

ARTIKEL



Preparasi dan Karakterisasi Material Konduktor Ionik Berbasis Ion Magnesium Sebagai Komponen Sensor Gas SO₂

Oleh :

Soja Siti Fatimah, M.Si¹⁾

Drs. Ali Kusrijadi, M.Si¹⁾

Dr. Agus Setiabudhi¹⁾

Dr. Bambang Soegiono²⁾

¹⁾ Program Studi Kimia FPMIPA UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA

²⁾ Program Studi Material Sains FMPIA UNIVERSITAS INDONESIA

1. Pendahuluan

Sulfur oksida (SO_2) merupakan komponen polusi udara yang menyebabkan batuk dan sesak nafas. Sedangkan dalam jumlah besar polutan ini mengakibatkan gangguan saluran pernapasan dan kematian. SO_2 di udara terutama bersumber dari proses pembakaran (batubara atau diesel), industri metalurgi, dan industri asam sulfat.

Deteksi gas SO_2 dapat dilakukan secara konvensional, misalnya menggunakan metode analisa kimia melalui penyerapan oleh larutan kimia, kromatografi, spektroskopi sinar infra merah, dan luminisensi kimia. Akan tetapi pengukuran dengan peralatan-peralatan tersebut hanya dapat dilakukan pada temperatur kamar, waktu deteksi yang relatif lama, dan tidak kontinyu, sehingga tidak cocok digunakan untuk memonitor kadar polutan secara *in-situ*. Disamping itu harga peralatan ini relatif mahal.

Alternatif pengukuran gas SO_2 yang lain adalah menggunakan sensor amperometrik. Sensor ini bekerja atas dasar prinsip sel elektrokimia dengan konsentrasi gas SO_2 sebagai parameter arus. Sebagai sensing material dari sensor

amperometrik adalah elektrolit padat yang berperan sebagai konduktor ionik. Dalam literatur dilaporkan bahwa Natrium Super Ionik Konduktor, $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{SiPO}_{12}$, (NASICON) dan Magnesium Zirkonium Posfat, $\text{MgZr}_4(\text{PO}_4)_6$ berpeluang untuk digunakan sebagai material sensor gas SO_2 . Selain berperan sebagai konduktor ionik, material ini berperan sebagai membran yang memisahkan dua setengah sel elektrokimia.

Preparasi konduktor ionik dapat dilakukan melalui reaksi padat-padat. Beberapa literatur melaporkan bahwa $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ dapat dibuat melalui alur reaksi tersebut. Secara teoritis, luas kontak antara prekursor zat padat yang bereaksi (*luas permukaan padatan*), prosedur pencampuran dan perlakuan panas merupakan variable kontrol kualitas material hasil reaksi. Dalam literatur belum ditunjukkan prosedur rinci terkait kondisi optimum bagi proses pencampuran dan perlakuan panas prekursor.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode pembuatan material konduktor ionik berbasis ion

magnesium yaitu $\text{MgZr}_4(\text{PO}_4)_6$ yang akan menjadi komponen dari perangkat sensor gas SO_2 .

Pada penelitian ini diujicoba metode reaksi padat-padat dengan selanjutnya akan dirakit sebuah sel elektrokimia untuk selanjutnya dikaji peluang penggunaannya.

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari : Zirkonil klorida ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) p.a, zirkonil nitrat ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) p.a, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, asam nitrat (HNO_3), magnesium oksida (MgO), dan aseton.

2.2 Metode Penelitian

Secara garis besar penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap yaitu konversi bahan baku, analisis FTIR, preparasi (dengan cara sintering/reaksi padat-padat), analisis XRD material sensor, analisis XRF, dan analisis SEM.

