

TUGAS AKHIR – TL184834

ANALISIS PENGARUH N-DOPED ACTIVATED CARBON PADA KARAKTERISTIK MATERIAL DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA KATALIS AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

SYARIEF HIDAYATULLOH NRP. 02511840000053

Dosen Pembimbing Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D. NIP. 197708172005011001 Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng. NIP. 197605282002121003

Program Studi Teknik Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2022



TUGAS AKHIR – TL184834

ANALISIS PENGARUH N-DOPED ACTIVATED CARBON PADA KARAKTERISTIK MATERIAL DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA KATALIS AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

SYARIEF HIDAYATULLOH NRP. 02511840000053

Dosen Pembimbing Sutarsis S.T., M.Sc., Ph.D. NIP. 197708172005011001 Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng. NIP. 197605282002121003

Program Studi Teknik Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2022 (Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184834

ANALYSIS OF THE EFFECT OF N-DOPED ACTIVATED CARBON ON MATERIAL CHARACTERISTICS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF CATALYST AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

SYARIEF HIDAYATULLOH NRP. 02511840000053

Advisor Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D. NIP. 197708172005011001 Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng. NIP. 197605282002121003

Study Program of Materials Engineering Departement of Materials and Metallurgical Engineering Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2022 (This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH N-DOPED ACTIVATED CARBON PADA KARAKTERISTIK MATERIAL DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA KATALIS AC/PANI/PT-CR-CO/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Teknik Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh : SYARIEF HIDAYATULLOH NRP. 02511840000053

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph. D

2. Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.

3. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc(Eng)., Ph.D.

4. Azzah Dyah P., S.T., M.T., M.Eng., Ph.D.

Pembimbing Ko-Pembimbing

SURABAYA Juli 2022

V

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

ANALYSIS OF THE EFFECT OF N-DOPED ACTIVATED CARBON ON MATERIAL CHARACTERISTICS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF CATALYST AC/PANI/PT-CR-CO/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

FINAL PROJECT

Submitted to fulfill one of the requirements for obtaining a degree of bachelor of engineering at Undergraduate Study Program of Material's Engineering Departement of Materials and Metallurgical Engineering Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering Institut Teknologi Sepuluh Nopember

By : SYARIEF HIDAYATULLOH NRP. 02511840000053

Approved by Final Project Examiner Team :

SURABAYA July 2022

- Frair Advisor

Co-Advisor

aminer

1. Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.

2. Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.

3. Lukman Noerochim, S.T, M.Sc(Eng)., Ph.D.

4. Azzah Dyah P., S.T., M.T., M.Eng., Ph.D.

vii

Scanned with CamScanner

(This page is intentionally blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP: Syarief Hidayatulloh/02511840000053Departemen: Teknik Material dan MetalurgiDosen Pembimbing/NIP: Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D./197708172005011001

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul "ANALISIS PENGARUH N-DOPED ACTIVATED CARBON PADA KARAKTERISTIK MATERIAL DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA KATALIS AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL" adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penulisan ilmiah.

Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Mengetahui Dosen Pembimbing

(Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.) NIP. 197708172005011001

Surabaya, 20 Juli 2022

Mahasiswa

(Syarief Hidayatulloh) NRP. 02511840000053

ix

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP Departement	: Syarief Hidayatulloh/02511840000053 : Materials and Metallurgical Engineering : Sutersia S.T. M.Sc. Ph.D /197708172005011001
Advisor/NIP	: Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D./19//081/2003011001

Hereby declare that the Final Project with the title of "ANALYSIS OF THE EFFECT OF N-DOPED ACTIVATED CARBON ON MATERIAL CHARACTERISTICS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF CATALYST AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL" is the result of my own work, is original, and is written by following the rules of scientific writing.

If in the future there is a discrepancy with this statement, then I am willing to accept sanctions in accordance with the provisions that apply at Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 20 July 2022

Acknowledged Advisor

(Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.) NIP. 197708172005011001

Student

(Syarief Hidayatulloh) NRP. 02511840000053

xi

(This page is intentionally blank)

ANALISIS PENGARUH N-DOPED ACTIVATED CARBON PADA KARAKTERISTIK MATERIAL DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA KATALIS AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

Nama Mahasiswa / NRP	: Syarief Hidayatulloh/02511840000053
Departemen	: Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing 1	: Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
Dosen Pembimbing 2	: Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.

Abstrak

Fuel cell merupakan alat konversi energi ramah lingkungan yang tidak menimbulkan polusi. Fuell cell yang biasa digunakan yaitu, Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC) yang mana merupakan perangkat yang menjanjikan. Namun, untuk menggantikan bahan bakar konvensional membutuhkan peningkatan durabilitas dan pengurangan biaya yang tinggi. Oleh karena itu berkembang ide dengan penggunaan doping nitrogen dan penambahan alloy pada platinum. Karena doping nitrogen dapat meningkatkan konduktivitas dan penambahan alloy dapat menambahkan stabilitas dan aktivitas katalitik yang lebih baik. Pada penelitian ini material yang digunakan adalah Activated Carbon dengan doping nitrogen sebagai carbon support dan Pt-Cr-Co sebagai katalis dengan tujuan untuk menganalisis pengaruh pernambahan komposisi activated carbon yang didoping nitrogen dalam proses sintesis terhadap morfologi, dan performa dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI. Terdapat empat variasi perbandingan antara komposisi AC dan PANI yang digunakan yaitu 1:0, 0,66:0,34, 0,5:0,5, 0,34:0,66 yang diberi nama AC, NAC1, NAC2, dan NAC3. Kemudian keempat carbon support yang sudah diaktivasi dilakukan proses sintesis katalis. Pengujian dilakukan menggunakan XRD, SEM, BET, FTIR, CV, dan LSV. Hasil analisa menunjukkan dengan adanya penambahan doping nitrogen, dapat menurunkan intensity karbon dari hasil XRD karbon dan dapat meningkatkan surface area dari hasil uji BET. Untuk hasil cyvlyc voltammetry dari keempat katalis tidak dapat dihitung. Hasil LSV dari elektrokatalis NAC3/Pt-Cr-Co memperoleh *initial potential* yang paling tinggi pada J 1 mA/cm² sebesar 0.997 V dibandingkan dengan keempat sampel lainnya. Kemudian untuk AC/Pt-Cr-Co/N memperoleh nilai *current density* tertinggi dengan nilai 22.1561 mA cm⁻².

Kata Kunci: Fuel Cell, PEMFC, Katalis, Karbon Aktif, Doping Nitrogen

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS OF THE EFFECT OF N-DOPED ACTIVATED CARBON ON MATERIAL CHARACTERISTICS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF CATALYST AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL

: Syarief Hidayatulloh/02511840000053
: Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
: Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
: Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.

Abstract

Fuel cell is an environmentally friendly energy conversion tool that does not cause pollution. The fuel cell that is commonly used is the Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC) which is a promising device. However, replacing conventional fuels requires increased durability and high cost reductions. Therefore, the idea developed with the use of nitrogen doping and the addition of allovs to platinum. Because nitrogen doping can increase the conductivity and the addition of alloys can add better stability and catalytic activity. The material used was Activated Carbon with nitrogen doping as carbon support and Pt-Cr-Co as a catalyst with the aim of analyzing the effect of increasing the composition of nitrogen-doped activated carbon in the synthesis process on the morphology and performance of the AC/PANI/Pt catalyst. -Cr-Co/PANI. There are four variations of the ratio between the composition of AC and PANI used, they are 1:0, 0.66: 0.34, 0.5: 0.5, 0.34: 0.66 which are named AC, NAC1, NAC2, and NAC3. Then the four activated carbon supports were carried out by the catalyst synthesis process. Tests were carried out using XRD, SEM, BET, FTIR, *CV*, and *LSV*. The results of the analysis show that with the addition of nitrogen doping, it can reduce the carbon intensity of the carbon XRD results and can increase the surface area of the BET test results. For cyvlyc voltammetry results of the four catalysts cannot be calculated. The LSV results from the NAC3/Pt-Cr-Co electrocatalyst obtained the highest initial potential at J 1 mA/cm2 of 0.997 V compared to the other four samples. Then for AC/Pt-Cr-Co/N obtained the highest current density value with a value of 22.1561 mA cm⁻².

Keywords: Fuel Cell, PEMFC, Catalys, Activated Carbon, Nitrogen Doped

(This page is intentionally blank)

Abstrak	xiii
Abstract	XV
DAFTAR ISI	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
1 BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	2
2 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)	3
2.1.1 Struktur Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)	3
2.1.2 Prinsip Kerja PEMFC	4
2.2 Katalis Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)	5
2.2.1 Oxygen Reduction Reaction (ORR)	5
2.2.2 Hydrogen Oxidation Reaction (HOR)	7
2.2.3 Penyangga Katalis PEMFC	8
2.3 Karbon Aktif	8
2.3.1 Aktivasi Karbon Aktif	9
2.3.2 Pengaruh Doping Nitrogen	10
2.4 Polianilin	10
2.5 Penelitian Sebelumnya	11
3 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	13
3.1 Diagram Alir	13
3.1.1 Diagram Alir Aktivasi Karbon	13
3.1.2 Diagram Alir Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI	14
3.2 Bahan Penelitian	15
3.3 Alat Penelitian	15
3.4 Metode Penelitian	16
3.4.1 Proses Aktivasi Karbon	16
3.4.2 Proses Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI	16
3.5 Pengujian	16
3.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)	16
3.5.2 Brunauer-Emmett-Teller (BET)	17
3.5.3 X-Ray Diffraction (XRD)	17
3.5.4 Cyclic Voltammetry (CV)	18
3.5.5 Linear Sweap Voltammetry (LSV)	19
3.5.6 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)	19
3.6 Rancangan Penelitian	20
4 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Pengaruh Doping Nitrogen terhadap Karakteristik Karbon Aktif	21
4.1.1 Kristanilitas Karbon Aktif	21
4.1.2 Morfologi Karbon Aktif	22
4.1.3 <i>Surface Area</i> Karbon Aktif	24
4.1.4 Spektra FTIR	24

DAFTAR ISI

4.2 Pengaruh <i>Doping Nitrogen</i> terhadap Karakteristik Katalis	
4.2.1 Kristanilitas Katalis	
4.2.2 Distribusi Elemen Paduan Katalis Pada Karbon	
4.3 Performa Elektrokimia Katalis	
5. BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
DAFTAR PUSTAKA	
UCAPAN TERIMA KASIH	57
BIODATA PENULIS	59

