

Preparasi dan Karakterisasi Material Konduktor Ionik Komponen Sensor Gas Nox

Agus Setiabudi¹, Nahadi¹, Ois Pandi¹, Bambang Soegijono², dan Achmad Hanafi S²

¹*Program Studi Kimia
Universitas Pendidikan Indonesia
Jl. Dr. Setiabudhi 229 Bandung 40154, Phone/Fax: 022 200579
Email: agus_setiabudi@upi.edu*

²*Program Pasca Sarjana Ilmu Material
FMIPA-Universitas Indonesia
Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta 10430
Email: bambang@fisika.ui.ac.id*

Abstrak

Pengukuran gas NO_x yang merupakan komponen polusi udara penyebab kabut fotokimia pada umumnya dilakukan dengan instrument spectroscopy dengan prinsip kerja luminisensi kimia atau absorpsi sinar infra merah. Tetapi peralatan-peralatan tersebut biasanya tidak cocok digunakan sebagai sistem kontrol 'on-site' karena waktu pengukuran yang relatif lama, ukuran peralatan yang besar, dan biaya yang mahal. Cara lain untuk mendeteksi keberadaan gas NO_x adalah dengan menggunakan prinsip elektrokimia dengan konsentrasi gas NO_x sebagai parameter arus/voltage. Salah satu komponen dalam pembuatan sensor amperometric ini adalah material konduktor ionik, misalnya Na₃Zr₂Si₂PO₁₂.

Pada makalah ini diuraikan hasil-hasil penelitian pengembangan sensor gas NO_x pada tahap preparasi material konduktor ionik. Material Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ telah dipreparasi dari natrium fosfat dengan zirkonium silikat melalui reaksi padat-padat. Untuk mendapatkan material yang diharapkan, telah dilakukan variasi pretreatment, temperatur, dan waktu sintering. Material hasil preparasi dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Difraktometri (XRD). Studi dengan menggunakan *Thermo Gravimetry-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) dan Fourier Transformation Infra-Red (FTIR) spectroscopy telah dilakukan untuk mempelajari perubahan struktur dan sifat fisik yang terjadi selama pemanasan bahan baku membentuk Na₃Zr₂Si₂PO₁₂.

Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa material Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ yang disintering pada temperatur 1000 °C dengan waktu sintering selama 2 jam menunjukkan struktur NASICON. Struktur NASICON pada difraktogram ditunjukkan pada 2θ = 12, 18, 19, 27, 31, dan 34. Data TG-DTA menunjukkan bahwa reaksi natrium fosfat dengan zirkonium silikat dapat berlangsung pada temperature di atas 900 C. Sedangkan hasil analisa FTIR menunjukkan adanya struktur ZrO₆ dan struktur PO₄ pada Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ hasil preparasi.

Preparation and Characterization of Solid Ionic Conductor, and Its Potential for

NO_x Sensor

Agus Setiabudi¹, Nahadi¹, Ois Pandi¹, Bambang Soegijono², dan Achmad Hanafi S²

¹*Program Studi Kimia
Universitas Pendidikan Indonesia
Jl. Dr. Setiabudhi 229 Bandung 40154, Phone/Fax: 022 200579
Email: agus_setiabudi@upi.edu*

²*Program Pasca Sarjana Ilmu Material
FMIPA-Universitas Indonesia
Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta 10430
Email: bambang@fisika.ui.ac.id*

Abstract

Nitrogen oxide, a typical air pollutant that causes photochemical smog, currently measured by spectroscopic instruments base on luminescence and infra red absorption. But, those instruments are rather expensive and large, and not suitable for onsite NO_x monitoring. Electrochemical (amperometric) sensor offers an alternative for No_x measurement in which a solid ionic conductor, such as Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ is installed and takes a very important role.

This paper describes some experimental results in the preparation and characterization of Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ as part of NO_x sensor development study. Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ has been prepared from sodium phosphate and zirconium silicate via solid-solid reaction in which mixing and sintering processes are systematically controlled. Prepared material is characterized by X-Ray Diffractometry (XRD). Whereas, Thermo Gravimetry-Defferensial Termal Analysis (TG-DTA) dan Fourier Transformation Infra-Red (FTIR) spectroscopy were used to investigate structural and physical changes during the reaction.

Prepared Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ sintered at 1000 °C for, at least, two hours showed XRD result similar to that of NASICON. XRD pattern of NASICON is identified at 2θ = 12, 18, 19, 27, 31, and 34. TG-DTA analysis indicate that sodium phosphate-zirconium silicate solid-solid reaction takes place at the temperature 900 °C and above. While, FTIR analysis suggests ZrO₆ and PO₄ structure in the prepared Na₃Zr₂Si₂PO₁₂. Impedance spectroscopy measurement of the prepared NASICON show that material conductance is in the range of 10⁻³ S/m which is potentially applicable.

1. Pendahuluan

Nitrogen oksida (NO_x) merupakan komponen polusi udara yang menyebabkan terjadinya hujan asam dan kabut fotokimia. Senyawa oksida ini juga dapat menyebabkan gangguan syaraf dan organ pernapasan. NO_x di udara terutama bersumber dari emisi gas buang kendaraan bermotor dan fasilitas mesin bakar tak bergerak seperti tungku bakar dan mesin diesel [1].

Pengukuran konsentrasi NO_x sejauh ini dapat dilakukan dengan instrument spektroskopi yang berdasarkan pada luminisensi kimia atau absorpsi sinar infra merah. Tetapi peralatan-peralatan tersebut biasanya tidak cocok untuk digunakan sebagai sistem kontrol 'on-site' karena waktu pengukuran yang lama, ukuran peralatan yang besar dan biayanya mahal [2,3].

Alternatif pengukuran gas NO_x yang lain adalah menggunakan sensor amperometric. Sensor ini bekerja atas dasar prinsip sell elektrokimia dengan konsentrasi gas NO_x sebagai parameter arus/voltage. Salah satu komponen dalam pembuatan sensor amperometric untuk deteksi NO_x adalah Na₃Zr₂Si₂PO₁₂. Selain berperan sebagai konduktor, material ini berperan sebagai membran yang memisahkan dua setengah sel elektrokimia [2-4].

Pada makalah ini akan diuraikan hasil-hasil penelitian pengembangan sensor gas NO_x pada tahap preparasi material konduktor ionik. Material Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ telah dipreparasi dari natrium fosfat dengan zirkonium silikat melalui reaksi padat-padat. Untuk mendapatkan material yang diharapkan, telah dilakukan variasi pretreatment, temperatur, dan waktu sintering. Material hasil preparasi dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Difraktometri (XRD). Studi dengan menggunakan *Thermal Gravimetry Analysis-Differential Thermal Analysis* (TGA-DTA) dan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) spectroscopy telah dilakukan untuk mempelajari perubahan struktur dan sifat fisik yang terjadi selama pemanasan bahan baku membentuk Na₃Zr₂Si₂PO₁₂.

Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa material Na₃Zr₂Si₂PO₁₂ yang disintering pada temperatur 1000 C dengan waktu sintering selama 2 jam menunjukkan struktur NASICON. Struktur NASICON pada difraktogram ditunjukkan pada $2\theta = 12, 18, 19, 27, 31, \text{ dan } 34$. Data TG-DTA menunjukkan bahwa reaksi antara ZrSiO₄ dengan Na₃PO₄

dapat berlangsung pada temperature di atas 900 °C. Sedangkan hasil analisa FTIR menunjukkan adanya struktur ZrO_6 dan struktur PO_4 pada NASICON.

B. Experimen

Preparasi NASICON dilakukan dengan cara mencampurkan natrium fosfat dengan zirkonium silikat dengan perbandingan mol 1:2 kemudian campuran digerus, dan dibentuk pelet pada tekanan 60 psi. Selanjutnya sampel dipanaskan (sintering) pada suhu tinggi dengan berbagai variasi. Variasi-variasi yang dilakukan dalam preparasi adalah suhu sintering, waktu sintering, bentuk pelet dan serbuk, penggunaan aseton pada saat pencampuran dan penambahan asam oksalat pada campuran.

1. Variasi suhu sintering

Untuk mencari suhu pemanasan yang tepat, sampel disintering pada suhu 800, 900 dan 1000 °C.

2. Variasi waktu sintering

Variasi waktu sintering dilakukan pada kondisi suhu 1000 °C dengan campuran berbentuk pelet. Variasi dilakukan untuk 1, 2, dan 3 jam.

3. Variasi bentuk (Tekanan)

Untuk variasi ini campuran disintering pada 1000 °C selama 2 jam.

4. Penggunaan aditif pada proses pencampuran

Untuk membandingkan proses penggerusan campuran digerus dengan aseton dan tanpa aseton dengan suhu sintering 1000 °C selama 2 jam.

5. Penambahan aditif zat organik

Variasi dilakukan dengan menambahkan Asam oksalat dan tanpa penambahan Asam oksalat terhadap campuran Na_3PO_4 dan $ZrSiO_4$ (1:2 mol). Sinteringnya sendiri dilakukan pada suhu 1000 °C selama 2 jam.

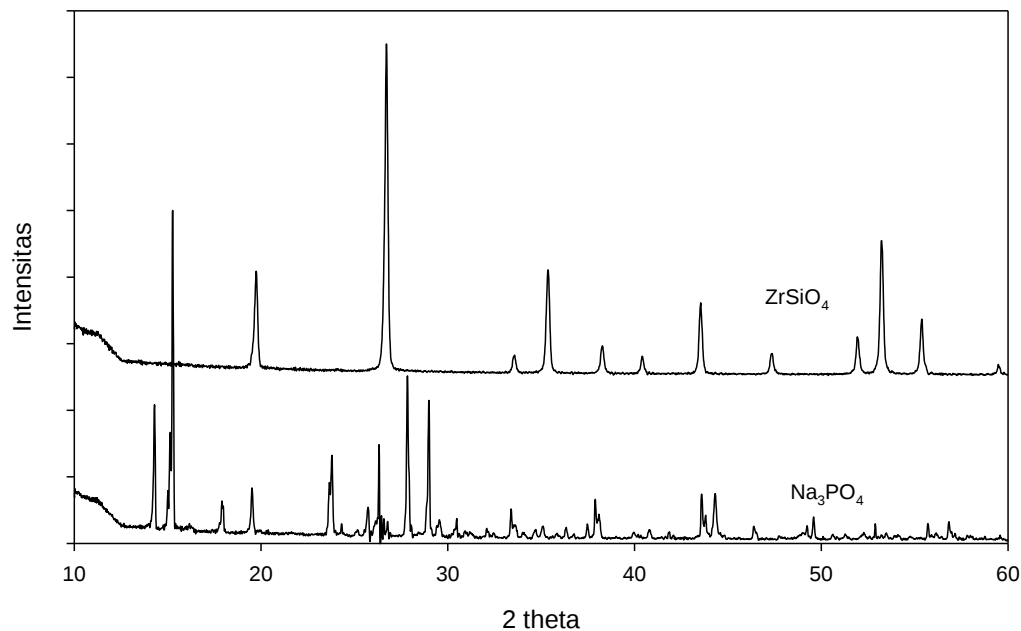
Material hasil sintering selanjutnya dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR), Difraksi sinar-X (XRD, Cu K α 1). Untuk mengetahui perilaku termal campuran dan bahan dasar, Natrium pospat dan Zirkonium silikat, dilakukan analisa termal dengan *Thermal Gravimetry Analysis-Differential Thermal Analysis* (TGA-DTA). TGA-DTA ini bertujuan untuk mengetahui suhu dimana terjadi reaksi antara Natrium

fosfat dan Zirkonium silikat juga untuk mengetahui dekomposisi yang terjadi pada bahan dasar beserta perubahan masanya.

C. Hasil dan Pembahasan

1. Karakterisasi Bahan Baku

Sebelum dilakukan prosedur preparasi $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ dilakukan analisa XRD terhadap bahan baku; natrium fosfat dan zirkonium silikat, sebagai kontrol atas bahan baku yang digunakan. Hasil analisa XRD untuk kedua bahan baku tersebut ditunjukkan pada Gambar 1.