2.3 Tahapan Penelitian

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

a. Konversi bahan baku

penekanannya pada variasi bahan baku, pengadukan, penambahan HNO_3 , pengadukan dan penambahan HNO_3 . Setelah diperoleh material konduktor ionik dengan karakternya, penelitian Bahan baku yang bahan awalnya $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dikonversi terlebih dahulu untuk memperoleh zirkonium oksida sebagai material awal reaksi pembentukan MZP. Konversi ini dilakukan melalui proses dekomposisi termal.

b. analisis FT-IR

Analisis FTIR, 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.

c. Preparasi dan analisis XRD material sensor

Pada proses ini ZrO_2 hasil kalsinasi dari $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dicampurkan dengan MgO dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. Zat tersebut dicampurkan dengan perbandingan mol antara Mg: Zr: PO_4 berturut-turut 1: 4: 6 kemudian digerus. Campuran hasil penggerusan dipeletkan kemudian direaksikan pada suhu 1200°C . Preparasi material dilakukan dengan variasi yaitu

penambahan asam nitrat, dan variasi pengadukan. Untuk mengetahui struktur kristal material sensor yang dihasilkan dengan variasi tersebut di atas digunakan analisis XRD. Hal yang sama dilakukan pula untuk bahan awalnya $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$

d. Analisis XRF

Analisis XRF, dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat dalam material hasil preparasi.

f. Analisis SEM

Analisis SEM, dilakukan untuk mengetahui morfologi material hasil preparasi.

2.3.2. Preparasi Material Sensor dari Campuran MgO , $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$, dan $NH_4H_2PO_4$

Perbedaan perlakuan preparasi yang dilakukan dengan preparasi sebelumnya terletak pada sumber zirkonium. Pada preparasi ini zirkonium yang digunakan berasal dari pereaksi $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$. Preparasi material sensor dilakukan dengan cara pencampuran padat-padat dilanjutkan dengan sintering pada suhu $1200^\circ C$. Untuk preparasi dengan bahan awal $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$ dilakukan melalui

2.4 Prosedur Kerja

2.4.1 Konversi Bahan Baku

Zirkonil klorida oktahidrat ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) sebanyak 10,0 g dikonversi menjadi ZrO_2 dengan cara dipanaskan pada suhu $500^\circ C$ selama dua jam dan ditimbang.

2.4.2 Variasi Penambahan HNO_3

Sebanyak 0,1 g magnesium oksida dicampurkan dengan 0,998 g zirkonium oksida, dan amonium dihidrogen fosfat 1,253 g. Ke dalam campuran ditambahkan 1 mL HNO_3 kemudian digerus dalam lumpang alu selama 30 menit. Dari campuran tersebut dibuat dua buah pelet masing-masing sekitar 0,8 g. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu $1200^\circ C$ selama tiga jam.

2.4.3 Variasi Proses Pengadukan

Sebanyak magnesium oksida 0,1 g dicampurkan dengan 0,998 g zirkonium oksida dan amonium dihidrogen fosfat 1,253 g. Campuran digerus selama 30 menit dalam lumpang alu. Kemudian dibuat campuran lain dimana pada proses penggerusan ditambahkan HNO_3 . Kedua campuran ini masing-masing diaduk dengan

menggunakan 10 mL aseton. Dari campuran tersebut dibuat masing-masing dua buah pelet sekitar 0,8 g. Pelet kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

2.4.4 Variasi jenis Perekasi

Sebanyak 0,05 g magnesium oksida, 1,156 g zirkonil nitrat oktahidrat ($ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$), dan 0,863 g amonium dihidrogen fosfat. Campuran dipeletkan kemudian disintering dalam *furnace* pada suhu 1200°C selama tiga jam.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

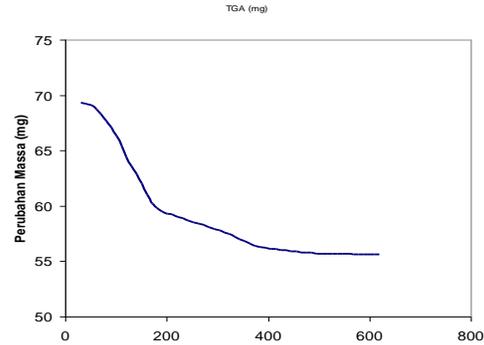
3.1 Preparasi Material Sensor

3.3.1 Preparasi MZP dari MgO, ZrO_2 , dan $NH_4H_2PO_4$

Preparasi ZrO_2

Zirkonium yang digunakan sebagai pereaksi pada preparasi MZP berasal dari ZrO_2 . Tetapi karena bahan baku yang tersedia adalah $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$, maka bahan baku $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ harus diubah terlebih dahulu menjadi ZrO_2 yaitu dengan cara mengkalsinasi. Untuk mengetahui pada suhu berapa $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ berubah menjadi ZrO_2 dilakukan analisis TGA. Hasil analisis TGA pemanasan

$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ dari temperatur kamar sampai dengan 600°C ditunjukkan pada Gambar 5.1. Berdasarkan hasil analisis TGA maka suhu pemanasan dikerjakan pada 500°C.



