

TUGAS AKHIR - TL234839

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN *HOLDING TIME*
TERHADAP PERFORMA ELEKTROKIMIA DAN STABILITAS
PADA KATALIS Pt@FeNC UNTUK APLIKASI PEMFC**

HIKMATIAR MUSLIM AL HAQ
NRP 5011221130

Dosen Pembimbing
Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 197708172005011001
Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 199202212024061001

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2026

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



TUGAS AKHIR - TL234839

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN *HOLDING TIME*
TERHADAP PERFORMA ELEKTROKIMIA DAN STABILITAS
PADA KATALIS Pt@FeNC UNTUK APLIKASI PEMFC**

HIKMATIAR MUSLIM AL HAQ
NRP 5011221130

Dosen Pembimbing
Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 197708172005011001
Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 199202212024061001

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2026

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184839

STUDY OF THE EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE AND STABILITY IN Pt@FeNC CATALYSTS FOR PEMFC APPLICATIONS

HIKMATIAR MUSLIM AL HAQ
NRP 5011221130

Advisor
Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 197708172005011001
Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.
NIP 199202212024061001

Study Program of Material Engineering
Department of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2026

(This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN HOLDING TIME TERHADAP PERFORMA ELEKTROKIMIA DAN STABILITAS PADA KATALIS Pt@FeNC UNTUK APLIKASI PEMFC

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 : **HIKMATIAR MUSLIM AL HAQ**
NRP. 5011221130

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

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

Pembimbing

2. Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.

Ko-Pembimbing

3. Respati Kevin Prama Dewandaru, S.Si., M.Sc., Ph.D.

Penguji

4. Haniffudin Nurdiansah, ST. M.T

Penguji

SURABAYA
Januari, 2026

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

STUDY OF THE EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE AND STABILITY IN Pt@FeNC CATALYSTS FOR PEMFC APPLICATIONS

FINAL PROJECT

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

By : **HIKMATIAR MUSLIM AL HAQ**
NRP. 5011221130

Approved by Final Project Examiner Team:

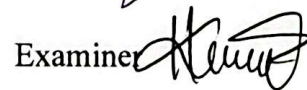
1. Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.


Advisor

2. Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.


Co-Advisor

3. Respati Kevin Prama Dewandaru, S.Si., M.Sc., Ph.D.


Examiner

4. Haniffudin Nurdiansah, ST. M.T.

 Examiner

SURABAYA
January, 2026

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

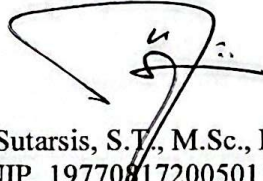
Nama mahasiswa/NRP : Hikmatiar Muslim Al Haq/5011221130
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing/NIP : Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D./197708172005011001
Dosen Ko-Pembimbing/NIP : Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D./2022199211015

dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN *HOLDING TIME* TERHADAP PERFORMA ELEKTROKIMIA DAN STABILITAS PADA KATALIS Pt@FeNC UNTUK APLIKASI PEMFC” 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.

Surabaya, 17 Januari 2026

Mengetahui
Dosen Pembimbing


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

Mahasiswa


(Hikmatiar Muslim Al Haq)
NRP. 5011221130

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

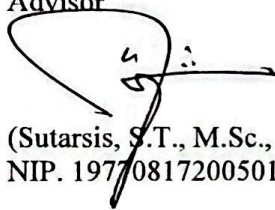
Name of student/NRP : Hikmatiar Muslim Al Haq/5011221130
Departement : Materials and Metallurgical Engineering INDSYS-ITS
Advisor/NIP : Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D./197708172005011001
Co-Advisor/NIP : Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D./ 2022199211015

hereby declare that the Final Project with the title of "STUDY OF THE EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE AND STABILITY IN Pt@FeNC CATALYSTS FOR PEMFC APPLICATIONS" 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, January 17th 2026

Acknowledged
Advisor



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

Student



(Hikmatiar Muslim Al Haq)
NRP. 5011221130

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN *HOLDING TIME* TERHADAP
PERFORMA ELEKTROKIMIA DAN STABILITAS PADA KATALIS Pt@FeNC
UNTUK APLIKASI PEMFC**

Nama Mahasiswa / NRP : Hikmatiar Muslim Al Haq/5011221130
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing : Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
Dosen Ko-Pembimbing : Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D