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur dari single cell PEMFC	3
Gambar 2.2 Stack Fuel Cell Berulang	4
Gambar 2.3 Skema dari Proton Exchange Membrane Fuel Cell	5
Gambar 2.4 Tren aktivitas reduksi oksigen diplot sebagai fungsi dari energi pengikatan	
oksigen	7
Gambar 2.5 Tren aktivitas reduksi oksigen diplot sebagai fungsi dari energi ikat O dan	
ОН	7
Gambar 2.6 Plot volcano untuk elektrokatalisis reaksi hidrogen, sebagai fungsi entalpi	
adsorpsi hidrogen pada berbagai katalis	8
Gambar 2.7 Pola XRD Karbon Aktif	9
Gambar 2.8 Pola XRD Black Pearl 2000 (a), CDX 975 (b), Vulcan XC 72 R (c)	9
Gambar 2.9 Respon voltametri dari elektroda nondoping dan elektroda N-Doped	10
Gambar 3.1 Diagram Alir Aktivasi Karbon	13
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI	15
Gambar 3.3 Mekanisme kerja SEM	17
Gambar 3.4 Alat uji BET	17
Gambar 3.5 kema kerja XRD	18
Gambar 3.6 Skema alat CV	18
Gambar 3.7 Grafik potensial elektroda kerja yang berubah secara linier terhadap waktu	
pada uji LSV	19
Gambar 4.1 Pola Hasil Uji XRD AC, NAC1, NAC2, NAC3	21
Gambar 4.2 Hasil Uji SEM 5000x (a) AC, (b) NAC1, (c) NAC2, (d) NAC3	23
Gambar 4.3 Hasil Uji SEM 50.000x (a) AC, (b) NAC1, (c) NAC2, (d) NAC3	23
Gambar 4.4 Hasil Uji FTIR	25
Gambar 4.5 Pola Hasil Uji XRD AC/Pt-Cr-Co/N, dan NAC/Pt-Cr-Co/N	26
Gambar 4.6 Hasil Uji SEM 5000x dan Mapping (a) AC/Pt-Cr-Co/N, (b) NAC1/Pt-Cr-	
Co/N, (c) NAC2/Pt-Cr-Co/N, (d) NAC3/Pt-Cr-Co/N	27
Gambar 4.7 Hasil Pengujian Cyclic Voltammerty (CV)	28
Gambar 4.8 Hasil pengujian Linear Sweap Voltammetry (LSV) 1600 RPM	29

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 ORR pertukaran rapat arus pada berbagai bahan elektroda	6
Tabel 2.2 Perbandingan Prekursor Aktivasi Karbon	
Tabel 2.3 Properties Anilin	
Tabel 2.4 Konduktivitas PANI emeraldine salt dan emeraldine base	
Tabel 3.1 Informasi Rancangan Penelitian	
Tabel 3.2 Informasi Rencana Pengujian	
Tabel 4.1 Ukuran kristal karbon dengan penambahan PANI	
Tabel 4.2 Hasil Uji BET	
Tabel 4.3 Referensi gugus fungsi database	
Tabel 4.4 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Katalis	
Tabel 4.5 Perbandingan hasil uji LSV	

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Belakangan ini Pengembangan bahan bakar ramah lingkungan sedang marak dilakukan, terutama salah satu teknologi *fuel cell*. Fuel cell merupakan alat konversi energi ramah lingkungan dan tidak menimbulkan polusi, baik udara maupun suara. *Fuel cell* memiliki berbagai macam jenis. Salah satu diantaranya yaitu, *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC) yang mana merupakan perangkat yang menjanjikan untuk energi keterbaruan, khususnya di bidang otomotif, karena dapat dioperasikan pada temperatur rendah dan juga dapat mencapai efisiensi hingga hampir 70% dimana efisiensi ini lebih tinggi dibandingkan dengan pembakar internal lain yang hanya berkisar antara 20-35% (Kenneth I. Ozoemena, 2016). Tetapi untuk menggantikan bahan bakar konvensional membutuhkan peningkatan durabilitas dan biaya pengurangan PEMFC. Untuk mengatasi hal itu dengan cara mengurangi jumlah Pt (katalis) dan mengganti carbon support yang digunakan sambil mempertahankan kinerja FC yang tinggi. Hal ini dimungkinkan dengan cara penambahan kromium dan kobalt sebagai unsur paduan pada katalis dan mengganti carbon support dengan activated carbon yang mana lebih ekonomis daripada carbon support lainnya.

Kaewsai pada tahun 2018 melakukan penelitian dengan struktur katalis Pt-Cr/C memiliki hasil yang menjanjikan untuk ORR dalam sel bahan bakar PEMFC yang dipertimbangkan dalam hal aktvitas katalis dan stabilitas. Untuk hasil dari aktivitas masa dan daya puncak maksimum adalah 392 mA/cm² dan 284 mW/cm² (Kaewsai et al., 2018). Kumar pada tahun 2018 juga melakukan penelitian dengan struktur katalis Pt-Co/C, penggabungan Co pada pada Pt dapat menurunkan penghalang kinetik dan meningkatkan katalitik yang tinggi. Pt-Co/C menunjukkan kerapatan arus 8,7 m²/g, dan rapat daya puncak sebesar 0,27 W/cm² (Kumar et al., 2018). Dari kedua penelitian tersebut diharapkan kombinasi antara struktur katalis tersebut menjadi Pt-Cr-Co mampu mengurangi jumlah Pt namun tetap mempertahankan performa dari *fuel cell*.

Saat ini PEMFC secara umum menggunakan carbon support dari *Carbon Nanotubes* (CNT) yang mana memiliki konduktivitas listrik, konduktivitas termal, durabilitas, dan luas permukaan yang tinggi. Namun karena harga CNT yang masih mahal menyebabkan harga *fuel cell* yang tinggi (Gupta et al., 2016). Oleh karena itu, perlunya alternatif untuk menyediakan kemampuan tersebut dengan harga yang lebih murah. Diantara carbon support, activated carbon memiliki harga yang lebih terjangkau namun memiliki luas permukaan yang tinggi. Tetapi sayangnya activated carbon memiliki konduktivitas yang rendah (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006a). Hal ini dapat diatasi dengan cara melapisi polianilin (PANI) untuk meningkatkan konduktivitas tersebut, karena PANI memiliki kandungan nitrogen yang sangat tinggi (Singh & Pal, 2020). Untuk itu perlu diadakan penelitian lebih lanjut mengenai penerapan activated carbon dopping polianilin pada *fuel cell*.

Dalam penelitian ini melakukan variasi pada komposisi activated carbon dopping polianilin sintesis katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI. *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC) dengan struktur AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI merupakan katalis yang memiliki dua lapisan polianilin (PANI), lapisan polianilin pertama dilapiskan ke karbon aktif dan lapisan polianilin kedua dilapiskan pada unsur paduan Pt-Cr-Co. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh parameter terhadap karakteristik material, dan performa elektrokatalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI untuk aplikasi *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC).



1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian yang akan dilakukan, didapatkan beberapa rumusan masalah. Adapun rumusan masalah tersebut adalah:

- 1. Bagaimana pengaruh penambahan *activated carbon* dopping polianilin terhadap morfologi dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI?
- 2. Bagaimana pengaruh penambahan *activated carbon* dopping polianilin terhadap performa elektrokimia dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI?

1.3 Batasan Masalah

Agar didapatkan hasil yang optimal dan sesuai dengan yang diharapkan, maka batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1. Temperatur lingkungan penelitian dianggap konstan.
- 2. Bahan yang digunakan dianggap murni tanpa pengotor.
- 3. Lingkungan penelitian dianggap steril dari kontaminan.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu:

- 1. Menganalisis pengaruh penambahan activated carbon dopping polianilin terhadap morfologi dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI.
- 2. Menganalisis pengaruh penambahan activated carbon dopping polianilin terhadap performa elektrokimia dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan memiliki manfaat untuk memberikan informasi terkait dengan pengaruh penambahan activated carbon dopping PANI terhadap bentuk morfologi, dan performa elektrokimia dari katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI sehingga untuk penelitian selanjutnya dapat dijadikan rekomendasi dengan topik sintesis katalis PEMFC terkait dengan pemilihan perancangan metode sintesis.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC) berbahan bakar hidrogen telah luas karena keunggulan efisiensi konversi energi yang tinggi, jumlah daya yang tinggi, memiliki durabilitas yang lebih lama dan ramah lingkungan. Fitur yang membedakan PEMFC adalah kemampuannya untuk bekerja pada suhu rendah (60°C - 80°C) sementara jenis *fuel cell* lainnya banyak digunakan pada suhu tinggi. PEMFC bekerja dengan reaksi elektrokimia hidrogen dan oksigen. PEMFC telah diterapkan di berbagai bidang seperti pembangkit listrik, *portable power supply* dan otomotif. Hal ini disebabkan PEMFC memiliki kemurnian oksigen yang tinggi sebagai salah satu sumber energi ramah lingkungan yang menjanjikan, PEMFC digunakan sebagai sumber daya dengan kekuatan sinyal inframerah yang lebih rendah dan kebisingan yang lebih sedikit, dimana memiliki nilai pemanfaatan yang sangat tinggi untuk penggunaan jangka panjang. Seperti memiliki efisiensi yang tinggi dan memiliki densitas daya (power density) yang tinggi pula (Pourrahmani & van herle, 2022).

2.1.1 Struktur Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

Komponen inti dari *fuel cell* yang jelas adanya adalah katoda, anoda dan elektrolit. Selain komponen inti ini, *fuel cell* membutuhkan beberapa komponen lain seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Elektrolit yang paling umum digunakan untuk PEMFC adalah produk DuPont Nafion, yang merupakan ionomer perfluorosulfonic semi-permeabel (PFSI). Reaksi elektrokimia di anoda dan katoda dipengaruhi oleh platina elektrokatalis yang didukung pada karbon. Lapisan anoda dan lapisan katoda juga berpori untuk memungkinkan perpindahan reaktan juga mengandung sejumlah ionomer yang mana berguna untuk pengangkutan proton yang dihasilkan dalam reaksi elektrokimia. Elektron yang dihasilkan dalam lapisan katalis anoda/katoda dilakukan melalui lapisan transport berpori yang berdekatan atau PTL (biasanya disebut sebagai *gas diffusion layer* atau GDL) (Vanbruinessen, 2009).



Gambar 2.1 Struktur dari single cell PEMFC (Vanbruinessen, 2009).

PEMFC menggunakan membrane polimer tipis, transparan sebagai elektrolit dan fleksibel. Membrane ini dilapisi dengan katalis berbasis platinum dan material penyangga katalis berbasis karbon berpori di kedua sisinya. Komponen gabungan PTL, lapisan katalis, dan membram secara umum disebut sebagai *Membrane-Electrode Assembly* (MEA). PTL ditempatkan diantara lapisan katalis dan *bipolar plate*. *Bipolar plate* memiliki saluran aliran yang berfungsi untuk mengantarkan electron ke sel yang berdekatan secara konvektif mengangkut reaktan hydrogen dan oksigen (Vanbruinessen, 2009).