Gambar 3.1 Analisis TGA $ZrOCl_2$

Pemanasan $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ pada suhu 500°C selama dua jam mengakibatkan pengurangan massa sekitar 4,72 g (61,4%). Pengurangan massa ini hampir sama dengan kadar klorida dan delapan H_2O dalam $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ yaitu sekitar 66,7 %. Proses ini juga disertai dengan perubahan warna dari biru menjadi putih.

3.3.2 Hasil Preparasi Material Sensor Gas SO_2

Preparasi material sensor dilakukan dengan cara pencampuran MgO, ZrO_2 , dan $NH_4H_2PO_4$ dalam bentuk padat dilanjutkan dengan

sintering pada suhu 1200°C. Ada tiga jenis variasi yang dilakukan pada proses pencampuran yaitu pengadukan, penambahan HNO₃ dengan pengadukan, dan penambahan HNO₃ tanpa pengadukan. Campuran bahan baku yang dipreparasi dengan cara pengadukan menghasilkan warna putih kebiru-biruan. Campuran dengan penambahan HNO₃ disertai pengadukan menghasilkan warna putih. Sedangkan campuran yang dipreparasi dengan penambahan HNO₃ tanpa pengadukan menghasilkan warna kecoklatan.

Semua campuran yang dihasilkan dibuat menjadi bentuk pelet. Kemudian disintering pada suhu 1200°C. Setelah proses sintering semua campuran menjadi keras dan berwarna putih. Permukaan pelet hasil sintering menjadi keropos, mengembang, dan banyak pori, hasilnya ditunjukkan pada Gambar 3.2

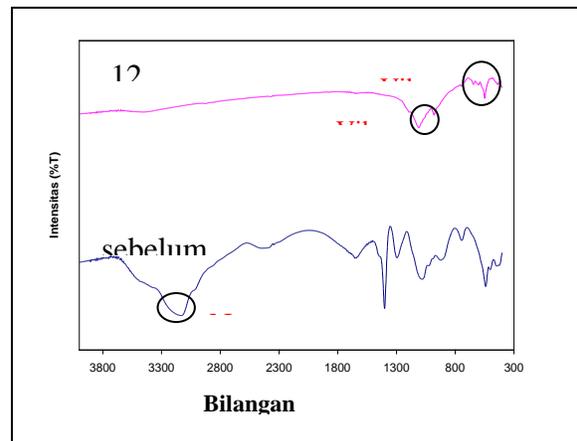


Gambar 3.2 Permukaan pelet °C
a. pengadukan, b. penambahan HNO₃,
c. penambahan HNO₃ disertai
pengadukan

3.3.3 Karakterisasi Material Sensor Gas SO₂

Studi FT-IR Material Sensor

Spektra FT-IR terhadap campuran sebelum dan setelah dipanaskan pada suhu 1200°C ditunjukkan pada Gambar 5.3. Pada Gambar 5.3 tampak bahwa campuran MgO, ZrO₂, dan NH₄H₂PO₄ sebelum dipanaskan, memiliki puncak-puncak pada bilangan gelombang 400 cm⁻¹, 500 cm⁻¹, 700 cm⁻¹, 900 cm⁻¹, 1000 cm⁻¹, 1200 cm⁻¹, 1400 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 2400 cm⁻¹, dan 3100-3300 cm⁻¹



Gambar 3.3 Perbandingan Spektra FT-IR Campuran MgO, ZrO₂, dan NH₄H₂PO₄ Sebelum dan Setelah Pemanasan pada 1200°C

Spektra FT-IR untuk campuran setelah pemanasan memperlihatkan tidak ada serapan dengan intensitas yang besar pada bilangan gelombang di atas 1300 cm^{-1} , dan muncul puncak-puncak pada bilangan yang berbeda. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang 900 cm^{-1} adalah vibrasi ulur dari ZrO_6 dan PO_4^{3-} dan bilangan gelombang pada 430 cm^{-1} - 750 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk dari ZrO_6 dan PO_4^{3-} (Shuang Zhang, 2003).