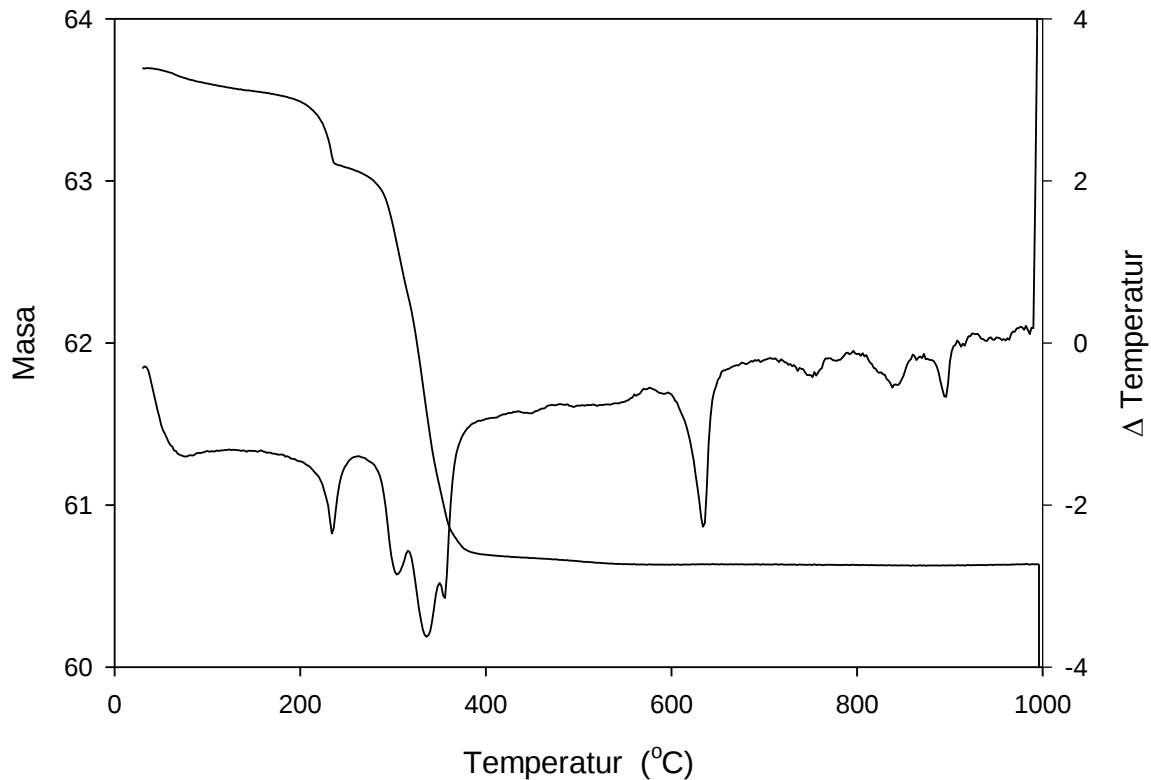


Gambar 1. Difraktogram bahan baku, Na_3PO_4 dan ZrSiO_4

2. Studi TG-DTA preparasi material ‘sensor’ $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$

Thermal Gravimetry dan Differential Thermal Analysis (TG-DTA) dilakukan terhadap campuran natrium fosfat dengan zirkonium silikat untuk mengetahui perilaku termalnya pada saat dipanaskan. Hasil analisa TG-DTA ini ditunjukkan pada Gambar 2. Pada kurva TGA dapat diamati bahwa terjadi dua tahap pengurangan massa, yaitu pada temperatur $200\text{--}260^\circ\text{C}$ dan $280\text{--}380^\circ\text{C}$ dengan pengurangan massa sebesar 0.427 mg dan 9.2753 mg atau 0.67% dan 14.56% . Kedua proses ini merupakan proses yang endotermal

sebagaimana ditunjukkan oleh kurva DTA. Pada temperatur 650 °C, 820 °C, dan 900 °C kembali terjadi proses-proses endotermis tetapi tidak disertai dengan perubahan massa.

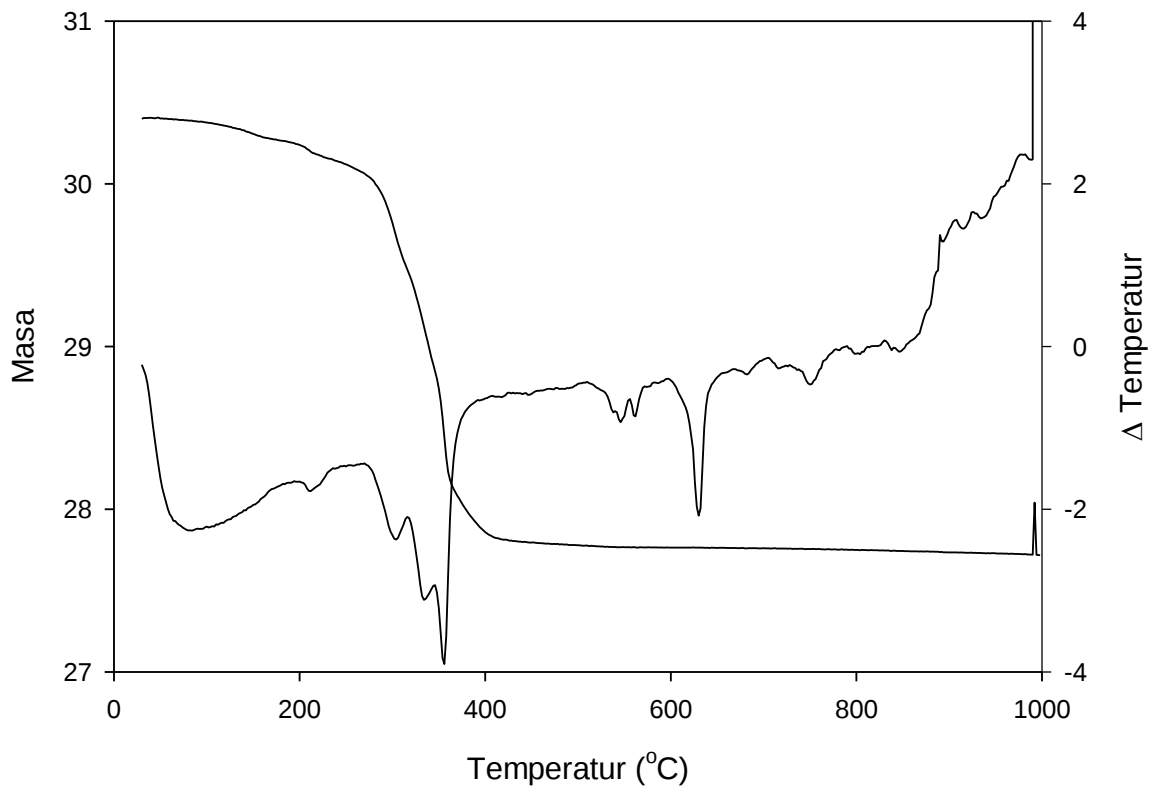


Gambar 2. Kurva TG-DTA pemanasan campuran natrium fosfat-zirkonium silikat; pemanasan dilakukan dengan laju pemanasan 10 C/menit dengan atmosfer udara sintetis (21% O₂, 79% N₂)

Analisa TG-DTA juga dilakukan terhadap natrium fosfat untuk mengetahui proses yang terjadi pada saat pemanasan sebelum dilakukan pencampuran dengan zirkonium silikat. Kurva TG-DTA untuk natrium fosfat ini ditunjukkan pada Gambar 3. Pada kurva tersebut tampak bahwa kenaikan temperatur sampel dari temperatur ruang ke 280 °C diikuti dengan perubahan massa yang landai. Pada temperatur 280-390°C terjadi pengurangan massa yang sangat tajam (2.0981mg atau 6.9% dari massa awal). Diatas temperatur 390 °C perubahan massa yang terjadi hampir tidak teramati. Perubahan ini serupa dengan hasil TG dari campuran natrium fosfat-zirkonium silikat. Kemiripan ini juga diamati pada kurva DTA pemanasan natrium fosfat yang menunjukkan adanya reaksi

endoterm pada temperatur 280-390 °C, 520-580 °C, dan 600-650 °C. Sedangkan puncak endoterm pada temperatur 850 dan 900 °C yang terdapat pada kurva DTA campuran tidak tampak pada kurva DTA natrium fosfat ini.