Karena *single cell* PEMFC tidak dapat menghasilkan listrik yang besar untuk memberi daya pada sebagian besar perangkatnya, maka biasanya merakit *fuel stack* dengan mengemas banyak *single cell* secara seri. sambungan seri elektronik dari semua *single cell* dihubungkan oleh *bipolar plate* penghantar elektrik. Jumlah *single cell* tergantung pada kekuatan dan ukuran stack yang diinginkan, dan performa dari *single cell* itu sendiri. Dengan kata lain, daya yang dapat dihasilkan oleh *fuel cell stack* ditentukan dengan jumlah selnya, total area aktif MEA, dan kinerja *single cell* (Zhang et al., 2013a).



Gambar 2.2 Stack Fuel Cell Berulang (Zhang et al., 2013b).

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 *fuell cell stack* berisi *flow field plate, end plate,* gasket, dan baut. Perbedaannya adalah ada *cooling plate* di antara masing-masing dua *single cell* yang berdekatan. Karena panas yang dihasilkan selama operasi *fuel cell*, panas yang berlebih harus dihilangkan untuk mempertahankan suhu operasi. Oleh karena itu, *cooling plate* sangat diperlukan. Di kedua sisi dibuat dengan saluran medan aliran, kemudian satu sisi berfungsi sebagai medan aliran anoda dari satu sel dan yang lainnya sebagai medan aliran katoda dari satu sel lainnya. Di dalam *bipolar plate* ini terdapat saluran untuk aliran pendingin (Zhang et al., 2013a).

2.1.2 Prinsip Kerja PEMFC

Fuel cell memiliki beberapa kesamaan dengan baterai karena keduanya mengubah energi kimia secara langsung menjadi energi listrik. Tetapi baterai menyimpan reaktan di dalamnya. Berapa banyak energi listrik yang dapat disediakan baterai tergantung pada jumlah reaktan yang disimpan di dalam dan laju pemakaian. Oleh karena itu, baterai adalah perangkat penyimpan dan pengubah energi. Sebaliknya, *fuel cell* tidak menyimpan reaktan apa pun di dalam reactor yang disebut stack. Reaktan disimpan di luar *fuel cell stack*, dan hanya ketika *fuel cell* diperlukan untuk menghasilkan energi listrik, reaktan akan dipasok ke *fuell cell stack*. Berapa banyak energi listrik yang dapat disediakan tergantung pada jumlah reaktan yang disimpan dalam tangka penyimpanan. Ketika reaktan habis, tangka yang menyimpan perlu diisi ulang, dan proses ini hanya memakan waktu beberapa menit (Spiegel, 2007).

Oleh karena itu *fuel cell* memiliki efisiensi konversi baterai yang tinggi dan karakteristik pengisian bahan bakar yang cepat. *Fuel cell* dapat menggantikan baterai, karena *fuel cell* mengubah energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia, itu adalah reactor elektrokimia. Reactor elektrokimia harus memiliki dua elektroda, satu untuk oksidasi bahan bakar dan yang lainnya untuk reduksi oksigen. Elektroda tempat terjadinya reduksi oksidasi bahan bakar disebut anoda, dan elektroda tempat terjadinya reduksi oksigen disebut katoda. Anoda dan katoda dipisahkan oleh elektrolit untuk mencegah dari kontak langsung. Oksidan kehilangan elektron pada permukaan anoda, dan elektron yang dihasilkan melewati



sirkuit eksternal untuk mencapai katoda, di mana elektron diambil oleh oksidan. Dalam proses perpindahan elektron dari anoda ke katoda, energi listrik diberikan kepada alat yang membutuhkan energi listrik (Spiegel, 2007).



Gambar 2.3 Skema dari Proton Exchange Membrane Fuel Cell (Spiegel, 2007).

Gambar 2.3 menunjukkan reaksi elektrokimia menggunakan hidrogen (H₂) sebagai bahan bakar, oksigen (O₂) sebagai oksidan, dan konduktor proton sebagai elektrolit. Di anoda, H₂ terdisosiasi menjadi proton (H⁺) dan elektron. Proton diangkut melalui elektrolit ke katoda, dan elektron bergerak di sepanjang sirkuit eksternal ke katoda juga, dimana bergabung dengan oksigen membentuk air H₂O. Ketika elektron melewati beban listrik di sepanjang sirkuit eksternal, itu memberi daya pada beban. Persamaan 2.1 dan 2.2 menunjukkan reaksi pada anoda dan katoda pada PEM *fuel cell*.

Anoda :
$$H_2 \longleftrightarrow 2H^+ + 2e^-$$
 (2.1)

Cathoda:
$$\frac{1}{2}O_2 + 2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_2O$$
 (2.2)

Reaksi elektrokiia yang terjadi keseluruhan dapat dituliskan sebagai berikut:

Overall:
$$H_2 + \frac{1}{2} O_2 \longleftrightarrow H_2O$$
 (2.3)

Dapat dilihat bahwa Persamaan 2.3 sama dengan hidrogen bereaksi secara kimia dengan oksigen dama proses pembakaran. Namun dalam proses pembakaran, hidrogen dan oksigen akan bersentuhan langsung, dan molekul hidrogen kehilangan elektron langsung ke molekul oksigen. Dalam proses pembakaran kimia seperti itu, panas dari energi listrik dihasilkan. Dengan kata lain, suatu reaksi kimia tidak dapat menghasilkan arus listrik secara langsung. Sebaliknya reaksi hidrogen dan oksigen pada Gambar 2.3 terjadi pada dua elektroda yang berbeda, yang dipisahkan oleh elektrolit, dan hidrogen dan oksigen tidak bersentuhan langsung satu sama lain. Karena elektrolit hanya memungkinkan proton untuk ditransportasikan elektrok melalui sirkuit eksternal (Qi, 2014).

2.2 Katalis Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

2.2.1 Oxygen Reduction Reaction (ORR)

Oksigen (O₂) merupakan unsur yang paling melimpah di bumi. Reaksi reduksi oksigen (ORR) juga merupakan reaksi terpenting dalam proses konversi energi dalam *fuel cell*. ORR dalam larutan berair terjadi melalui dua jalur: jalur reduksi 4 elektron langsung dari O₂ ke H₂O, dan jalur reduksi 2 elektron dari O₂ menjadi hidrogen peroksida (H₂O₂). Dalam pelarut aprotik tidak berair dan dalam larutan basa, jalur reduksi 1 elektron dari O₂ menjadi



superoksida (O₂⁻) juga dapat terjadi. ORR adalah reaksi yang terjadi di katoda, biasanya kinetika ORR sangat lambat.

Arus pertukaran merupakan parameter kinetik penting yang mewakili laju raksi elektrokimia pada kesetimbangan. Besarnya rapat arus pertukaran menentukan seberapa cepat reaksi elektrokimia dapat terjadi. Kerapatan arus pertukaran reaksi elektrokimia tergantung pada reaksi dan pada permukaan elektroda tempat reaksi elektrokimia terjadi. Misalnya, pada elektroda Pt, rapat arus pertukaran oksidasi hidrogen beberapa orde lebih besar daripada ORR. Reaksi reduksi oksigen menunjukkan rapat arus tukar yang lebih tinggi pada elektroda Pt daripada elektroda Au. Oleh karena itu, bahan elektroda atau katalis memiliki efek yang kuat pada kinetika ORR. Bahan yang berbeda dapat memberikan kepadatan arus pertukaran yang berbeda. Tabel 2.1 mencantumkan rapat arus pertukaran ORR pada berbagai bahan elektroda.

Katalisator	ORR pertukaran arus kerapatan (A.cm ²)
Pt	$2,5 \times 10^{-7}$
PtO/Pt	$1,7 imes 10^{-10}$
FePc	$1,3 \times 10^{-7}$
PtFe/C	$2,15 \times 10^{-7}$
PtW ₂ C/C	$4,7 imes 10^{-7}$
Ru _x Se _y	$2,22 \times 10^{-8}$
$Ru_xFe_ySe_z$	$4,47 \times 10^{-8}$

Tabel 2.1 ORR pertukaran rapat arus pada berbagai bahan elektroda. (Jiujun Zhang, 2008).

Kerapatan arus pertukaran berhubungan dengan luas elektroda sebenarnya dan dengan konsentrasi reaktan, terutama untuk ORR pada elektroda Pt dalam *fuel cell*. Area elektroaktif sebenernya dari Pt berbeda secara signifikan dari area geometrisnya, dan tekanan parsial O₂ tidak 1 atm. Jadi rapat arus pertukaran intrinsik harus digunakan.

Reaksi reduksi oksigen pada permukaan logam lain seperti Au, Ir, Rh, dll juga telah diteliti lebih lanjut. Namun logam ini menunjukkan aktivitas katalitik yang lebih rendah terhadap ORR daripada Pt. Selain itu, logam tersebut tidak stabil secara elektrokimia dankarena itu lebih mudah teroksidasi daripada Pt. Gambar 2.4 menunjukkan tren aktivitas reduksi oksigen sebagai fungsi energi ikat oksigen, dan Gambar 2.5 menunjukkan tren sebagai fungsi energi ikat O dan OH. Kedua gambar menunjukkan bahwa Pt adalah katalis ORR yang paling aktif (Jiujun Zhang, 2008).



LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



Gambar 2.4 Tren aktivitas reduksi oksigen diplot sebagai fungsi dari energi pengikatan oksigen. (Jiujun Zhang, 2008).



Gambar 2.5 Tren aktivitas reduksi oksigen diplot sebagai fungsi dari energi ikat O dan OH. (Jiujun Zhang, 2008).

2.2.2 Hydrogen Oxidation Reaction (HOR)

Elektrokatalis HOR adalah salah satu area penting dalam aplikasi *fuel cell*. Secara umum, elektrokatalis dapat dianggap sebagai jenis spesifik dari katalis heterogen dimana reaktan dan produk teradsorpsi ke permukaan katalis selama proses reaksi. Reaktan, diaktifkan oleh interaksi dengan permukaan katalis, dengan cepat dan selektif diubah menjadi produk teradsorpsi. Kemudian, produk yang teradsorpsi meninggalkan permukaan katalis dalam langkah desorpsi, membebaskan permukaan untuk melanjutkan siklus reaksi berikutnya (Meng et al., 2022).

Karena adsorpsi dan desorpsi reaktan pada permukaan katalis dapat secara langsung mempengaruhi kemampuan kataliknya, "volcano curve" sering diplot untuk mengkorelasikan rapat arus pertukaran HOR dengan entalpi adsorpsi H⁺. jika entalpi terlalu kecil, kinetika adsorpsi lambat akan terjadi dan membatasi laju reaksi keseluruhan, jika entalpi terlalu tinggi, desorpsi H menjadi sulit. Oleh karena itu, langkah desorpsi H ini akan menjadi langkah penentu laju dalam reaksi keseluruhan. Oleh karena itu, diperlukan nilai antara adsorpsi H pada suatu katalis agar dapat menjadi katalis aktif. Seperti yang ditunjukkan Gambar 2.6, logam kelompok Pt memiliki nilai adsorpsi H yang sedang dan menunjukkan aktivitas katalitik yang tinggi. Logam golongan platinum, termasuk Pt, Ru, Pd, Ir, Os, dan Rh, telah lama dikenal sebagai katalis untuk ORR dan HOR. Pada permukaan logam golongan



platinum, kemisorpsi hidrogen dapat dengan mudah menghilangkan oksigen yang teradsorpsi dengan pembentukan air pada suhu kamar, yang biasanya tidak terjadi pada logam transisi lainnya karena mengikat oksigen terlalu kuat. Karakteristik lain dari logam golongan platinum adalah kemampuannya untuk mendisosiasi H₂ dengan adanya H₂O (Jiujun Zhang, 2008).