ABSTRAK

Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC) merupakan salah satu teknologi yang berpotensi besar dalam mengurangi dampak pemanasan global. Namun, katalis berbasis platinum yang umum digunakan masih memiliki keterbatasan, khususnya pada performa elektrokimia untuk reaksi *Oxygen Reduction Reaction* (ORR) serta stabilitas jangka panjang. Material Fe–N–C (FeNC) diketahui memiliki aktivitas ORR dan ketahanan yang baik dalam suasana asam akibat efek *anchoring* atom nitrogen terhadap Fe. Oleh karena itu, penggunaan FeNC sebagai material pendukung diharapkan dapat meningkatkan aktivitas katalitik melalui peran ko-katalis serta memperkuat stabilitas dengan mengankorkan partikel Pt pada situs nitrogen. Penelitian ini mempelajari pengaruh temperatur sintesis (300, 400, 500, dan 600 °C) serta waktu pirolisis (1, 2, dan 3 jam) terhadap karakteristik dan performa katalis Pt@FeNC. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRD, FTIR, SEM, *cyclic voltammetry* (CV), *linear sweep voltammetry* (LSV), dan uji *single cell*. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya fasa platinum dengan struktur kristal face-centered cubic (FCC) pada sudut 2θ sekitar 39–40°, 46°, 67–68°, dan 81–82°, serta keberadaan fasa Fe₂N, Fe₃C, dan Fe₂O₃. Hasil FTIR mengonfirmasi adanya ikatan Fe–N, Fe–C, dan Fe–O yang mendukung terbentuknya struktur FeNC. Pengujian CV menunjukkan bahwa katalis yang disintesis pada suhu 400 °C selama 2 jam memiliki *electrochemically active surface area* (ECSA) tertinggi dengan karakter adsorpsi–desorpsi oksigen yang paling baik. Hasil LSV juga menunjukkan bahwa kondisi ini memberikan performa ORR terbaik. Stabilitas katalis dalam suasana asam meningkat seiring kenaikan suhu dan waktu pemanasan, namun peningkatan tersebut diikuti oleh penurunan aktivitas akibat pertumbuhan kristal dan berkurangnya luas permukaan aktif. Nilai *number electron* yang mendekati 4 pada hampir seluruh variasi kondisi menunjukkan bahwa ORR berlangsung melalui mekanisme empat elektron yang efisien dengan produk utama berupa H₂O. Uji *single cell* menunjukkan bahwa katalis Pt@FeNC yang disintesis pada 400 °C selama 2 jam menghasilkan *power density* tertinggi sebesar 283 mW cm⁻², melampaui katalis Pt/C komersial. Secara keseluruhan, kondisi ini memberikan komposisi fasa yang paling optimal, ECSA tertinggi, serta keseimbangan antara aktivitas dan stabilitas, sehingga menghasilkan kinerja ORR terbaik.

KATA KUNCI: *Heat Treatment*, ORR, PEMFC, Pt@FeNC.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STUDY OF THE EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE AND STABILITY IN Pt@FeNC CATALYSTS FOR PEMFC APPLICATIONS

Student Name / NRP : Hikmatiar Muslim Al Haq / 5011221130
Departement : Materials and Metallurgical Engineering INDSYS-ITS
Advisor : Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D.
Co-Advisor : Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D.

ABSTRACT

Proton Exchange Membrane Fuel Cells (PEMFCs) are one of the technologies with great potential to mitigate the impacts of global warming. However, platinum-based catalysts that are commonly used still suffer from limitations, particularly in terms of electrochemical performance for the Oxygen Reduction Reaction (ORR) and long-term stability. Fe–N–C (FeNC) materials are known to exhibit good ORR activity and durability in acidic environments due to the anchoring effect of nitrogen atoms on iron. Therefore, the use of FeNC as a support material is expected to enhance catalytic activity through a co-catalyst effect and to improve stability by anchoring Pt particles at nitrogen sites. This study investigates the effect of synthesis temperature (300, 400, 500, and 600 °C) and holding time (1, 2, and 3 h) on the characteristics and performance of Pt@FeNC catalysts. Characterization was carried out using XRD, FTIR, SEM, cyclic voltammetry (CV), linear sweep voltammetry (LSV), and single-cell testing. XRD results reveal the formation of platinum phases with a face-centered cubic (FCC) crystal structure at 2θ angles of approximately 39–40°, 46°, 67–68°, and 81–82°, as well as the presence of Fe₂N, Fe₃C, and Fe₂O₃ phases. FTIR analysis confirms the existence of Fe–N, Fe–C, and Fe–O bonds, supporting the formation of the FeNC structure. CV measurements show that the catalyst synthesized at 400 °C for 2 h exhibits the highest electrochemically active surface area (ECSA) with the most favorable oxygen adsorption–desorption characteristics. LSV results also indicate that this condition provides the best ORR performance. Catalyst stability in acidic media increases with increasing temperature and heating time; however, this improvement is accompanied by a decrease in activity due to crystal growth and a reduction in active surface area. The electron transfer number close to 4 under almost all synthesis conditions indicates that the ORR proceeds predominantly via an efficient four-electron pathway with H₂O as the main product. Single-cell tests demonstrate that the Pt@FeNC catalyst synthesized at 400 °C for 2 h delivers the highest power density of 283 mW cm^{–2}, surpassing that of commercial Pt/C. Overall, this condition yields the most optimal phase composition, the highest ECSA, and a balanced combination of activity and stability, resulting in the best ORR performance.

