dihantarkan oleh suatu zat. Uji konduktivitas dilakukan pada suhu 350°C.

3.4.4 Tahap Uji Kinerja Sensor

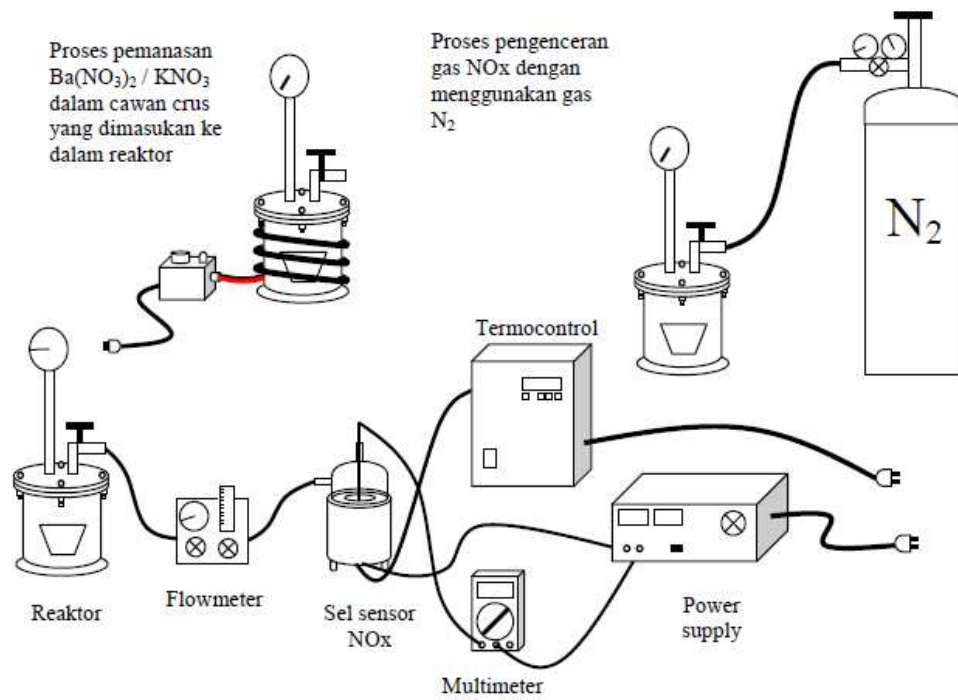
Pada uji kinerja sel sensor ini, pengujian dilakukan menggunakan metode DC. Uji kinerja ini dilakukan dengan dua tahap, yaitu pengaliran dengan gas NO_2 , dan tahap selanjutnya dilakukan pengenceran menggunakan gas nitrogen. Pada uji kinerja ini permukaan NASICON yang sudah dilapisi Pt dan elektroda sensing spinel $\text{NiFeAlO}_4\text{-NaNO}_2$ dimasukkan ke dalam alat uji kemudian dialiri gas NO_2 yang berasal dari hasil pemanasan $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Kemudian nilai arus dicatat sebagai respon dari NASICON terhadap gas yang dialirkan.

Langkah kerja selanjutnya adalah dialirkan gas NO_2 yang dihasilkan dari pemanasan $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ kedalam alat uji, setelah itu dilakukan pengenceran dengan menggunakan gas nitrogen. Respon dari NASICON terhadap gas yang dialirkan dapat terlihat dari adanya nilai arus listrik yang terlihat dari multimeter digital. Uji kinerja material konduktor ionik ini dilakukan pada suhu 350°C.

Skema bagian-bagian alat pengukur konduktivitas dan uji kinerja dalam mendeteksi gas NO_x ditunjukkan berturut-turut pada Gambar 3.2 dan Gambar 3.3.



Gambar 3.2 Skema Alat Uji Konduktivitas dan Uji Kinerja Material Konduktor Ionik



Gambar 3.3 Skema Produksi Gas NO_x dan Uji Kinerja Sel Sensor Terhadap Gas (deteksi) NO_x