Studi FT-IR untuk Variasi Penambahan HNO_3

Spektra FT-IR untuk material sensor hasil preparasi dengan penambahan HNO_3 dan tanpa HNO_3 menunjukkan tidak ada perbedaan gugus fungsi. Hal ini mengindikasikan bahwa proses pencampuran dengan penambahan HNO_3 tidak begitu mempengaruhi karakter serapan infra merah yang dihasilkan.

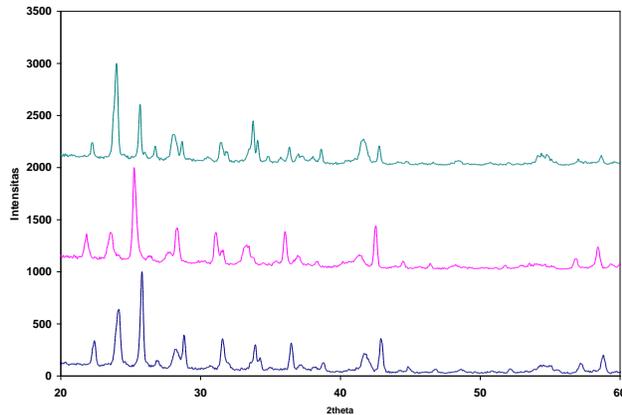
Studi FT-IR Variasi Pengadukan

Variasi ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh pengadukan campuran terhadap karakter material yang dihasilkan. Pada tahap ini pengadukan campuran dilakukan selama satu jam. Dari spektra FT-IR didapatkan data campuran dengan pengadukan

memiliki vibrasi ulur dan tekuk yang lebih tajam yaitu, pada bilangan gelombang 1110 dan 979 cm^{-1} .

Studi XRD Material Sensor

Studi XRD dilakukan untuk mengetahui pola difraksi kristal yang terbentuk. Difraktogram XRD material sensor hasil preparasi dengan variasi pengadukan, dan penambahan HNO_3 ditunjukkan pada Gambar 4.6. XRD material hasil preparasi dengan variasi pengadukan menunjukkan adanya puncak-puncak pada 2θ sebesar $22, 24, 25.8, 28, 31, 33.9, 36.5, 41.8, 43, 58.8$. Puncak-puncak sudut difraksi untuk penambahan HNO_3 disertai pengadukan muncul pada 2θ sebesar $21.8, 23.55, 25.5, 28, 31, 33.3, 36, 42.5, 58$. Dan puncak-puncak sudut difraksi untuk variasi penambahan HNO_3 muncul pada 2θ sebesar $22, 24, 25.6, 26.7, 28, 31.5, 33.75, 36, 41.6, 42.8$.



Gambar 3.4 Difraktogram Sinar-X Material Sensor Hasil Preparasi dengan Variasi Pengadukan, Penambahan HNO₃ Disertai Pengadukan, dan Penambahan HNO₃

Berdasarkan literatur, spektra XRD dari MZP menunjukkan pola difraksi dengan intensitas tinggi pada 2θ sebesar 16, 20, 24, 28, 33, 36, dan 46 (Ikeda, et.al. 1986). Berdasarkan spektra XRD rujukan, puncak-puncak dari ketiga variasi sudah menunjukkan adanya puncak-puncak MZP yaitu pada 2θ sebesar 24, 28, 33, 36. Selain puncak-puncak yang sesuai dengan puncak-puncak rujukan MZP, terdapat pula puncak-puncak yang tidak diinginkan. Puncak-puncak ini terdapat pada 2θ sebesar = 12, 22, 23, 25, dan 37 yang diperkirakan merupakan puncak dari zirkonia (Mouazer *et.al.* 1999)

Dari hasil perhitungan dengan persamaan Bragg dengan menggunakan

$\lambda_{Co, \alpha}$ 1,7892 A^o diperoleh nilai d yang disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1
Nilai d untuk Semua Jenis Variasi