KEYWORDS: *Heat Treatment*, ORR, PEMFC, Pt@FeNC.

(This page is intentionally left blank)

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	V
APPROVAL SHEET	VII
PERNYATAAN ORISINALITAS	IX
STATEMENT OF ORIGINALITY	XIII
ABSTRAK	XIII
ABSTRACT	XIII
DAFTAR ISI	XVII
DAFTAR GAMBAR	XIX
DAFTAR TABEL	XXI
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	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Fuel Cell	5
2.2 Proton Exchange Membran Fuel Cell (PEMFC)	5
2.3 Katalis PEMFC	6
2.4 Oxygen Reduction Reaction (ORR)	7
2.5 Bimetal Katalis	8
2.5.1 Katalis PtFe	9
2.6 Melamine	10
2.7 Fe-N-C	11
2.8 Heat Treatment	14
2.9 Penelitian Sebelumnya	15
BAB III METODOLOGI	17
5.1 Diagram Alir	17
3.1.1 Diagram Alir Sintesis FeNC	17
3.1.2 Diagram Alir Sintesis Pt@FeNC	18
3.2 Metode Penelitian	19
3.3 Bahan Penelitian	19
3.4 Alat Penelitian	19
3.5 Prosedur Penelitian	20
3.5.1 Proses Sintesis FeNC	21
3.5.2 Proses Sintesis Pt@FeNC	21
3.6 Proses Pengujian	21
3.6.1 Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	21
3.6.2 Pengujian Cyclic Voltammetry (CV)	22
3.6.3 Pengujian Linier Sweep Voltammetry (LSV)	23
3.6.4 <i>Single cell</i> Test	24
3.6.5 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	25
3.6.6 Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy	26
3.7 Pengujian dan Karakterisasi	27
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	29
4.1 Analisa Performa Variasi Temperatur	29