Gambar 2.6 Plot *volcano* untuk elektrokatalisis reaksi hidrogen, sebagai fungsi entalpi adsorpsi hidrogen pada berbagai katalis (Jiujun Zhang, 2008).

2.2.3 Penyangga Katalis PEMFC

Platinum adalah bahan katalis yang paling umum digunakan untuk reaksi ORR dan HOR yang terjadi di PEMFC, tetapi biaya yang tinggi mulai menghalangi dari teknologi ini. Untuk mengurangi jumlah platinum, berbagai bahan pendukung yang telah diteliti seperti katalis berbasis oksida logam, katalis berbasis karbon dll, yang digunakan dalam PEMFC. Hal itu dilakukan, karena ingin memperoleh aktivitas katalitik dan pemanfaatan katallis yang tinggi. Selain itu, dispersi partikel katalis yang seragam pada bahan pendukung berpori merupakan persyaratan penting untuk peningkatan aktivitas katalitik. Bahan pendukung katalis yang ideal harus memenuhi persyaratan penting dari luas permukaan yang besar, struktur mesopori, konduktivitas elektronik, stabilitas elektrokimia yang tinggi, dan pemulihan katalis elektro yang mudah untuk meningkatkan katalitik (Karuppanan et al., 2018).

2.3 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah bahan karbon berpori dengan aplikasi yang terus berkembang, karena tingkat porositas yang tinggi dan luas permukaan yang tinggi. Struktur karbon mengandung gugus fungsi utama seperti karboksil, karbonil, fenol, dan lakton yang berfungsi untuk menyerap kontaminan. Oksigen, hidrogen, dan nitrogen juga terdapat dalam bentuk gugus fungsi. Sifat adsorpsi yang unik bergantung pada gugus fungsi karbon aktif yang ada, yang sebagian besar berasal dari proses aktivasi, prekursor dan pemurnian termal. Untuk mendapatkan hasil yang baik, adsorpsi karbon dan oksigen yang tinggi dalam adsorben sangat diperlukan. Keunggulan dari karbon aktif diantaranya adalah ketahanan abrasi yang tinggi, kekuatan termal yang tinggi dan diameter pori kecil, yang mana menghasilkan peningkatan permukaan dan demikian meningkatkan kapasitas adsorpsi. Pori-pori yang tebentuk pada permukaan karbon aktif dikategorikan sebagai pori makro > 25 nm, 1 nm < mesopori < 25 nm, pori mikro < 1 nm. (Heidarinejad et al., 2020). Karbon Aktif memiliki sifat yang amorf jika dibandingkan dengan carbon yang lain dimana memiliki kristanilitas yang lebih baik, dapat dilihat pada Gambar 2.7 dan Gambar 2.8.



LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



Gambar 2.7 Pola XRD Karbon Aktif (Palanichamy & Ariharaputhiran, 2013).



Gambar 2.8 Pola XRD Black Pearl 2000 (a), CDX 975 (b), Vulcan XC 72 R (c) (Pulidindi, 2016).

2.3.1 Aktivasi Karbon Aktif

Metode proses aktivasi karbon aktif dapat dibuat dengan dua cara yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Pada umumnya aktivasi fisika yang digunakan adalah proses dua langkah yang melibatkan proses karbonisasi di atmosfer netral dan kemudian aktivasi dalam gas inert dengan peningkatan suhu di kisaran 800-1100°C. Metode ini memiliki kemampuan untuk menghasilkan karbon aktif dengan struktur berpori dan kekuatan fisik yang baik, yang mana merupakan metode pembuatan karbon aktif yang bebas bahan kimia. Namun, waktu aktivasi yang lama dan kapasitas adsorpsi karbon aktif yang rendah serta konsumsi energi yang tinggi merupakan kekurangan utama dari aktivasi fisika (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006c).

Dalam aktivasi kimia untuk pembuatan karbon aktif, prekursor organik diaktifkan dengan adanya bahan kimia pada suhu tinggi. Untuk aktivasi kimia bahan baku dijenuhkan dengan bahan kimia pengoksidasi dan sangat dehidrasi. Bahan kimia yang digunakan biasanya adlah KOH, NaOH, H₃PO₄, K₂CO₃ dan bahan kimia aktivasi lainnya. Setelah impregnasi, suspensi dikeringkan dan campuran yang tersisa dipanaskan selama waktu tertentu. Tergantung pada bahan pengaktif, aktivasi dapat berlangsung pada suhu berkisar antara 400-900°C, dimana selulosa terdegradasi. Akhirnya, karbon aktif dapat diperoleh dari pencucian berulang dari campuran yang dihasilkan (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006b). Tabel 2.2 menunjukkan perbandingan prekursor aktivasi karbon



Table 2.2 Perbandingan Prekursor Aktivasi Karbon				
Material	Precursor	Temperatur	SBET	Referensi
Bambu	H ₃ PO ₄	600°C	1335	(Q. S. Liu et al., 2010)
Tempurung Kelapa	H ₃ PO ₄	450°C	789	(Moreno-Barbosa et al., 2013)
Bambu	K ₂ CO ₃	750°C	2237	(QS. Liu et al., 2010)
Tempurung Kelapa	NaOH	700°C	2825	(Martins et al., 2015)
Bambu	КОН	850°C	1896	(Hameed et al., 2007)
Tempurung Kelapa	КОН	850°C	1026	(Mohd Din et al., 2009)

2.3.2 Pengaruh Doping Nitrogen

Heteroatom doping karbon dengan heteroatom seperti nitrogen dapat mengubah sifat karbon. Misalnya, karbon yang didoping nitrogen menunjukkan kemampuan ketahanan oksidasi yang tinggi dan aktivitas katalitik yang lebih tinggi. Gambar 2.7 menunjukkan peningkatan aktivitas katalitik pada karbon yang didoping nitrogen. Karbon yang didoping tidak hanya mengkatalisis reduksi O2 tetapi juga mengkatalisis dekomposisi H2O2. Situs aktif dalam karbon yang didoping nitrogen adalah atom karbon yang berdekatan dengan atom N, dengan berdektan dengan atom N menunjukkan kemampuan ikatan yang kuat, yang mampu meningkatkan aktivitas katalitiknya (Karuppanan et al., 2018).



Gambar 2.9 Respon voltametri dari elektroda nondoping dan elektroda N-Doped (Karuppanan et al., 2018).

2.4 Polianilin

Polimer penghantar listrik adalah senyawa yang disintesis dari monomer dengan ikatan kimia terkonjugasi yang dapat meningkatkan konduktivitas polimer. Secara umum, polimer ini menjanjikan sebagai bahan untuk banyak aplikasi, poliimer ini dapat menggantikan logam



dan semikonduktor karena konduktivitas listriknya, densitas rendah, dan kemudahan dari pembuatannya. Polianilin (PANI) adalah salah satu polimer konduktor dengan sintesis yang mudah dan stabilitas yang tinggi. PANI disintesi dari monomer anilin (Asrori, 2000). Tabel 2.3 menunjukkan *properties* dari anilin (Boeva & Sergeyev, 2014).

Sifat	Nilai
Berat Molekul	93,12
Kelarutan Dalam Air	36,070 mg/L
Temperatur Degradasi	350°C
Densitas	$1,02 \text{ g/cm}^3$
Titik Lebur	-6,3°C
Titik Didih	184,1°C
Tekanan Uap	0,489 mm Hg

|--|

Polianilin terbentuk dari monomer yang tereduksi yang membentuk *emeraldine*. Bentuk *emeraldine salt* dengan warna hijau memiliki konduktivitas semikonduktor yang lebih tinggi daripada polimer lain ($<10^{-9}$ S cm⁻¹) tetapi lebih rendah dari logma (>104 S cm⁻¹). PANI *emeraldine salt* dapat diubah menjadi *emeraldine base* yang tidak menghantarkan listrik dengan amonium hidroksida. Tabel 2.4 menunjukkan konduktivitas dari PANI *emeraldine salt* dan *emeraldine base* serta pengaruh temperaur saat polimerisasi (Stejskal, 2002).

Kondisi Reaksi	PANI Salt	PANI Base
	$(S \text{ cm}^{-1})$	$(S \text{ cm}^{-1})$
20°C	4.37	6.0 x10 ⁻¹¹
0°C	7.58	8.3 x10 ⁻⁸
+1 M HCl pada 20°C	11.90	3.9 x10 ⁻⁹
+1 M HCl pada 0°C	9.83	2.5 x10 ⁻⁸

Tabel 2.4 Konduktivitas PANI emeraldine salt dan emeraldine base (Stejskal, 2002).

2.5 Penelitian Sebelumnya

Pada tahun 2012, Chen, dkk. Merancang dan mensintesis katalis Pt/C@PANI yang menunjukkan peningkatan aktivitas dan daya tahan katalis yang lebih baik dibandingkan dengan Pt/C tanpa penambahan polianilin. Aktivitas dan stabilitas yang tinggi dari katalis Pt/C@PANI dianggap berasal dari struktur inti yang ditambahkan PANI, yang menginduksi delokalisasi elektron. Ketebalan rata-rata cangkang PANI adalah 2,5, 5, dan 14 nm untuk spesimen Pt/C@PANI dengan *loaded* PANI masing-masing 20, 30, dan 50%. Hasil percobaan menujukkan bahwa aktivitas reaksi reduksi oksigen sangat bergantung pada ketebalan cangkan PANI dan peningktan terbesar dalam sifat katalitik terjadi pada ketebalan 5 nm (S. Chen et al., 2012).

Pada tahun 2017, Jiuxiao, dkk. Membuat elektrokatalis platinum memiiki durabilitas yang baik dengan memasukkan lapisan PVP ganda ke dalam elektrokatalis, dimana lapisan PVP pertama digunakan untuk melapisi *carbon black* sebelum pengendapatn Pt dan lapisan PVP kedua diletakkan pada nanopartikel Pt. lapisan PVP pertama pada karbon hitam menguntungkan untuk efisiensi pemanfaatan Pt yang lebih tingii yang dikaitkan dengan penutupan pori mikro. Lapisan PVP kedua pada nanopartikel Pt berfungsi untuk menstabilkan nanopartikel Pt dan agregasi Pt diperlambat. Pada percobaan elektrokatalis Pt berlapis PVP menunjukkan hamir stabil, ukuran Pt dan luas permukaan elektrokimia selama potensial



cycle. Sebaliknya, elektrokatalis yang tidak dilapisi pada Pt nanopartikel dan komersial katalis kehilangan 35% dan 50% dari ECSA awal (Sun et al., 2017).