Jenis Variasi	d ₁	d ₂	d ₃	d ₄	d ₅
Pengadukan	4,00	4,28	3,53	2,95	2,69
Penambahan HNO ₃ + pengadukan	4,05	2,46	3,65	2,89	4,38
Penambahan HNO ₃	4,3	4,02	3,08	3,69	2,52

Nilai d yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan basis data difraksi yang telah tersedia, yaitu pada Buku Hanawalt Search Manual. Dari ketiga variasi yang dilakukan, pola difraksi material sensor dengan variasi pengadukan mempunyai struktur kristal yang mirip dengan NaGe₂(PO₄)₃ dengan sistem rombohedral. Dengan nilai d nya adalah 4,06; 4,26; 3,53; 2,95; 2,69.

Studi XRF Material Sensor

Untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat dalam material hasil sintering maka dilakukan analisis X-Ray Fluorescence (XRF). Hasil karakterisasi dengan XRF dari campuran MgO, ZrO₂, dan NH₄H₂PO₄ dengan berbagai variasi ditunjukkan pada Lampiran 1,2, dan 3. Dari analisis XRF diperoleh perbandingan komposisi unsur Mg:Zr:P yang disajikan pada Tabel 3.2.

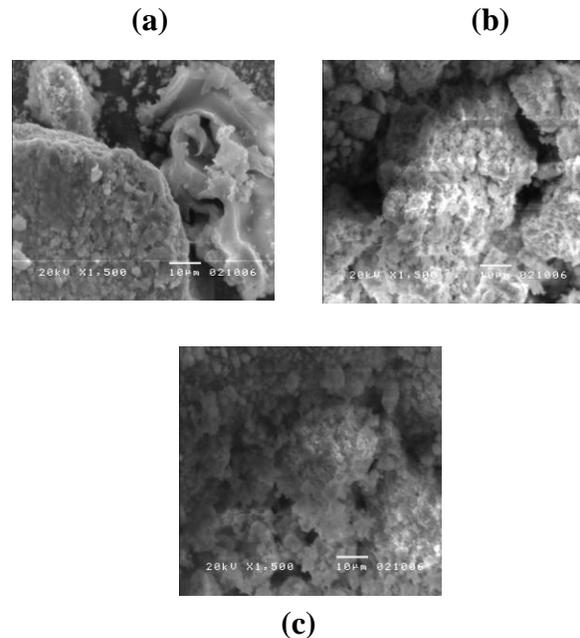
Tabel 3.2 Perbandingan Komposisi Mg:Zr:P untuk Setiap Variasi

Variasi Metode Preparasi	Komposisi (mol/mol)			Rumus Kimia
	Mg	Zr	P	
Pengadukan	0.4	0.1	0.4	$Mg_{0.4}Zr_{3.6}P_{10}$
Penambahan HNO_3 dengan pengadukan	3.6	2.9	3.1	$Mg_{0.1}Zr_{2.9}P_{11.1}$
Penambahan HNO_3 tanpa pengadukan	10	11.1	10.5	$Mg_{0.4}Zr_{3.1}P_{10.5}$

Analisis SEM

Untuk mengetahui morfologi permukaan material sensor dilakukan analisis SEM. Pada tampilan SEM yang diperoleh dari material sensor dengan pengadukan menunjukkan adanya reaksi permukaan yang terjadi antara beberapa padatan seperti yang tampak pada Gambar 5.7a, dengan perbesaran 1500 kali. Gambar 5.7b dan Gambar 5.c menunjukkan tampilan SEM dari material sensor yang dipreparasi dengan penambahan aditif HNO_3 disertai pengadukan, dan penambahan HNO_3 tanpa pengadukan. Tampilan permukaan kedua material sensor yang dihasilkan tidak jauh berbeda. Hanya saja untuk material sensor yang dipreparasi dengan penambahan HNO_3 tanpa pengadukan

ukuran padatnya relatif lebih homogen dan tidak begitu berongga.