Karena perubahan yang terjadi pada temperatur 200-260 °C, 280-380 °C, dan 650 °C terjadi pada pemanasan natrium fosfat dan pada campuran natrium fosfat-zirkonium silikat, maka pada temperatur-temperatur tersebut belum ada indikasi terjadinya reaksi antara Na_3PO_4 dengan ZrSiO_4 . Dengan demikian diduga, reaksi antara natrium fosfat dengan zirkonium silikat kemungkinan terjadi pada temperatur di atas 800 °C sebagaimana ditunjukkan oleh hasil DTA yang menunjukkan adanya proses-proses endotermal pada pemanasan campuran



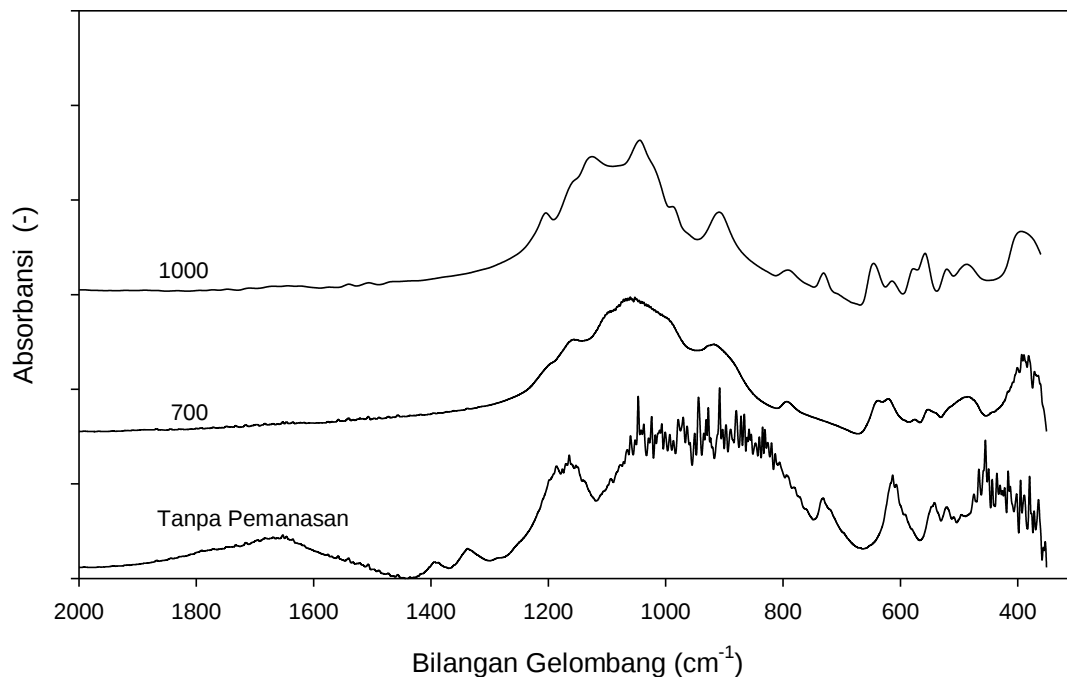
Gambar 3. Kurva TG-DTA Na_3PO_4 pemanasan dilakukan dengan laju pemanasan 10 C/menit dengan atmosfer udara sintetis sintetis (21% O_2 , 79% N_2)

3 Analisa FTIR

Untuk mengetahui perubahan ‘struktur’ pada proses preparasi [material sensor](#) $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$, dilakukan analisa terhadap campuran natrium fosfat-zirkonium silikat dan masing-masing bahan baku secara terpisah. Pengukuran spectra IR dilakukan terhadap campuran natrium fosfat-zirkonium silikat berturut-turut: (1) sebelum mendapat perlakuan panas, (2) setelah dipanaskan pada temperatur $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan (3) setelah dipanaskan pada $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Temperatur-temperatur ini dipilih berdasarkan pengamatan terhadap kurva TG-DTA yang mengindikasikan adanya perubahan pada temperatur-temperatur tersebut. Hasil pengukuran dengan FTIR ini ditunjukkan pada Gambar 4.

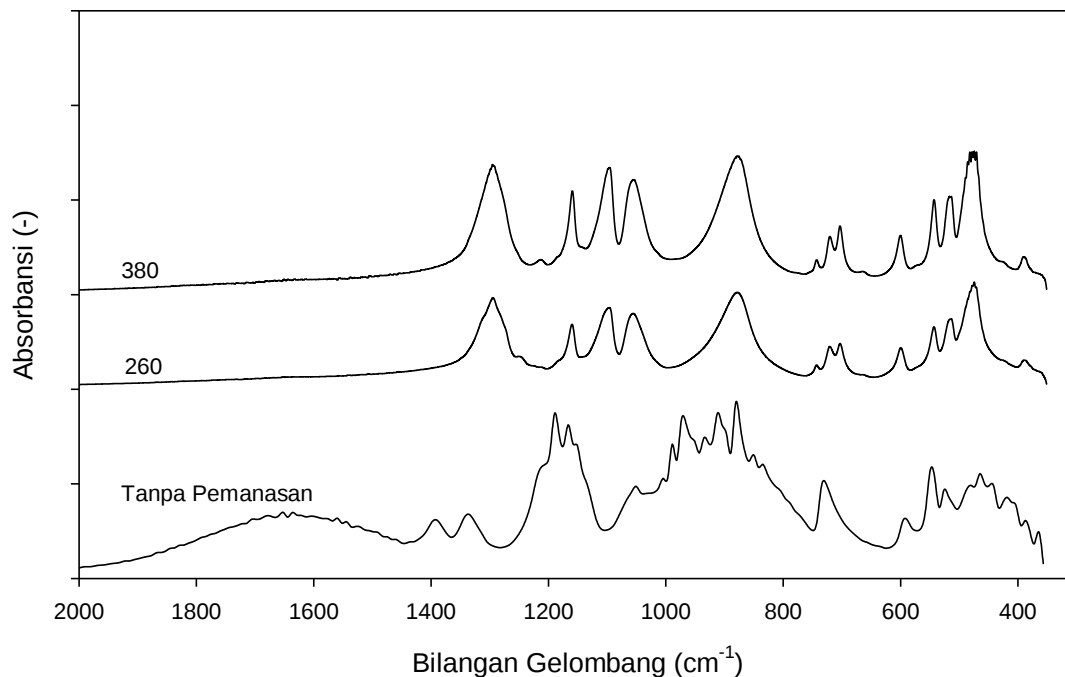
Tampak bahwa pemanasan campuran natrium fosfat-zirkonium silikat mengakibatkan perubahan pola spektra FTIR. Campuran natrium fosfat-zirkonium silikat sebelum dipanaskan, memiliki puncak-puncak yang kompleks pada bilangan gelombang $800\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$. Kompleksitas spektra pada rentang temperatur tersebut hilang setelah sampel dipanaskan pada temperatur $700\text{ }^{\circ}\text{C}$. Spektra FTIR untuk campuran yang dipanaskan pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ memperlihatkan puncak-puncak pada 1157 cm^{-1} , 1053 cm^{-1} , 918 cm^{-1} , 794 cm^{-1} , dan beberapa puncak pada rentang $600\text{-}370\text{ cm}^{-1}$.