Pada tahun 2008, Sabrina, dkk. Membuat nanopartikel Pt dan Pt-Co yang didukung karbon dibuat dengan mereduksi prekursor logam dengan NaBH₄. Aktivitas untuk reaksi reduksi oksigen (ORR) dari katalis yang mengandung Co lebih tinggi daripada Pt murni. Kehilangan aktivitas ORR setelah uji ketahanan lebih tinggi pada Pt-Co/C dibandingkan dengan Pt/C, yaitu Pt murni menunjukkan stabilitas elektrokimia yang lebih tinggi daripada katalis biner. Stabilitas yang lebih rendah dari katalis Pt-Co disebabkan karena pembubaran Pt dan Co dan pengendapan kembali menjadi Pt, membentuk lapisa Pt murni pada partikel Pt-Co (Zignani et al., 2008).

Pada tahun 2018, Kaewsai , dkk. Membuat serangkaian katalis Pt-Cr/C dengan reduksi kimia menggunakan NaBH₄ sebagai zat pereduksi dan kemudian dipanaskan pada suhu yang berbeda dalam kisaran 500°C-900°C di bawah atmosfer N₂ selama 2 jam. Pengaruh perlakuan panas pada morfologi katalis, aktivitas reaksi reduksi oksigen dan stabilitas dalam PEMFC suhu/tekanan rendak diamati. Peningkatan suhu perlakuan panas ini meningkatkan ukuran partikel, kandungan Cr dan konduktivitas, tetapi mengurangi dispersi katalis dan luas permukaan elektrokimia dari semua katalis Pt-Cr/C. Diantara semua katalis yang diberi perlakuan panas pada 500°C adalah katalis yang paling menjanjikan untuk ORR dalam PEMFC, dipertimbangkan dalam hal aktivitas katalitik dan stabilitas (Kaewsai et al., 2018).

Elektrokatalis	Reatant	Power Density (W/cm ²)	Referensi
Pt/C@PANI	H_2/O_2	0.35	(S. Chen et al., 2012)
CB/PVP/Pt/PVP	H_2/O_2	0.73	(Sun et al., 2017)
Pt-Co/C	H_2/O_2	0.27	(Kumar et al., 2018)
Pt-Cr/C	H_2/O_2	0.284	(Kaewsai et al., 2018)
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

3.1.1 Diagram Alir Aktivasi Karbon



Gambar 3.1 Diagram Alir Aktivasi Karbon



3.1.2 Diagram Alir Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI





Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI

3.2 Bahan Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Serbuk karbon

Bahan ini digunakan sebagai bahan dasar karbon untuk sintesis katalis

2. Polianillin

Bahan ini digunakan sebagai prekursor nitrogen untuk aktivasi karbon dan sintesis katalis

- Potassium Hidroksida (KOH) Bahan ini digunakan pada proses aktivasi karbon
- 4. H2PtCl6 Bahan ini digunakan sebagai bahan sintesis katalis
- 5. CrCl₃ Bahan ini digunakan sebagai bahan sintesis katalis
- 6. Co(NO₃)₂ Bahan ini digunakan sebagai bahan sintesis katalis
- 7. Ethylene Glycol Bahan ini digunakan sebagai pelarut sintesis katalis
- 8. Aquades

Bahan ini digunakan sebagai media pencucian aktivasi karbon

9. Deionized Water

Bahan ini digunakan sebagai media pencucian sintesis katalis

3.3 Alat Penelitian

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Timbangan Digital

Alat ini digunakan untuk menimbang bahan baku yang digunakan

2. Ayakan

Alat ini digunakan untuk mendapatkan ukuran karbon yang diinginkan

- **3.** *Ball mill* Alat ini digunakan untuk menghancurkan karbon
- 4. Tube Furnace

Alat ini digunakan untuk proses aktivasi dan doping

5. Hot plate

Alat ini digunakan dengan magnetic stirrer untuk proses aktivasi karbon

- 6. *Crucible* Alat ini digunakan untuk tempat proses aktivasi
- 7. Gelas beaker

Alat ini digunakan untuk tempat bahan-bahan kimia

- 8. Gelas ukur Alat ini digunakan untuk tempat mengukur baha
 - Alat ini digunakan untuk tempat mengukur bahan-bahan kimia
- 9. *Vacuum oven* Alat ini digunakan untuk pemanasan sampel

10. Vacuum Filtration

Alat ini digunakan untuk penyaringan sampel



Penelitian ini dilakukan melalui proses aktivasi karbon dan proses sintesis katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI untuk mengetahui performa dari *Proton Exchange Membrane Fuel Cell*.

3.4.1 Proses Aktivasi Karbon

Langkah awal dari proses aktivasi karbon yaitu dengan pencampuran karbon dengan serbuk KOH dan polyaniline dengan perbandingan (1:3:0, 0,67:3:0,33, 0,5:3:0,5, 0,4:3:0,6). Campuran kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam dan keringkan selama 4 jam pada temperatur 130°C. Hasil campuran dimasukkan ke dalam crucible keramik kemudian dimasukkan ke dalam horizontal furnace 850°C selama 2 jam menggunakan gas inert (Nitrogen/Argon). /c 10C/min heating rate. Setelah itu melakukan pencucian hasil aktivasi dengan menggunakan 1M HCl pada 120°C selama 2 jam. Hasil campuran dicuci menggunakan aquades untuk membuang senyawa kalium dan kotoran pada permukaan sampai dengan vakum filtration sampai pH 7. Selanjutnya hasil campuran dikeringkan pada 85°C selama 1 malam. Lalu terbentuklah AC, NAC1, NAC2, dan NAC3.

3.4.2 Proses Sintesis Katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI

Proses sintesis katalis AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI dengan penambahan Komposit PANI-Karbon aktif, H₂PtCl₆·6H₂O, Co(NO₃)₂·6H₂O dan Cr(NO₃)₃·9H₂O ke dalam 25 mL etilen glikol (EG) dan disonikasi agar terdispersi secara merata. Selanjutnya, 0,2 g NaBH4 ditambahkan perlahan ke dalam campuran dan terus diaduk selama 40 menit. Setelah larutan terus diaduk selama 4 jam, HCl (10% berat dalam air deionisasi) ditambahkan ke dalam campuran. Lalu endapan dikumpulkan dengan filtrasi hisap dan dikeringkan semalaman pada suhu 60°C dalam oven. Pelarutan 10 mg PANI dan 10 mg AC/PANI/Pt-Cr-Co dalam air dengan sonikasi selama 10 menit, dan AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI dikumpulkan dengan penyaringan, dan karbonisasi pada 500°C selama 3 jam. Setelah itu dilakukan proses filtrasi dengan bantuan vacuum filtration. Selanjutnya hasil filtrasi dikeringkan pada temperature 80°C selama 12 jam dalam oven untuk pengeringan. Selanjutnya dilakukan proses analisis menggunakan XRD, FTIR, SEM, CV, LSV.

3.5 Pengujian

Berikut merupakan pengujian yang akan dilakukan

3.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS. Pengujian SEM dirancang untuk mengamati morfologi material komposit. Prinsip dasar pemindaian mikroskop elektron adalah memfokuskan berkas elektron pada permukaan suatu benda dan mengambil gambar dengan mendeteksi elektron yang dipancarkan dari permukaan benda. Jika sebuah elektron mengenai suatu benda, akan terjadi dua jenis pemantulan, pemantulan elastik dan pemantulan non-elastis. Sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar-X diperoleh dari refleksi non-elastis, sedangkan sinyal backscattered electron (BSE) diperoleh dari refleksi elastis. Dalam SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi BSE yang muncul dari permukaan sampel saat dipindai dengan elektron. Elektron yang terdeteksi kemudian diperkuat dan besarnya amplitudo ditampilkan pada monitor CRT dalam gradasi terang dan gelap.





Gambar 3.3 Mekanisme kerja SEM

3.5.2 Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Pengujian BET bertujuan untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan padat dan berfungsi sebagai dasar teknis analisis untuk pengukuran luas permukaan spesifik bahan. Pengujian BET berlaku untuk sistem adsorpsi multilayer, dan biasnya menggunakan gas yang tidak bereaksi secara kimia dengan permukaan material sebagai adsorbat untuk mengukur luas permukaan tertentu.



Gambar 3.4 Alat uji BET

3.5.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui sifat bahan sebagai kristal atau amorf. Jenis sampel yang digunakan dapat berupa padatan, lembaran atau serbuk yang dihaluskan.



Pengujian ini memanfaatkan difraksi sinar-X. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik dengan energi antara 200 eV–1 MeV dan panjang gelombang antara 0,5-2,5. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antar atom dalam kristal, menjadikan difraksi sinar-X salah satu teknik analisa dalam analisi material. Analisis XRD dilakukan dengan sumber sinar-X radiasi Cu K(=1,5406) yang dilakukan di Divisi Karakterisasi Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS.



Gambar 3.5 kema kerja XRD

3.5.4 Cyclic Voltammetry (CV)

Pengujian CV digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif yang dapat mengetahui karakterisasi reaksi yang terjadi di dalam sel elektrokimia, pengujian ini akan menunjukkan plot respons arus terhadap tegangan yang diberikan pada elektroda uji. Alat ini digunakan untuk mengukur beda potensial, elektroda uji dan elektroda penghitung. Pada *cyclic voltammetry* respons arus diukur sebagai fungsi potensial, dimana pemberian potensial dilakukan secara bolak-balik, sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat teramati dengan baik.



Gambar 3.6 Skema alat CV

Pada pengujian ini, hasil *cyclic voltammetry* yang diperoleh adalah ukuran dari reaksi oksidasi hidrogen (HOR) dengan menghitung nilai luas permukaan elektrokimia (ECSA) menggunakan Persamaan 3.1 ECSA menunjukkan nilai luas permukaan aktif elektrokatalis untuk elektrolit. ECSA dihitung dari muatan adsorpsi dan desorpsi hidrogen selama reaksi



oksidasi dan reduksi yang dihasilkan, yang diturunkan dari luas kurva *cyclic voltammetry* pada arus terhadap potensial persatuan luas area aktif elektroda

$$ECSA = Qh / 0.21 m \tag{3.1}$$

Ketereangan :

ngan .		
Qh	: Muatan adsorpsi hidrogen(mC/cm ²)	
ECSAs	: Electrochemical Surface Areas (m ² /mg)	
0.21	: Muatan yang dibutuhkan untuk mengoksidasi hidrogen	
m	: Jumlah Pt (mg/cm ²)	

3.5.5 *Linear Sweap Voltammetry* (LSV)

Pengujian LSV bertujuan untuk mengukur *onset potensial* untuk reaksi reduksi oksigen (ORR) yang memberikan besaran potensial di titik inisiasi ORR. LSV menggunakan potensial elektroda kerja yang berubah secara linier terhadap waktu, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.7** mulai dari potensial Ei di mana tidak terjadi reaksi elektroda dan bergerak ke potensial reduksi (nilai lebih negatif) atau oksidasi (nilai yang lebih positif) dai analit yang diselidiki.