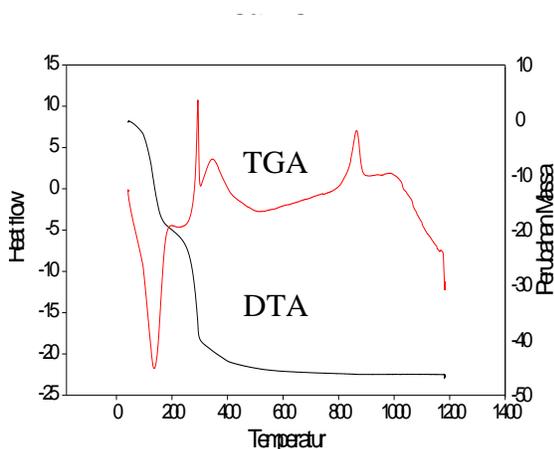
Gambar 3.5 Hasil foto SEM Material Sensor Hasil Preparasi dengan Variasi (a) Dengan Pengadukan, (b) Dengan Pengadukan dan Penambahan HNO_3 , (c) Dengan Penambahan HNO_3

3.2 Preparasi MZP dari MgO , $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$, dan $NH_4H_2PO_4$

Perbedaan perlakuan preparasi yang dilakukan dengan preparasi sebelumnya terletak pada sumber zirkonium. Pada preparasi ini zirkonium yang digunakan berasal dari pereaksi $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$. Preparasi material sensor dilakukan dengan cara pencampuran padat-padat dilanjutkan dengan sintering pada suhu $1200^\circ C$.

3.2.1 Analisis Termal Campuran Bahan Baku

Analisa termal campuran MgO-ZrO(NO₃)₂.8H₂O-NH₄H₂PO₄ dilakukan dengan menggunakan TG-DTA. Kurva TG-DTA yang ditunjukkan pada Gambar 5.9 memperlihatkan satu puncak endotermis yaitu pada suhu 135.25°C dan tiga puncak eksotermis yaitu pada suhu 293.56°C, 347.10°C, dan 864.05°C. Kurva TG memperlihatkan adanya pengurangan massa secara bertahap pada temperatur 100-180° C, 190-250°C, 250-300°C, dan 300-500°C . Proses pengurangan massa dan reaksi endotermis pada temperatur 100-200 diperkirakan sebagai dehidrasi dari ZrO(NO₃)₂.8H₂O.



Gambar 3.6 Kurva TG-DTA Campuran MgO, ZrO(NO₃)₂.8H₂O, dan NH₄H₂PO₄

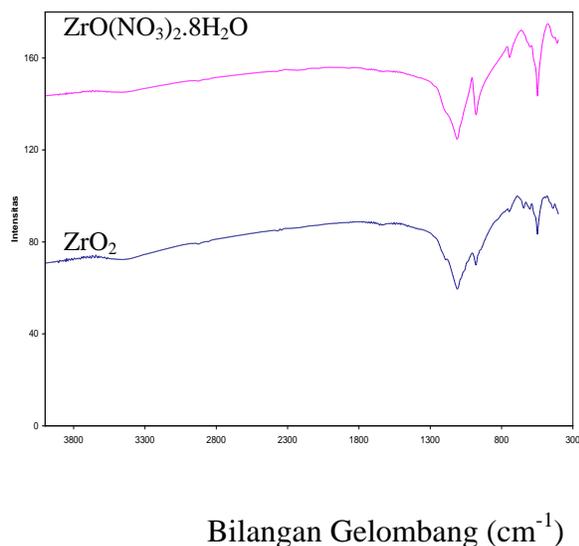
Pada temperatur 200-350°C, diperkirakan sebagai pelepasan NH₄NO₃. Perkiraan ini di dukung data literatur mengenai dekomposisi NH₄NO₃ yang terjadi pada temperatur 275-325°C (Ignaszak, 2005), sedangkan pada temperatur 300-500°C diperkirakan masih dekomposisi NH₄NO₃.

Di atas temperatur 600°C masih terjadi pengurangan massa secara landai. Pada saat yang bersamaan, kurva DTA menunjukka kenaikan yang landai. Pada temperatur antara 800-900°C terjadi puncak eksotermis tanpa disertai perubahan massa. Diperkirakan pada temperatur ini sudah mulai terjadi reaksi pembentukan kristal MZP.