Campuran yang telah dipanaskan pada $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki puncak yang berbeda jika dibandingkan dengan pemanasan $700\text{ }^{\circ}\text{C}$. Puncak pada 1157 cm^{-1} bergeser menjadi 1126 cm^{-1} . Analisa FTIR terhadap material serupa yang dibuat dengan metode sol-gel [6] mengidentifikasi puncak inframerah pada rentang $800\text{-}1091\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi ulur dari ZrO_6 , SiO_4^{4-} , dan PO_4^{3-} dan serapan pada $420\text{-}750\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi tekuk dari ZrO_6 , SiO_4^{4-} , dan PO_4^{3-} .



Gambar 4. Gambar spektra FTIR campuran natrium fosfat-zirkonium silikat

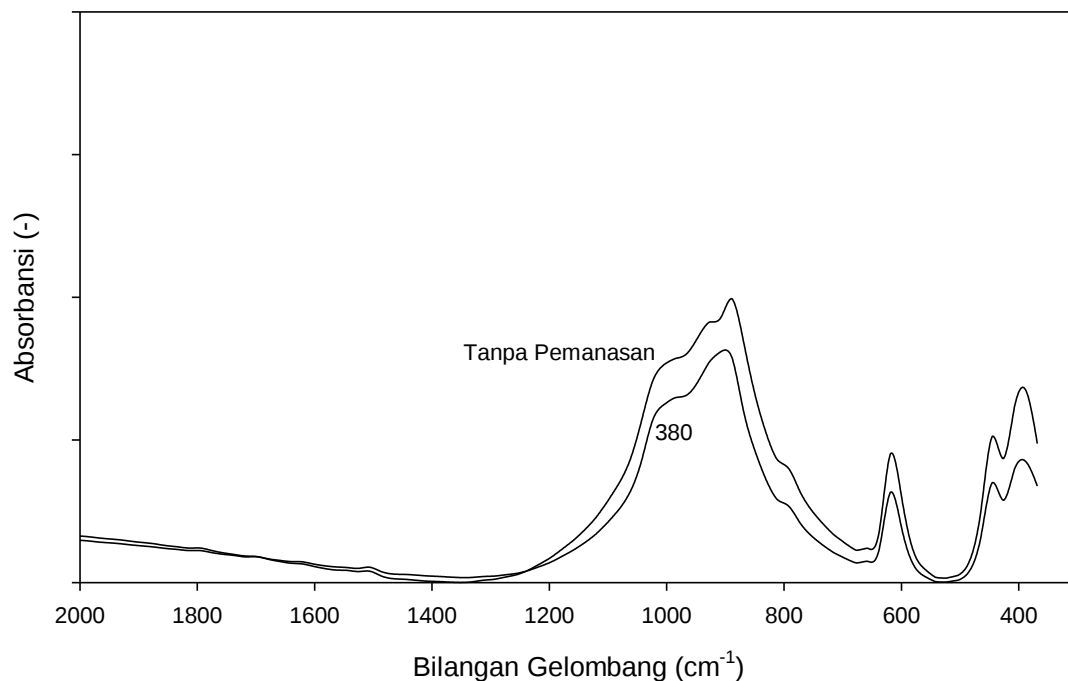
Untuk mengetahui apakah perubahan spectra yang terjadi merupakan perubahan yang terjadi pada bahan baku yang dipanaskan dilakukan pula analisa terhadap masing-masing bahan baku (Na_3PO_4 ZrSiO_4). Analisa dilakukan pada sample sebelum dan sesudah dipanaskan pada suhu 260 dan 380 °C. Pemanasan pada temperatur ini didasarkan atas hasil eksperimen dengan TGA yang menunjukan terjadinya perubahan massa yang tajam dengan reaksi yang endotermis. Hasil spektra FTIR untuk Na_3PO_4 ditunjukan pada Gambar 5. Tampak bahwa terdapat perbedaan antara spektra Na_3PO_4 sebelum dan setelah pemanasan. Pada spektra tanpa pemanasan terlihat puncak-puncak kompleks. Hal ini biasanya diakibatkan oleh kandungan air pada sample. Puncak pada bilangan gelombang 1350 cm^{-1} dan 1400 cm^{-1} hilang setelah pemanasan dan timbul puncak baru pada bilangan gelombang 1100 cm^{-1} . Hasil yang serupa ditunjukkan pada [7].



Gambar 5. Spektra FT-IR Natrium fosfat (Na_3PO_4)

Spektra FTIR zirkonium silikat ditunjukkan apada Gambar 6 yang memperlihatkan adanya puncak serapan yang lebar pada pada 800-1299 dan 613 cm^{-1} . Tidak ada perbedaan spektra FTIR antara zirkonium silikat yang dipanaskan dengan spektra asalnya, yang berarti tidak ada perubahan yang terjadi pada pemanasan zirkonium silikat sampai suhu $380\text{ }^{\circ}\text{C}$. Puncak serapan yang lebar antara $850\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$ juga diamati pada [7] dan merupakan vibrasi untuk Si-O atau O-Si-O.

Dari hasil analisa FTIR ini bisa dilihat karakteristik dari fosfat masih terdapat pada FTIR campuran yang dipanaskan pada temperatur 1000°C . hal ini terlihat dari adanya serapan pada 1161 cm^{-1} untuk fosfat awal yang bergeser menjadi 1157 cm^{-1} pada fosfat yang merupakan serapan dari PO_4^{3-} . Seperti pada posfat, pita serapan dari dari zirkonium silikat juga masih ada pada campuran yaitu pada bilangan gelombang 794 cm^{-1} dimana pada zirkonium silikat puncak ini ada pada 798 cm^{-1} . maka dari keseluruhan hasil FTIR pada campuran yang dipanaskan pada $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki gugus ZrO_6 , SiO_4^{4-} , dan PO_4^{3-} .



