

## Preparasi dan karakterisasi kalsium zirkoniat yang didoping dengan indium sebagai elektrolit pada sensor hidrogen dalam leburan aluminium

Achmad Hanafi Setiawan, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20277870&lokasi=lokal>

---

### Abstrak

**ABSTRAK**

CaZrO<sub>3</sub> yang didoping dengan indium dapat digunakan sebagai elektrolit padat dalam sensor hidrogen. Selama casting, hidrogen dalam leburan aluminium dapat menyebabkan porositas, sehingga gas hidrogen harus dihilangkan dengan degassing. Pengukuran konsentrasi hidrogen secara in situ dapat digunakan untuk mengoptimalkan proses tersebut dan dengan demikian memperbaiki kualitas aluminium hasil casting. Untuk mensintesa material CaZr(1-x)N<sub>x</sub>O(3-x/2), pada penelitian ini digunakan dua metoda preparasi yaitu proses serbuk dan proses pencampuran larutan. Pengaruh konsentrasi dopan pada struktur dianalisa- dengan hamburan sinar-X, sedangkan konduktivitasnya dengan spektroskopi impedansi. Disain elektroda kerja yang dibentuk dengan proses slip casting (berfungsi sebagai wadah elektroda pembanding padatan) dimaksudkan untuk efisiensi dengan menghilangkan kebutuhan pipa penyalur gas pada disain sensor yang menggunakan gas hidrogen sebagai elektroda pembanding. Prototype yang dihasilkan kemudian diuji ketahanannya terhadap kejutan termal dalam leburan aluminium skala 5-15 kg.

Karakterisasi dengan hamburan sinar-X dari kedua contoh menunjukkan bahwa pembentukkan CaZr<sub>0,9</sub>In<sub>0,1</sub>O<sub>2,95</sub> melalui pembentukkan hasil antara CaIn<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dan CaZrO<sub>3</sub>. Kondisi temperatur dan lama kalsinasi dari masing-masing contoh dilakukan pada 1000°C selama 12 jam dengan proses pencampuran larutan dan 1400°C selama 20 jam dengan proses serbuk. Hasil pengukuran dengan spektroskopi impedansi dari contoh yang dipreparasi dengan kedua metoda memperlihatkan ketergantungan konduktivitas terhadap temperatur mengikuti hukum Arrhenius pada rentang temperatur 500 s/d 800°C dalam gas Argon. Konduktivitas dari CaZr<sub>0,9</sub>In<sub>0,1</sub>O<sub>2,95</sub> untuk x = 0 sampai 0,2 bertambah dengan naiknya jumlah pemakaian In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Energi aktivasi untuk contoh yang dipreparasi dengan proses campuran larutan (0,50 eV) lebih kecil dari contoh yang dipreparasi dengan proses serbuk (1,11 eV).

Out-put dari sensor dengan menggunakan beberapa material elektroda pembanding menunjukkan konsistensinya dibandingkan dengan hasil dari kalkulasi pembentukkan energi bebas masing-masing oksida. Sensor ini tahan terhadap kejutan termal setelah pemanasan pada 400°C selama 30-40 menit. Pembacaan yang stabil diperoleh setelah sensor dicelupkan ke dalam leburan aluminium selama 3-4 menit.

---

**ABSTRACT**

CaZrO<sub>3</sub> doped with indium can be used as the solid electrolyte in hydrogen sensors. Hydrogen in molten aluminum during casting can lead to porosity, so hydrogen is removed by degassing. In situ measurement of the hydrogen concentration can be used to optimized the degassing process, and thus improve the quality of the resulting aluminum casting. In this work, two preparation methods (powder and liquid-mix processing) were utilized to synthesize CaZr(1-x)N<sub>x</sub>O(3-x/2). The effect of dopant concentration on the structure was

determined using x-ray powder diffraction and the conductivity in a pure-argon atmosphere was determined using impedance spectroscopy. To eliminate the need for tubing to transport a reference gas to the sensor, and thus potentially improve reliability and reduce fabrication cost, the sensor was designed with a condensed-phase reference electrode inside a slip-cast solid electrolyte tube. The sensor prototype was tested in an aluminum charge of 5-15 kg.

The x-ray diffraction results confirm that  $\text{CaZr}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{O}_{2.98}$  was formed by both methods through the formation of  $\text{CaIn}_2\text{O}_4$  and  $\text{CaZrO}_3$ . The calcination time and temperature for the liquid-mix process ( $1000^\circ\text{C}$  for 12 hours) was significantly less than that for conventional powder processing ( $1400^\circ\text{C}$  for 20 hours). The impedance spectroscopy results from samples prepared by both methods show that the temperature dependence of the conductivity in argon follows an Arrhenius relationship over the temperature range of  $500$  to  $800^\circ\text{C}$ . The conductivity of  $\text{CaZr}_{(1-x)}\text{In}_x\text{O}_{(3-x/2)}$  for  $x=0$  to  $0.20$  increases as the amount of  $\text{In}_2\text{O}_3$  increases. The apparent activation energy for samples prepared by liquid-mix processing ( $0.50$  eV) was less than that for samples prepared by powder processing ( $1.11$  eV).

Comparison of the output of sensors using different reference electrode materials was consistent with calculations from the free energy formation of the relevant oxides. The sensor was resistance to thermal shock following a preliminary treatment at  $400^\circ\text{C}$  for 30-40 minutes. A stable sensor output was obtained after inserting the sensor to the molten aluminum for 3-4 minutes.