3.2.2 Karakterisasi Material Sensor Gas SO₂

3.2.2.1 Studi FT-IR Material Sensor

Spektra FT-IR untuk campuran untuk campuran MgO, ZrO(NO₃)₂.8H₂O, dan NH₄H₂PO₄ pada sintering 1200°C dtunjukkan pada Gambar 4.13. Bila dibandingkan dengan spektra IR yang dihasilkan dengan preparasi menggunakan pereaksi ZrO₂, tidak ada perubahan yang terjadi pada ikatannya.



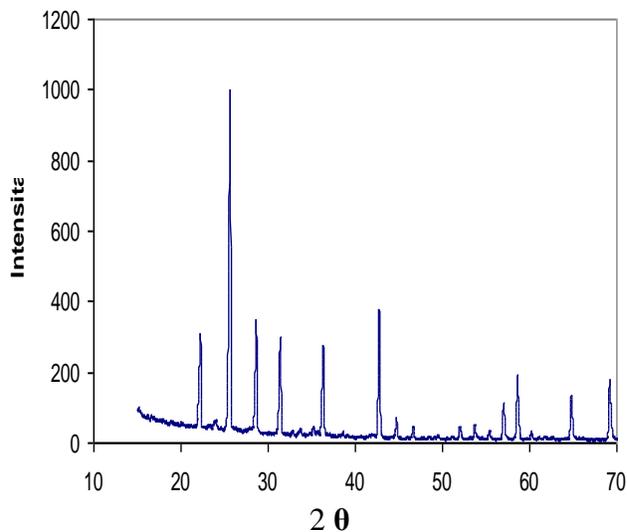
Gambar 3.7 Spektra FT-IR Material Sensor Hasil Preparasi dari campuran dengan pereaksi ZrO_2 dan $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$

Studi XRD Material Sensor

Difraktogram sinar-X material hasil preparasi dengan pereaksi $ZrO(NO_3)_2$ menunjukkan pola difraksi yang mirip dengan pola difraksi material hasil preparasi dengan pereaksi ZrO_2 . Puncak-puncak intensitas tinggi terjadi pada 2θ sebesar 22, 25., 28.6, 31, 36, 42.7, 58.3, 64, 69.

Berdasarkan difraktogram sinar-X rujukan, puncak-puncak material sensor sudah menunjukkan adanya puncak-puncak MZP yaitu pada 2θ sebesar 28, 36. Selain puncak-puncak yang sesuai dengan puncak-puncak rujukan MZP, terdapat pula puncak-

puncak yang tidak diinginkan. Puncak-puncak ini terdapat pada 2θ sebesar = 12, 22, 23, 25, dan 37 yang diperkirakan merupakan puncak dari zirkonia (Mouazer *et.al.* 1999)



Gambar 3.11 Difraktogram material sensor dengan bahan Campuran MgO , $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$, dan $NH_4H_2PO_4$

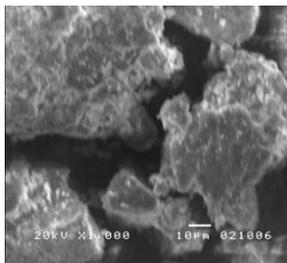
Studi XRF Material Sensor

Hasil karakterisasi dengan XRF dari campuran MgO , $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$, dan $NH_4H_2PO_4$ ditunjukkan pada Gambar 5.12. Dari analisis XRF ini diperoleh perbandingan komposisi unsur Mg:Zr:P yaitu $Mg_{0.3}Zr_{1.4}P_{13.1}$. Jika dibandingkan dengan komposisi material yang dihasilkan dari campuran MgO , ZrO_2 , dan $NH_4H_2PO_4$. Jumlah Zr pada

preparasi ini sangat kecil, dan jumlah P lebih besar.

Analisis SEM

Untuk mengetahui morfologi permukaan material sensor dilakukan analisis SEM. Gambar 5.13 menunjukkan tampilan SEM dengan perbesaran 1500 kali dari material sensor yang dipreparasi dengan pereaksi $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$. Dari foto SEM terlihat bahwa material sensor yang dipreparasi dengan pereaksi $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$ mempunyai rongga-rongga yang lebih besar dibandingkan dengan material sensor yang dipreparasi dengan pereaksi ZrO_2 .