Gambar 6. Spektra FTIR ZrSiO_4

3 Analisa XRD Material $\text{Na}_3\text{ZrSiO}_4\text{PO}_{12}$ Hasil Preparasi

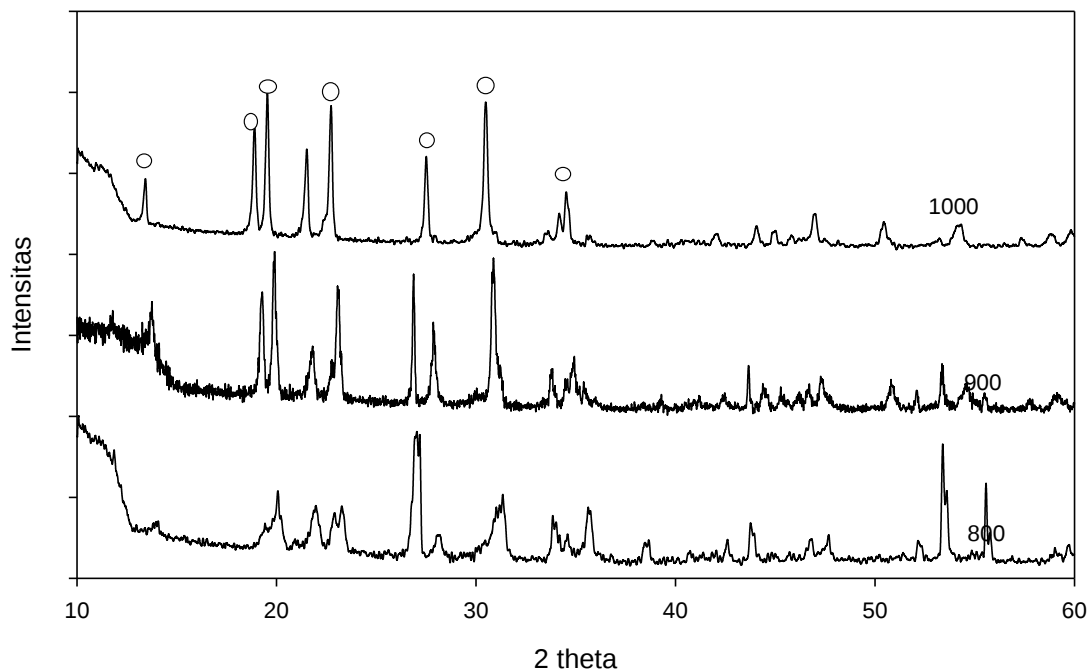
Sebagaimana telah diuraikan tujuan dari penelitian ini adalah mengembangkan metode preparasi konduktor ionik berbasis ion Na^+ , $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{PO}_{12}$, dan dikenal dengan sebutan NASICON. Preparasi material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{PO}_{12}$ dikerjakan melalui berbagai variasi perlakuan, yaitu: variasi suhu sintering, waktu sintering, bentuk, waktu penggerusan, proses penggerusan dan komposisi. Pada bagian ini ditampilkan difraktogram-difraktogram XRD dari $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ hasil dipreparasi. Untuk mengevaluasi keberhasilan dari setiap variasi preparasi, difraktogram XRD dibandingkan dengan pola XRD NASICON literature [8,9].

Variasi suhu sintering

Gambar 7 memperlihatkan difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ hasil preparasi pada suhu sintering 800, 900 dan 1000 °C. Symbol lingkaran-lingkaran kecil merupakan puncak-puncak NASICON yaitu senyawa $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ yang memiliki sifat konduktor ionik. Difraktogram XRD pada suhu 800 °C mulai menunjukkan adanya

puncak-puncak NASICON, walaupun pada 2θ 53,5 dan 56 masih terdapat puncak ZrSiO_4 . Puncak-puncak khas NASICON pada $2\theta = 13$, dua puncak disekitar 19, 23, 27.5, dan 30 sudah mulai muncul. Hal ini menunjukkan bahwa pada suhu 800°C sudah mulai terjadi reaksi antara natrium fosfat dengan zirkonium silikat membentuk NASICON tetapi masih dengan fasa zirkonium silikat yang masih cukup signifikan.

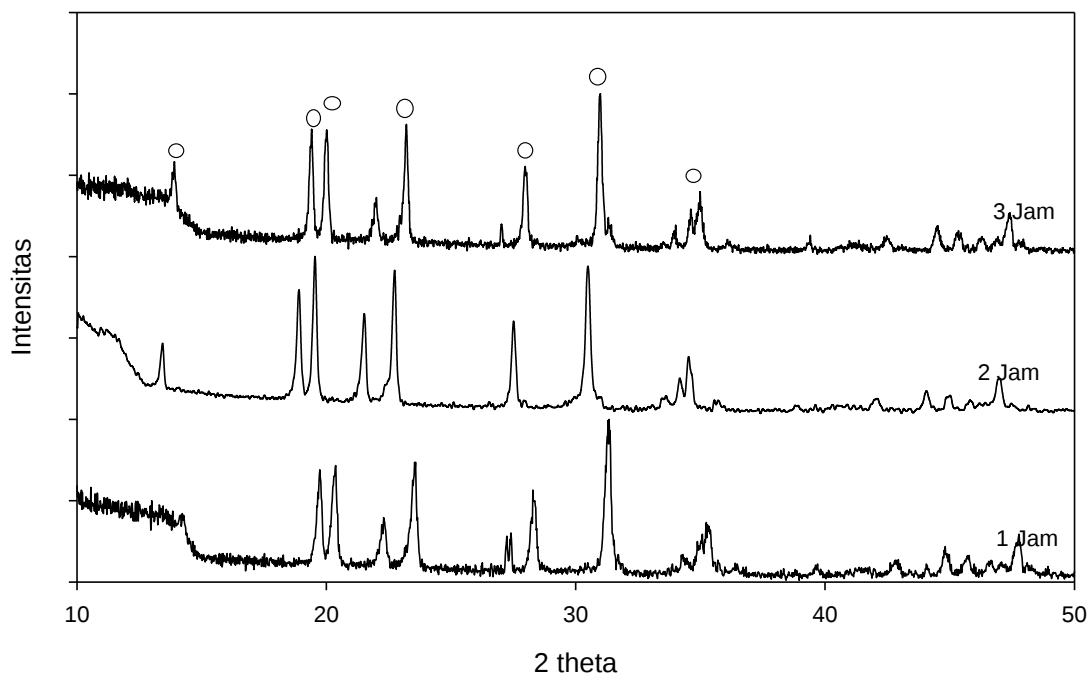
Pada temperatur yang lebih tinggi, 900°C , pola difraksi XRD NASICON tampak lebih jelas, walaupun puncak zirkonium silikat pada $2\theta = 53$ masih teramati. Puncak sekitar 28 menunjukkan puncak dari natrium fosfat. Jika dibandingkan dengan difraktogram XRD yang diperoleh dengan metode sol-gel [8] maka puncak-puncak NASICON sudah terdapat pada material hasil preparasi melalui sintering pada 1000°C , tetapi masih ada satu puncak interferece pada $2\theta = 21.5$ derajat.