Gambar 3.7 Grafik potensial elektroda kerja yang berubah secara linier terhadap waktu pada uji LSV

3.5.6 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Pengujian *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) dilakukan untuk menguji katoda S/MnO₂ dengan *binder* PVA dan PVDF. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan alat Thermo Scientic Nicolet IS10 pada divisi karakterisasi material di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS ITS. Katoda S/MnO₂ diuji FTIR untuk mengetahui adanya keberadaan gugus polimer dari PVA atau PVDF yang terbentuk.

Pengujian FTIR merupakan pengujian yang memanfaatkan interaksi energi dan material, hal ini dikarenakan ketika speseimen terkena sinar inframerah, energi dari sinar inframerah tidak memiliki kekuatan yang cukup agar dapat menyebabkan atomisasi. Hal ini menyebabkan atom-atom pada spesimen akan bergetar. Skem alat uji FTIR dapat dilihat pada **Gambar 3.8**.





Gambar 3.8 Skema Alat Uji FTIR

3.6 Rancangan Penelitian

Berikut merupakan rancangan penelitian yang akan dilakukan pada penelitian ini. **Tabel 3.1** Informasi Rancangan Penelitian

	Bulan															
Kegiatan		Februari			Maret		April			Mei						
_	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Studi Literatur																
Bimbingan																
Persiapan Alat																
dan Bahan																
Proses Aktivasi																
dan Doping																
Sintesis Katalis																
Pengujian																
Spesimen																
Penyusunan																
Laporan Akhir																

Pengujian yang dilakukan pada sampel ditunjukkan oleh Tabel 3.2

Tabel 3.2 Informasi Rencana Pengujian

Material		Pengujian						
		SEM	XRD	CV	LSV	FTIR		
AC						\checkmark		
AC/PANI	\checkmark		\checkmark			\checkmark		
AC/PANI/Pt-Cr-Co/PANI		\checkmark				\checkmark		

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Doping Nitrogen terhadap Karakteristik Karbon Aktif

Karbon yang telah berhasil diaktivasi kemuadian dikarakterisasi untuk mengetahui kesesuaiannya dengan teori

4.1.1 Kristanilitas Karbon Aktif

Pengujian kristanilitas menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui pembentukan kristal atau amorf pada karbon. Keempat sampel karbon aktif yang telah diaktivasi menunjukkan kritanilitas yang mirip antara satu dengan yang lainnya yang dapat dilihat pada **Gambar 4.1**



Gambar 4.1 Pola Hasil Uji XRD AC, NAC1, NAC2, NAC3

Puncak-puncak pola XRD pada **Gambar 4.1** menunjukkan pada semua sampel memiliki puncak di sekitar 27°, puncak kedua muncul pada $2\theta = 43,44^{\circ}$. Dimana puncak-puncak ini sudah sesuai berdasarkan referensi *PDF 00-001-0646*. Pada hasil uji XRD menunjukkan bahwa karbon sangat amorf dan tren serupa yang dapat dilihat pada **Gambar 2.7** bahwa karbon aktif memang memiliki sifat yang amorf, jika dibandingkan dengan karbon



yang lainnya, dilihat pada **Gambar 2.8**. Dapat dilihat juga pada **Gambar 4.1** puncak $2\theta = 43^{\circ}$ terjadi penurunan *intensity* dikarenakan penambahan komposisi *doping nitrogen*. Hal ini dikarenakan pada penambahan *doping nitrogenn* menyisakan anotm nitrogenyang tidak terprotonasi dalam PANI. Dimana PANI mmengumpal dan polimerisasi PANI ke karbon menyebabkan pengendapan pada permukaan karbon (Sharma et al., 2015). Lalu pada penambahan komposisi *doping nitrogen* dapat menyebabkan pergeseran puncak pada karbon. Hal ini diakibatkan karena adanya distorsi karena *defect* penambahan *doping nitrogen* (Kumari et al., 2015).

Pengaruh penambahan komposisi PANI terhadap ukuran kristal karbon, dilakukan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Scherer* sesuai dengan persamaan 4.1.

Keterangan :

D : Ukuran Kristal (Å)

 λ : Panjang Gelombang Alat XRD (1,54056 Å)

B : Lebar Setengah Puncak (°)

 θ : Sudut Terbentuknya Puncak (°)

Hasil perhitungan ukuran kristal dapat dilihat pada Tabel 4.1

Sampel	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)					
AC	5.06602	1.6084					
NAC1	2.88775	2.8226					
NAC2	6.48658	1.25459					
NAC3	7.44707	1.09683					

Tabel 4.1 Ukuran kristal karbon dengan penambahan PANI

Dari tabel diatas didapatkan ukuran kristal yang berbeda dari keempat sampel yang berbeda, dimana hasil ini didapatkan karena keempat sampel memiliki nilai FHWM yang berbeda. Semakin kecil nilai FWHM (Full Width at Half Maximum) maka ukuran kristal yang dimiliki semakin besar, dari data diatas sampel NAC1 memiliki ukuran kristal yang paling besar dan sampel NAC3 memiliki ukuran kristal yang paling kecil. Untuk hal ini belum bisa disimpulkan pengaruh variasi penambahan *doping nitrogen* terhadap ukuran kristal karbon.

4.1.2 Morfologi Karbon Aktif

Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk melihat morfologi partikel dan porositas dari keempat sampel karbon aktif. **Gambar 4.2** merupakan hasil pengujian SEM pada perbesaran 5000x, dan **Gambar 4.3** merupakan hasil pengujian SEM untuk perbesaran 50000x.





Gambar 4.3 Hasil Uji SEM 50.000x (a) AC, (b) NAC1, (c) NAC2, (d) NAC3



Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa morfologi partikel yang didapatkan yaitu *irregular*, dimana partikel memiliki ukuran besar dan kecil. Pada perbesaran 5000x, masih belum tampak untuk pori-porinya. Pada perbesaran 50000x terlihat pori-pori pada sampel NAC1 dan NAC2, namun setelah dihitung dari perbandingan skala ukuran pori tersebut pada NAC1 yaitu 79,814 nm, dan untuk NAC2 memiliki ukuran pori yaitu 126,814. Dimana untuk ukuran pori pada NAC1, dan NAC2 adalah makropori, karena memiliki ukuran > 25 nm. Untuk sampel AC, dan NAC3 masih belum bisa ditentukan, dikarenakan pori yang belum terlihat.

4.1.3 Surface Area Karbon Aktif

Untuk mengetahui luas permukaan karbon aktif yaitu dengan melakukan pengujian *Brunauer-Emmett-Teller* (BET). Pengukuran luas permukan ini akan mempengaruhi dari performa dari katalis, dimana semakin besar luas permukaan maka akan semakin banyak *metal* yang menempel pada karbon aktif. Data-data dari sampel karbon aktif dengan penambahan PANI dengan uji BET dapat dilihat pada **Tabel 4.2**.

Tabel 4.2 Hasil Uji BET

Sampel	Surface Area (m ² /g)
AC	927,536
NAC1	1348,809
NAC2	1071,259
NAC3	1403,384

Dari tabel diatas didapatkan *surface area* dari keempat sampel karbon dengan variasi penambahan komposisi PANI yang berbeda. *Surface area* terbesar ditunjukkan pada sampel NAC3 yaitu 1403,384m²/g, dimana pada sampel ini komposisi PANI yang ditambahkan paling banyak. Pada karbon aktif yang tidak ditambahkan PANI memiliki *surface area* terkecil yaitu 927,536m²/g. Dapat disimpulkan bahwa penambahan komposisi PANI dapat meningkatkan *surface area* dari karbon aktif. Hal ini diakibatkan karena pengaruh proses perendaman dengan KOH, mengakibatkan meningkatnya *surface area* dari PANI juga. *Surface area* dari PANI yang diaktivasi menggunakan KOH sebesar 2415,95 m²/g (Y. Chen et al., 2011).

4.1.4 Spektra FTIR

Pada pengujian FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada AC, dan NAC. Analisis ini untuk mengetahui nitrogen terbentuk pada lapisan permukaan *activated carbon*. Referensi spektrum menggunakan jurnal UPI pada tahun 2019, yang ditunjukkan pada **Tabel 4.3**. (Nandiyanto et al., 2019)

Tabel 4.3 Referensi gugus fungsi database (Nandiyanto et al., 2019)

Gugus	WAVE NUMBER (cm-1)
N-H bend	1650-1550
C-O stretch	1140-1070







Hasil dari analisis pengujian FTIR ditunjukkan pada **Gambar 4.4**. Terdapat perbedaan bahwa sampel AC tidak memiliki peak pada *wavenumber* 1563,64 cm⁻¹, sedangkan pada sampel NAC menunjukkan adanya peak tersebut. Dimana peak ini menunjukkan adanya gugus N-H yang didapat dari penamban PANI. Lalu pada puncak 1094,21 cm⁻¹ terdapat ikatan C-O *stretch*. Hal ini menjukkan bahwa kedua sampel memiliki ikatan C-O *stretch*. Hal ini menujukkan bahwa b

4.2 Pengaruh Doping Nitrogen terhadap Karakteristik Katalis

Katalis yang telah berhasil disintesis kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui kebenarannya dengan teori.

4.2.1 Kristanilitas Katalis

Hasil pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui pembentukan kristal atau amorf pada katalis. Pengujian menggunakan alat *X-Ray Diffractometer* menunjukkan bahwa keempat variasi katalis yang telah disintesis yaitu, AC/Pt-Cr-Co/N, NAC1/Pt-Cr-Co/N, NAC2/Pt-Cr-Co/N, dan NAC3/Pt-Cr-Co/N memiliki kristanilitas yang mirip antara satu dengan lainnya, ditunjukkan pada **Gambar 4.5**.



Gambar 4.5 Pola Hasil Uji XRD AC/Pt-Cr-Co/N, dan NAC/Pt-Cr-Co/N

Berdasarkan **Gambar 4.5** hasil yang didapatkan dari uji XRD menunjukan bahwa dari hasil sintesis yang dilakukan terdapat 2 alloy, yaitu Pt-Co dan Pt-Cr-Co. Dimana puncak Pt-Co diamati pada $2\theta = 23^{\circ}$, 32° , dan 53° . Dimana puncak-puncak ini sudah sesuai tren berdasarkan referensi PDF 00-029-0499. Empat puncak lainnya muncul pada $2\theta = 40^{\circ}$, 47° , 68° , dan 83° menunjukkan tren yang seusai dengan PDF 01-087-0647. Hasil ini membuktikan bahwa nanopartikel Pt yang berhasil tereduksi dari *hexachloroplatinic acid hexahydrate* dan membentuk *alloy* Pt-Co, dan Pt-Cr-Co. Dari hasil uji XRD yang dilakukan pada katalis, puncak karbon tidak dapat terlihat karena sifatnya yang sangat amorf sehingga tertutup oleh puncak dari katalis.