Gambar 5.13 Mikrograf SEM Material Sensor dengan bahan Campuran MgO , $ZrO(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$, dan $NH_4H_2PO_4$

Walaupun data SEM tidak dapat memberikan informasi tentang struktur dan jenis kristal, tetapi homogenitas bentuk mengindikasikan bahwa

metode preparasi yang diterapkan telah menghasilkan material dengan bentuk yang relatif homogen. Untuk lebih lengkap lagi melihat homogenitas partikel-partikel hasil preparasi dari material sensor MZP maka diperlukan sekali perbesaran yang lebih tinggi yaitu 7500x dan 15000x.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis terhadap data yang diperoleh dari karakterisasi material sensor gas SO_2 , dapat disimpulkan bahwa:

1. Variasi-variasi yang dilakukan pada saat preparasi seperti penambahan HNO_3 , pengadukan, dan variasi jenis pereaksi pada proses pencampuran material sensor tidak mempengaruhi karakter serapan inframerah yang dihasilkan.
2. Analisis XRD untuk material sensor dengan variasi pengadukan pada proses pencampuran menunjukkan kristal yang mirip dengan literatur MZP, dan termasuk kelompok kristal $NaGe_2(PO_4)_3$.
3. Dari analisis XRF diperoleh komposisi unsur Mg:Zr:P yaitu $Mg_{0.4}Zr_{3.6}P_{10}$, $Mg_{0.1}Zr_{2.9}P_{11.1}$, $Mg_{0.4}Zr_{3.1}P_{10.5}$, dan $Mg_{0.3}Zr_{1.4}P_{13.1}$

untuk variasi pengadukan, penambahan HNO_3 disertai pengadukan, penambahan HNO_3 tanpa pengadukan, dan penggunaan pereaksi $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ secara berturut-turut

4. Hasil analisis XRD, XRF, dan SEM, metode preparasi konduktor ionik berbasis ion magnesium melalui reaksi padat-padat dengan pengadukan relatif telah mendekati karakteristik data literatur

Saran

Untuk metode baku preparasi material sensor gas SO_2 , maka disarankan melakukan: sintesis material sensor melalui metode lainnya, studi *Impedance Spectroscopy* (IS) untuk mengetahui konduktivitas material sensor gas yang dihasilkan, optimalisasi penambahan HNO_3 , waktu dan kecepatan pengadukan dan melakukan pembesaran untuk analisis SEM.

5. Daftar Pustaka

1. Agustini T., Gunawan A., Gunawan S. Gunawan, *Pembuatan peralatan sampling gas untuk analisis cemaran udara*, Proceeding Seminar Kimia dan Pendidikan Kimia, UPI Bandung, Oktober 2004
2. Currie, J.F., A. Essalik, J-C. Maurisck, *Micromachined thin film solid state electrochemical CO_2 , NO_2 and SO_2 gas sensors*, Sensors and Actuators B 59 1999 235–241
3. Ferguns, J.W. dan Setiawan A. H., *Hydrogen sensor for molten Aluminium*, American Foundry Society, AFS Transaction Vol. 109 (01-053), 2001, pp. 453-459
4. Ikeda S., Takahashi M., Ishikawa J., Ito K., *Solid electrolyte with multivalent cation conduction*, Solid State Ionics 23 (1987) 125.
5. Setiawan, A. H. dan Fergus, J. W., *Preparation and Characterization of Indium doped calcium zirconate for the electrolyte in hydrogen sensors for use in molten aluminium*, The American Ceramic Society, Ceramic Transaction 130, 2002, Chemical Sensors for hostile environment, pp. 47-56
6. Schnele, K. B. Jr. Brown A.A., *Air Pollution Control Technology Handbook*, Washington D.C, CRC Press, (2002) hal 75-80
7. Wang, L., Kumar, R.V., *A new SO_2 gas Sensor based on an Mg^{2+} conducting solid electrolyte*, Journal of Electroanalytical Chemistry 543 (2003) 109- 114
8. West R., *Solid State Chemistry and its Applications*, John Wiley & Sons, Singapore 1984. page 8-12
9. Hudgson, A.W.E., Jacquinet, P., and Hauser, P.C., *Electrochemical Sensor for Detection of SO_2 in the Low-ppb Range*, Anal. Chem., 1999, 71, hal 2831-2837, Switzerland.