Gambar 7. Difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ hasil preparasi pada suhu sintering 800, 900, dan 1000°C

Variasi Waktu Sintering

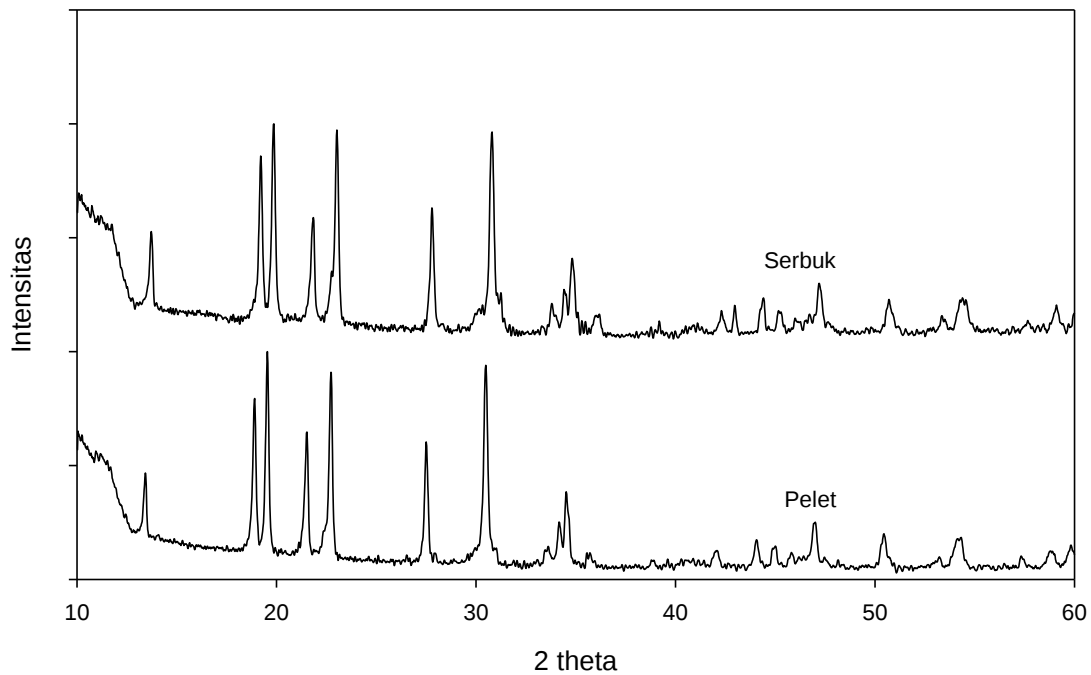
Selain temperatur sintering, variabel yang juga penting untuk diperhitungkan adalah waktu sintering. Hasil preparasi material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ dengan waktu sintering 1, 2, dan 3 jam diperlihatkan pada Gambar 8. Difraktogram sinar-X menunjukkan pada suhu 1000 °C untuk waktu sintering 1 jam puncak pada 2θ sekitar 13 belum muncul. Puncak pada 21.5 untuk waktu sintering 3 jam intensitasnya berkurang jika dibandingkan dengan waktu sintering 2 jam.



Gambar 8. Difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ yang dipeparasi melalui waktu sintering 1, 2, dan 3 jam.

Pemberian Tekanan (Bentuk Pelet dan Serbuk)

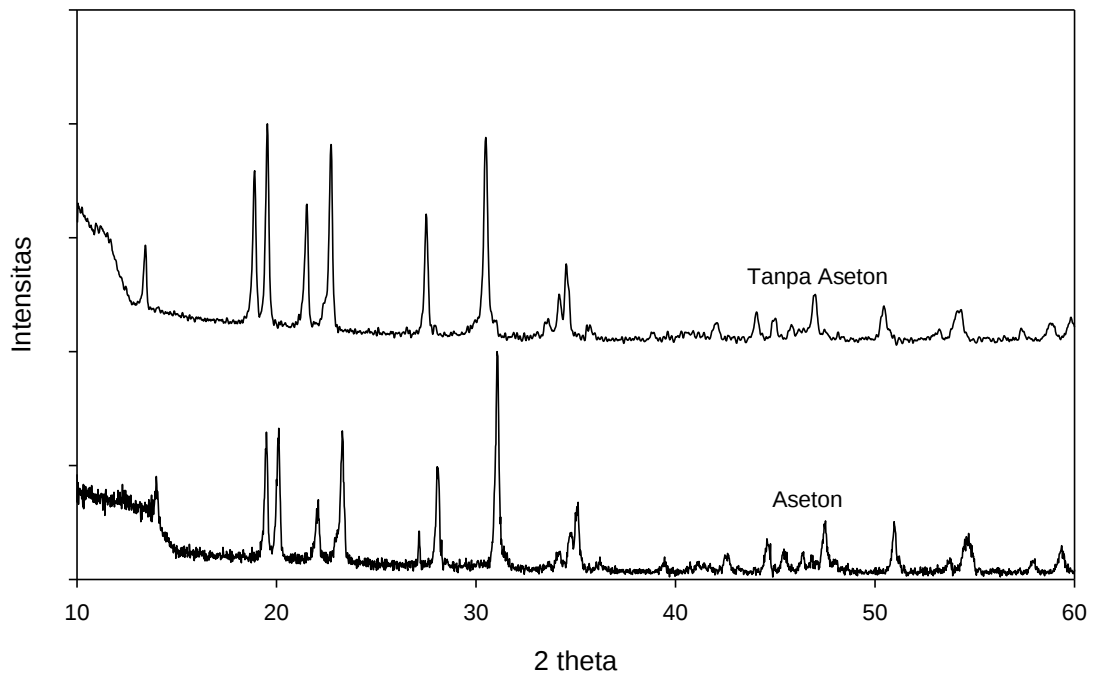
Variabel yang dipelajari melalui variasi bentuk (pelet/erbuk) adalah perlakuan pemberian tekanan pada bahan baku setelah pencampuran. Material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ dibentuk dalam pelet dengan memberi tekanan sebesar 60 psi. Hasil analisa dengan XRD untuk sampel serbuk dan pelet, ditunjukkan pada Gambar 10. Perbedaan difraktogram pelet dan serbuk untuk sintering pada suhu 1000 °C dengan waktu sintering 2 jam tidak berbeda pada pola difraktogramnya.



Gambar 9. Difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ pada berbagai bentuk