Untuk mengetahui ukuran krital dari katalis yang telah disintesis, maka dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan *Debye Scherer* sesuai denan persamaan 4.1. Hasil dari perhitungan dapat dilihat pada **Tabel 4.4**.

Tabel 4.4 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Katalis

Sampel	Ukuran Kristal Pt-Co (nm)	Ukuran Kristal Pt-Cr-Co (nm)
AC/Pt-Cr-Co/N	22.8793	16.6953



NAC1/Pt-C-Co/N	12.4024	10.515
NAC2/Pt-Cr-Co/N	7.98099	10.2546
NAC3/Pt-Cr-Co/N	10.8115	8.88792

Pada **Tabel 4.4** menunjukkan bahwa semakin banyak penambahan komposisi PANI pada karbon terhadap ukuran kristal Pt-Cr-Co maka semakin kecil juga ukuran kristal dari Pt-Cr-Co. Bila semakin kecil ukuran kristal maka mobilitas ion semakin naik dan mengakibatkan konduktivitas ionik yang meningkat (Sains et al., n.d.).

4.2.2 Distribusi Elemen Paduan Katalis Pada Karbon

Untuk mengetahui morfologi dari permukaan katalis maka dilakukan pengujian *scanning electron microscopy* (SEM). Sampel yang diuji adalah variasi karbon yang dideposisikan oleh *metal alloy*. Hasil dari pengujian dapat dilihat pada **Gambar 3.6**.



Gambar 4.6 Hasil Uji SEM 5000x dan *Mapping* (a) AC/Pt-Cr-Co/N, (b) NAC1/Pt-Cr-Co/N, (c) NAC2/Pt-Cr-Co/N, (d) NAC3/Pt-Cr-Co/N

Dapet dilihat pada **Gambar 4.6** morfologi yang didapatkan adalah permukaan karbon yang *irregular*. Persebaran *metal alloy* pada semua variasi permukaan karbon dapat dilihat dari *mapping* SEM, dimana persebaran yang terjadi sangat merata. Hal ini bisa dilihat juga pada **Gambar 4.2** dan **Gambar 4.3**, untuk NAC 1 dan NAC 2 pori yang awalnya terlihat lalu hilang setelah penambahan *metal alloy* pada karbon, yang menandakan bahwa pori yang telah



tertutup oleh *metal alloy*. Terkait mengenai dispersi *metal alloy* pada karbon dapat dinyatakan berhasil, karena letak *metal alloy* tepat berada diatas karbon.

4.3 Performa Elektrokimia Katalis

Katalis yang telah dikarakterisasi kemudian dilakukan pengujian *cyclic voltammetry*, dan *linier sweap voltammetry* untuk mengetahui performa dari katalis yang sudah disintesis. Pada pengujian CV, dan LSV menggunakan elektrolit 0.1 M HCLO₄, dengan menggunakan *three electrode* dengan menggunakan *glass carbon* (d = 2mm) sebagai *working electrode*, Ag/AgCl sebagai *reference electrode*, dan *platinum wire* sebagai *counter electrode*. Pada pengujian performa katalis ini dilakukan pengujian pada sampel Pt/C komersial, digunakan sebagai pembanding untuk keempat sampel yang telah disintesis.



Gambar 4.7 Hasil Pengujian Cyclic Voltammerty (CV)

Pada **Gambar 4.7** menunjukkan kurva CV untuk Pt/C komersial, AC/Pt-Cr-Co/N, NAC1/Pt-Cr-Co/N, NAC2/Pt-Cr-Co/N, dan NAC3/Pt-Cr-Co/N dijenuhkan dengan gas O_2 dengan *range potential* -0.2 V – 1.1 V (vs RHE) pada *scan rate* 50 mV/s. Luas permukaan aktif dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1, dimana QH didapat dari luasan H-ad/desorpsi dibagi dengan *scan rate*. ECSA dari keempat sampel yang disintesis tidak dapat dihitung, karena puncak platinum tertutup oleh kapasitansi dari karbon aktif yang memiliki kristanilitas rendah (amorf) (Dhelipan et al., 2017).





Gambar 4.8 Hasil pengujian Linear Sweap Voltammetry (LSV) 1600 RPM

Berdasarkan **Gambar 4.8** menunjukkan kurva LSV untuk Pt/C komersial, AC/Pt-Cr-Co/N, NAC1/Pt-Cr-Co/N, NAC2/Pt-Cr-Co/N, dan NAC3/Pt-Cr-Co/N dengan *range potential* 1.1 V - 0.2 V pada *scan rate* 10 mV/s. Pada kecepatan 1600 RPM, menunjukkan NAC2/Pt-Cr-Co/N memiliki $E_{1/2} = 0.7215$ V, dimana hasil ini lebih tinggi dibandingkan dengan 4 sampel lainnya termasuk Pt/C komersial. Lalu untuk menemukan E_i dengan cara mencari *potential* pada J = 1 mA/cm⁻², yang mana E_i menjadi awal mula *potential* mulai bereaksi. Pada hasil uji LSV yang didapatkan NAC3/Pt-Cr-Co/N memiliki *current density* sebesar 22.1561 mA cm⁻², dimana hasil ini yang tebesar dari keempat sampel

Tabel 4.5 Perbandingan hasil uji LSV						
Sampel	$J_f(mA cm^{-2})$	$E_{1/2}$ (V)	$E_i(V)$			
Pt/C	11.86	0.718	0.9061			
AC/Pt-Cr-Co/N	22.1561	0.6593	0.908			
NAC1/Pt-Cr-Co/N	21.6469	0.7207	0.995			
NAC2/Pt-Cr-Co/N	12.0119	0.7215	0.874			
NAC3/Pt-Cr-Co/N	11.9779	0.6776	0.997			



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat diambil untuk penelitian ini adalah.

- 1. Sintesis katalis AC/Pt-Cr-Co/N, NAC1/Pt-Cr-Co/N, NAC2/Pt-Cr-Co/N, dan NAC3/Pt-Cr-Co/N berhasil dilakukan. Penambahan *doping nitrogen* pada karbon mempengaruhi morfologi dari karbon. Hasil dari XRD dimana dengan penambahan *doping nitrogen* dapat menggeser puncak dari karbon, dan dapat menurunkan *intensity* dari puncak karbon. Lalu *doping* PANI pada karbon akan mempengaruhi pada nilai *surface area* yang didapatkan dari pengujian BET dimana penambahan *doping* PANI menyebabkan kenaikan *surface area*.
- 2. Performa dari elektrokatalis NAC3/Pt-Cr-Co memperoleh *initial potential* yang paling tinggi pada J 1 mA/cm² sebesar 0.997 V dibandingkan dengan keempat sampel lainnya. Untuk nilai ECSA dari sampel yang telah disintesis tidak dapat dihitung, karena puncak Pt-H *oxidation* yang tertutup oleh kapasitansi dari karbon. Lalu untuk AC/Pt-Cr-Co/N memperoleh nilai *current density* tertinggi dengan nilai 22.1561 mA cm⁻².

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan untuk penelitian ini adalah.

- 1. Melakukan pengujian TEM untuk mengetahui morfologi nanometer dari katalis dan mengetahui *disperse metal alloy* pada *activated carbon*.
- 2. Melakukan pengujian XPS untuk mengetahui kandungan *doping nitrogen* secara lebih detail.
- 3. Mencari pengujian yang berstandar untuk cyclic voltammetry.



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Asrori, M. Z. (2000). Fisika Polimer. Surabaya. Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Boeva, Zh. A., & Sergeyev, V. G. (2014). Polyaniline: Synthesis, properties, and application. *Polymer Science Series C*, 56(1), 144–153. https://doi.org/10.1134/S1811238214010032
- Chen, S., Wei, Z., Qi, X., Dong, L., Guo, Y.-G., Wan, L., Shao, Z., & Li, L. (2012). Nanostructured Polyaniline-Decorated Pt/C@PANI Core–Shell Catalyst with Enhanced Durability and Activity. *Journal of the American Chemical Society*, 134(32), 13252– 13255. https://doi.org/10.1021/ja306501x
- Chen, Y., Zhu, H., & Liu, Y. (2011). Preparation of activated rectangular polyaniline-based carbon tubes and their application in hydrogen adsorption. *International Journal of Hydrogen Energy*, *36*(18), 11738–11745. https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2011.01.119
- Dhelipan, M., Arunchander, A., Sahu, A. K., & Kalpana, D. (2017). Activated carbon from orange peels as supercapacitor electrode and catalyst support for oxygen reduction reaction in proton exchange membrane fuel cell. *Journal of Saudi Chemical Society*, 21(4), 487–494. https://doi.org/10.1016/J.JSCS.2016.12.003
- Gupta, C., Maheshwari, P. H., & Dhakate, S. R. (2016). Development of multiwalled carbon nanotubes platinum nanocomposite as efficient PEM fuel cell catalyst. *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, 5(1), 2. https://doi.org/10.1007/s40243-015-0066-5
- Hameed, B. H., Din, A. T. M., & Ahmad, A. L. (2007). Adsorption of methylene blue onto bamboo-based activated carbon: Kinetics and equilibrium studies. *Journal of Hazardous Materials*, 141(3), 819–825. https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2006.07.049
- Heidarinejad, Z., Dehghani, M. H., Heidari, M., Javedan, G., Ali, I., & Sillanpää, M. (2020). Methods for preparation and activation of activated carbon: a review. In *Environmental Chemistry Letters* (Vol. 18, Issue 2, pp. 393–415). Springer. https://doi.org/10.1007/s10311-019-00955-0
- Jiujun Zhang. (2008). *PEM Fuel Cell Electrocatalysts and Catalyst Layers* (J. Zhang, Ed.). Springer London. https://doi.org/10.1007/978-1-84800-936-3
- Kaewsai, D., Yeamdee, S., Supajaroon, S., & Hunsom, M. (2018). ORR activity and stability of PtCr/C catalysts in a low temperature/pressure PEM fuel cell: Effect of heat treatment temperature. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43(10), 5133–5144. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.01.101
- Karuppanan, K. K., Panthalingal, M. K., & Biji, P. (2018). Nanoscale, catalyst support materials for proton-exchange membrane fuel cells. In *Handbook of Nanomaterials for Industrial Applications* (pp. 468–495). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813351-4.00027-4
- Kenneth I. Ozoemena, S. C. (2016). *Nanomaterials for Fuel Cell Catalysis*. Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-29930-3
- Kumar, P. R., Suryawanshi, P. L., Gumfekar, S. P., Bhanvase, B. A., & Sonawane, S. (2018). Sonochemical synthesis of Pt-Co/C electrocatalyst for PEM fuel cell applications. *Surfaces and Interfaces*, 12, 116–123. https://doi.org/10.1016/j.surfin.2018.04.002
- Kumari, R., Sahai, A., & Goswami, N. (2015). Effect of nitrogen doping on structural and optical properties of ZnO nanoparticles. *Progress in Natural Science: Materials International*, 25(4), 300–309. https://doi.org/10.1016/J.PNSC.2015.08.003
- Liu, Q. S., Zheng, T., Wang, P., & Guo, L. (2010). Preparation and characterization of activated carbon from bamboo by microwave-induced phosphoric acid activation.