Aditif pada proses pencampuran

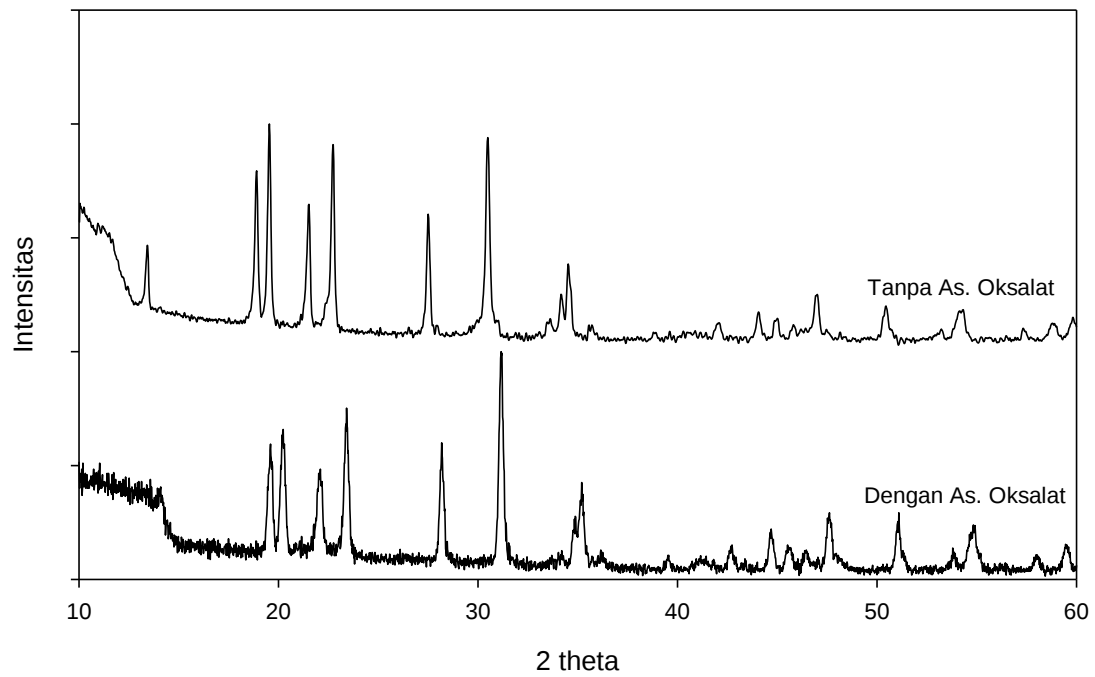
Difraktogram untuk material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{SiO}_4$ yang dipreparasi dengan penambahan aseton pada saat pencampuran, ditunjukkan pada Gambar 10. Aseton digunakan sebagai “alat bantu” untuk lebih menghomogenkan campuran. Aseton digunakan pada saat penggerusan dengan lumpang alu. Hasil difraksi sinar-X menunjukkan adanya pengurangan intensitas puncak “pengotor” pada 2θ 21.5.



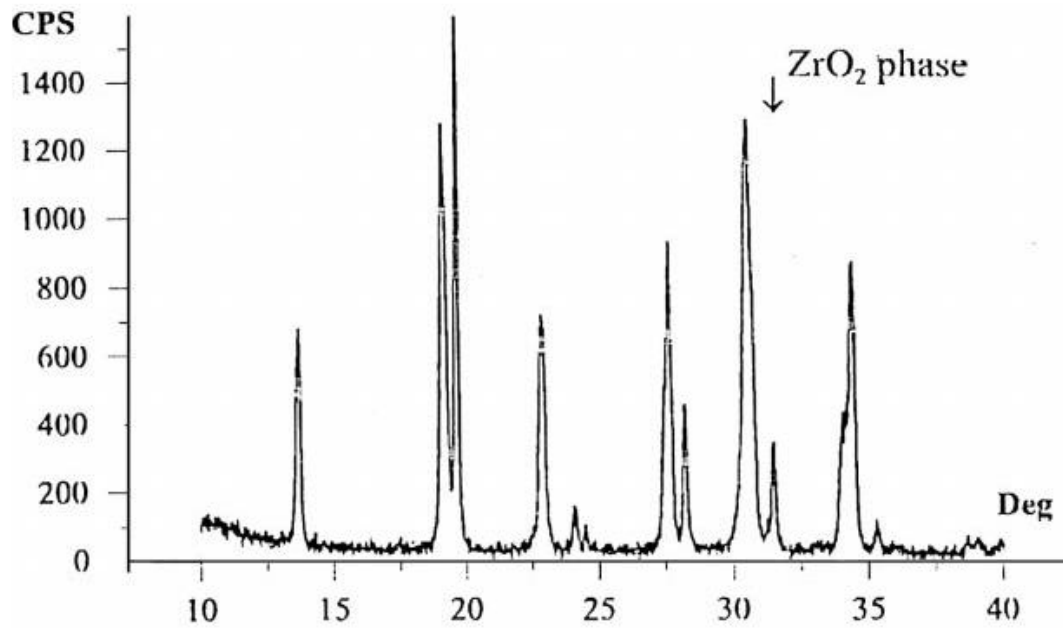
Gambar 10. Difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ variasi proses penggerusan

Penggunaan aditif organik (As. Oksalat)

Penggunaan asam oksalat pada campuran bertujuan untuk memberikan hotspot pada bahan baku saat dipanaskan. Hotspot ini diharapkan muncul sebagai hasil pembakaran asam oksalat. Untuk proses sintering pada 1000 °C tidak berpengaruh terhadap hasil sintering. Tidak ada pengaruh yang cukup signifikan yang ditunjukkan oleh difraksi sinar-X.



Gambar 11. Difraktogram XRD material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$ hasil preparasi melalui ariasi komposisi



Gambar 12. Difraktogram XRD NASICON dengan metode sol-gel [8]

D. Kesimpulan

Hasil analisis dengan TG-DTA, FTIR dan XRD menunjukkan bahwa material $\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{SiO}_4$ dapat dipreparasi dengan metode reaksi padat-padat pada temperatur di atas $900\text{ }^\circ\text{C}$. Proses sintering pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ menunjukkan hasil yang paling baik. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan adanya puncak ZrO_6 dan PO_4^{3-} pada material hasil preparasi. Sedangkan analisa dengan XRD menunjukkan adanya sudut difraksi yang relevan dengan NASICON rujukan.

Pustaka

- [1] N. Miura, S. Yao, Y. Shimizu, and N. Yamazoe, *New auxiliary sensing material for solid electrolyte NO_2 sensors*, Solid State Ionic, 70/71 (1994) 572-577
- [2] M.R.M. Jiang and M.T. Weller, *A nitrite solid-state NO_2 gas sensor*, Sensors and Actuators B: Chemical 30 (1996) 3-6
- [3] N. Miura, M. Ono, K. Shimano, and N. Yamazoe, *A compact amperometric NO_2 sensor based on Na^+ conductive solid electrolyte*, Journal of Applied Electrochemistry 28 (1998) 863-865
- [4] Y. Yang and C-C. Liu, *Development of a NASICON based amperometric carbon dioxide sensor*, Sensors and Actuators B: Chemical 62 (2000) 30-34
- [5] E. Traversa, H. Aono, Y. Sadaoka, and L. Montanaro, *Electrical properties of sol-gel processed NASICON having new composition*, Sensors and Actuators B: Chemical 65 (2000) 204-208
- [6] S. Zhang, B. Quan, Z. Zhao, Z. Zhao, B. Zhao, Y. He, W. Chen, *Preparation and characterization of NASICON with a new sol-gel process*, Materials Letters 58 (2003) 226-229
- [7] F. Qui, Q. Zhu, X. Yang, Y. Quan, B. Xu, *Preparation of planar CO_2 sensor based on solid-electrolyte NASICON synthesized by sol-gel process*, Sensors 4 (2004) 193-198
- [8] Y. Yang, C-C. Liu, *Development of NASICON-based amperometric carbon dioxide sensor*, Sensors and Actuators B 62 (2000) 30-34