Industrial Crops and Products, *31*(2), 233–238. https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2009.10.011

- Liu, Q.-S., Zheng, T., Wang, P., & Guo, L. (2010). Preparation and characterization of activated carbon from bamboo by microwave-induced phosphoric acid activation. *Industrial Crops and Products*, 31(2), 233–238. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.10.011
- Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006a). Activated Carbon (Origins). Activated Carbon, 13-86. https://doi.org/10.1016/B978-008044463-5/50016-9
- Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006b). Activation Processes (Chemical). Activated Carbon, 322–365. https://doi.org/10.1016/B978-008044463-5/50020-0
- Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006c). Activation Processes (Thermal or Physical). *Activated Carbon*, 243–321. https://doi.org/10.1016/B978-008044463-5/50019-4
- Martins, A. C., Pezoti, O., Cazetta, A. L., Bedin, K. C., Yamazaki, D. A. S., Bandoch, G. F. G., Asefa, T., Visentainer, J. v., & Almeida, V. C. (2015). Removal of tetracycline by NaOH-activated carbon produced from macadamia nut shells: Kinetic and equilibrium studies. *Chemical Engineering Journal*, 260, 291–299. https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.09.017
- Meng, K., Chen, B., Zhou, H., Shen, J., Shen, Z., & Tu, Z. (2022). Investigation on degradation mechanism of hydrogen–oxygen proton exchange membrane fuel cell under current cyclic loading. *Energy*, 242. https://doi.org/10.1016/j.energy.2021.123045
- Mohd Din, A. T., Hameed, B. H., & Ahmad, A. L. (2009). Batch adsorption of phenol onto physiochemical-activated coconut shell. *Journal of Hazardous Materials*, 161(2–3), 1522–1529. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.05.009
- Moreno-Barbosa, J. J., López-Velandia, C., Maldonado, A. del P., Giraldo, L., & Moreno-Piraján, J. C. (2013). Removal of lead(II) and zinc(II) ions from aqueous solutions by adsorption onto activated carbon synthesized from watermelon shell and walnut shell. *Adsorption*, 19(2–4), 675–685. https://doi.org/10.1007/s10450-013-9491-x
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret ftir spectroscope of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806
- Palanichamy, K., & Ariharaputhiran, A. (2013). Refuse Derived Energy Tea Derived Boric Acid Activated Carbon as an Electrode Material for Electrochemical Capacitors. *Portugaliae Electrochimica Acta*, 31, 165–174. https://doi.org/10.4152/pea.201303165
- Pourrahmani, H., & van herle, J. (2022). Evaluation Criterion of Proton Exchange Membrane (ECPEM) fuel cells considering inserted porous media inside the gas flow channel. *Applied Thermal Engineering*, 203. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2021.117952
- Pulidindi, I. (2016). Development and exploitation of carbon materials from plant sources. https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2470.8240
- Qi, Z. (2014). ELECTROCHEMICAL ENERGY STORAGE AND CONVERSION PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELLS.
- Sains, J. K., Aplikasi, D., Indriati, M., Nuryanto, R., & Suyati, L. (n.d.). Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi 16 (2) (2013) : 46-49 Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi 16 (2) (2013) : 46-49 Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Konduktivitas dan Kristalinitas Elektrolit Padat NaMn 2-x Mg x O 4.
- Sharma, A., Chaudhary, G., Kaushal, I., Bhardwaj, U., & Mishra, A. (2015). Studies on Nanocomposites of Polyaniline Using Different Substrates. *American Journal of Polymer Science*, 2015, 1–6. https://doi.org/10.5923/s.ajps.201501.01



Singh, P., & Pal, K. (2020). Activated carbon-Polyaniline composite active material slurry electrode for high capacitance, improved rheological performance electrochemical flow capacitor. *Electrochimica Acta*, *354*. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.136719

Spiegel, Colleen. (2007). Designing and building fuel cells. McGraw-Hill.

- Stejskal, J. (2002). Polyaniline. Preparation of a conducting polymer. *Pure Appl. Chem.*, 74, 8547–8867.
- Sun, J., Ling, Y., Zhang, Q., Yu, X., & Yang, Z. (2017). Simultaneous enhancements in stability and CO tolerance of Pt electrocatalyst by double poly(vinyl pyrrolidone) coatings. *RSC Advances*, 7(47), 29839–29843. https://doi.org/10.1039/C7RA04691J
- Vanbruinessen, A. (2009). DEVELOPMENT OF PT/CNT CATALYST AND TRANSPORT-KINETIC CHARACTERIZATION OF PEMFC CATALYST LAYER.
- Zhang, J., Zhang, H., Wu, J., & Zhang, J. (2013a). Design and Fabrication of PEM Fuel Cell MEA, Single Cell, and Stack. *Pem Fuel Cell Testing and Diagnosis*, 43–80. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53688-4.00002-4
- Zhang, J., Zhang, H., Wu, J., & Zhang, J. (2013b). PEM Fuel Cell Fundamentals. *Pem Fuel Cell Testing and Diagnosis*, 1–42. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53688-4.00001-2
- Zignani, S. C., Antolini, E., & Gonzalez, E. R. (2008). Evaluation of the stability and durability of Pt and Pt-Co/C catalysts for polymer electrolyte membrane fuel cells. *Journal of Power Sources*, 182(1), 83–90. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2008.03.061

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



3. HASIL PENGUJIAN XRD NAC2





5. HASIL PENGUJIAN XRD AC/Pt-Cr-Co/N



LAPORAN TUGAS AKHIR DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL



8. HASIL PENGUJIAN XRD NAC3/Pt-Cr-Co/N





9. HASIL PENGUJIAN FTIR AC



10. HASIL PENGUJIAN FTIR NAC

Institut Teknologi Sepuluh Noper

LAPORAN TUGAS AKHIR DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL



11. HASIL PENGUJIAN BET







12. HASIL PENGUJIAN SEM AC



13. HASIL EDX KARBON



LAPORAN TUGAS AKHIR DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL







4/20/2022

12. Page



LAPORAN TUGAS AKHIR DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL







calibration image 7272Date:4/20/2022 1:59:50 PMImage size:512 x 284Mag:500CxIIV:20.0kV



3. Page





4/20/2022

6. Page



LAPORAN TUGAS AKHIR DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL

14. HASIL PENGUJIAN SEM NAC1



15. HASIL PENGUJIAN SEM NAC2



16. HASIL PENGUJIAN SEM NAC3





17. HASIL PENGUJIAN SEM MAPPING KATALIS


Overlay - View000



Overlay - View000





Overlay - View000





Overlay - View000





18. HASIL PENGUJIAN CV







19. HASIL PENGUJIAN LSV







20. PROSES AKTIVASI Penimbangan karbon dan KOH perbandingan 1:3





Pencampuran dengan magnetic stirrer supaya homogen



Proses pyrolisis dalam *furnace* dengan aliran gas nitrogen



Hasil proses pyrolysis



Pencucian karbon aktif dengan HCl 1M dan aquades



Hasil drying karbon aktif





21.PROSES SINTESIS KATALIS Pencampuran metal alloy dengan EG



Pencampuran dengan karbon



Filtering katalis



UCAPAN TERIMA KASIH

Pada pengerjaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir ini, penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepaa pihak-pihak yang telah membantu, antara lain:

- 1. Bapak Sutarsis selaku dosen Pembimbing 1 dan Bapak Agung Purniawan selaku dosen Pembimbing 2 yang selalu memberikan bimbingan,saran, masukan , dan motivasi untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- 2. Ayah, ibu, bude, keluarga yang selalu memberikan dukungan, motivasi, dan doa yang selalu dipanjatkan agar penulis dimudahkan dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini.
- 3. Mas Yusuf Pradaesar selaku Post Doc Lab R&D PEM FC yang telah suportif dan memberikan bimbingan dalam menyelesaikan Tugas Akhir.
- 4. Maya Redanti Wirastuti selaku pendamping yang selalu memberi dukungan dan masukan untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- 5. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS.
- 6. Partner Tugas Akhir Darell Muflih Arrahman, Demas Muhammad Abyan, dan Ahmad Fahmi Prakoso yang telah suportif dalam berjuang bersama-sama dalam menyelesaikan Tugas Akhir.
- 7. Rikza, Yuslam, Fatah, Ganang, Mas Arda, Arga, Aldi, Akbar, Hanif, dan semua keluarga besar Kos Family yang selalu menjadi teman selama kuliah.
- 8. Kiyep, Winner, Kiwil dan semua penghuni Kos Cozzy sebagai teman yang menemani selama di kos
- 9. Teman-teman Revival selaku Angkatan 22 pada SMA DU2 sebagai teman yang menemani, dan memberi dukungan
- 10. Teman-teman mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi angkatan 2018 selaku angkatan penulis yang telah banyak memotivasi dan membantu penulis.

Akhir kata, semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat untuk pengembangan penelitian lebih lanjut dan siapapun yang membutuhkan di masa mendatang.

Surabaya, 20 Juli 2022 Penulis

Syarief Hidayatulloh



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Syarief Hidayatulloh, dilahirkan di Bekasi, 16 Januari 2000 yang merupakan anak pertama dari pasangan Sahal dan Rieny Damayanti. Penulis menyelesaikan studi formal nya di SD Nasima Semarang, SMP Nasima Semarang, dan di SMA Darul Ulum 2 Unggulan BPPT Jombang CIS ID(113). Setelahnya penulis melanjutkan studi S1 di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember melalui jalur SBMPTN pada tahun 2018. Selama berkuliah penulis aktif dalam kePANItiaan seperti Silver Parade, OC LKMM Pra TD. Selain itu penulis juga pernah menjabat menjadi Kepala Divisi Informasi BSO MB HMMT ITS. Penulis pernah melakukan praktik magang di PT.Semen Indonesia Group

Tuban, Jawa Timur . Dalam studinya di Teknik Material dan Metalurgi, penulis mengambil Tugas Akhir dalam bidang Material Inovatif untuk aplikasi PEM *Fuel Cell*. Penulis dapat dihubungi melalui alamat email <u>hsyarief27@gmail.com</u> dan nomor telepon +6281336242579

(Halaman ini sengaja dikosongkan)