4.1.1	Hasil Karakterisasi Variasi Temperatur	29
4.1.2	Hasil Uji Elektrokimia Variasi Temperatur	36
4.2	Analisa Performa Variasi <i>Holding Time</i>	43
4.2.1	Hasil Karakterisasi Variasi <i>Holding Time</i>	43
4.2.2	Hasil Uji Elektrokimia Variasi <i>Holding Time</i>	47
4.3	Hasil Pengujian <i>Single cell</i>	54
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		57
5.1	Kesimpulan.....	57
5.2	Saran	57
DAFTAR PUSTAKA		59
LAMPIRAN		71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skematik Rangkaian Sel PEMFC (Gao et al., 2024).....	6
Gambar 2.2 Grafik Pemetakan Energi : (a) <i>Metal-H Bond Strength</i> ,.....	7
Gambar 2.3 Skema reaksi yang mungkin terjadi di katoda sel bahan bakar membran polimer (PEMFC) (Sui et al., 2017).	8
Gambar 2.4 ORR Asosiatif dan Disosiatif (Holton & Stevenson, 2013).	8
Gambar 2.5 Dekomposisi termal melamin selama produksi <i>nitrogen-doped porous carbon</i> (NPC). (Kumar et al., 2025).	10
Gambar 2.6 Gambar FE-SEM dari (a) NCNT dan (b) fNCNT, (c) dan (d) gambar HR-TEM dari Pt/fNCNT	11
Gambar 2.7 Skema struktur grafitik dengan ikatan tunggal Fe dan jenis Nx.....	12
Gambar 2.8 Keragaman Situs Aktif yang Diamati pada Katalis Elektrik Fe-N-C dan Metode Analisis yang Digunakan untuk Mengidentifikasinya (A) Pola spektroskopi fotoelektron sinar-X di daerah N1s untuk katalis elektrik Fe-N-C. (B) Spektrografi kehilangan energi elektron dari katalis elektrik Fe-N-C. (C) Fokus pada bagian yang ditandai pada (B). (D) Transformasi Fourier dari struktur penyerapan sinar-X yang diperluas. (E) Pola Mössbauer ⁵⁷ Fe dan penyesuaiannya. (F) Pandangan samping dari bidang grafit utama yang ditampilkan pada gambar untuk menunjukkan perbedaan antara situs aktif dalam bidang dan tepi.	13
Gambar 2.9 Skema proses <i>solid-state synthesize</i> yang digunakan untuk partikel nano (NPs) paduan PtNi yang dilapisi <i>carbon shell</i>	15
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis FeNC	17
Gambar 3.2 Diagram alir Sintesis Pt@FeNC	18
Gambar 3.3 Foto <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) di Departemen Teknik Material dan Metalurgi ..	22
Gambar 3.4 Alat <i>Cyclic Voltammetry</i>	23
Gambar 3.5 Ilustrasi grafik LSV	24
Gambar 3.6 <i>Single Cell Testing</i>	25
Gambar 3.7 Foto SEM-EDX di Departemen Teknik Material dan Metalurgi	26
Gambar 3.8 Alat Uji FTIR <i>Spectroscopy</i> Departemen Teknik Material	26
Gambar 3.9 Ilustrasi Pengujian FTIR Spectroscopy (Di Gianfrancesco, 2017)	27
Gambar 4.1 Grafik XRD dari FeNC Yang Disintesis Pada Suhu 700°C Selama 3 Jam.....	29
Gambar 4.2 Kurva XRD Variasi Suhu 300, 400, 500 dan 600°C Selama 2 Jam Dibandingkan Terhadap Katalis Pt/C Komersia	31
Gambar 4.3 Hasil Pengujian FTIR Variasi Suhu Sintesis 300, 400, 500 dan 600°C Selama 2 Jam.....	32
Gambar 4.4 SEM Pada Katalis Pt@FeNC yang dipanaskan pada suhu 500°C selama 2 jam (A) 10.000x Perbesaran (B) 3.000x Perbesaran (C) 4.000x Perbesaran (D) 4.000x Perbesaran	33
Gambar 4.5 <i>Mapping Element</i> dari Katalis Pt@FeNC 500 (A) <i>Mapping element</i> keseluruhan (B) <i>Mapping element</i> Fe (C) <i>Mapping element</i> Pt (D) <i>Mapping element</i> karbon (E) <i>Mapping element</i> Nitrogen.....	35
Gambar 4.6 Hasil EDX Katalis Pt@FeNC Yang Disintesis Pada Suhu 500°C Selama 2 Jam.....	35
Gambar 4.7 Kurva CV Variasi Temperatur 300, 400 500 dan 600°C Selama 2 Jam Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial.....	36
Gambar 4.8 Diagram Hasil ECSA Variasi Temperatur Dari Kurva CV Variasi Suhu Sintesis 300, 400, 500 dan 600°C selama 2 jam.....	37

Gambar 4.9 Kurva CV Stabilitas Variasi Suhu (A) Pt/C (B) Pt@FeNC 300 (C) Pt@FeNC 400 (D) Pt@FeNC 500 (E) Pt@FeNC 600	38
Gambar 4.10 Degradasi ECSA Katalis Pt@FeNC Setelah 5000 Siklus Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial	39
Gambar 4.11 Kurva LSV <i>Rotation-Rate-Dependent</i> dan Plot Koutecky-Levich. (A) Kurva LSV Pt/C komersial, (B) Plot Koutecky-Levich Pt/C, (C) Kurva LSV Pt@FeNC 300, (D) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 300, (E) Kurva LSV Pt@FeNC 400, (F) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 400 (G) Kurva LSV Pt@FeNC 500 (H) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 500 (I) Kurva LSV Pt@FeNC 600 (J) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 600.....	41
Gambar 4.12 Kurva LSV Katalis Pt@FeNC pada Variasi Temperatur 300,400,500 dan 600°C dan Perbandingannya dengan Pt/C Komersial pada 1600 rpm	43
Gambar 4.13 Kurva XRD Pada Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 dan 3 Jam Pada Temperatur 500°C	44
Gambar 4.14 Kurva FTIR Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C	46
Gambar 4.15 Kurva CV Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C	47
Gambar 4.16 Diagram Batang ECSA dari CV Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 Dan 3 Jam Pada Suhu 500°C dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial	48
Gambar 4.17 Kurva CV Stabilitas Variasi Waktu Pemanasan Pada Suhu 500°C (A) Pt/C (B) Pt@FeNC 1h(C) Pt@FeNC 2h (D) Pt@FeNC 3h	49
Gambar 4.18 Perbandingan Degradasi ECSA Selama 5000 Siklus Pada Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial	51
Gambar 4.19 Kurva LSV <i>Rotation-Rate-Dependent</i> dan Plot Koutecky-Levich. (A) Kurva LSV Pt/C komersial, (B) Plot Koutecky-Levich Pt/C, (C) Kurva LSV Pt@FeNC 1h, (D) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 1h, (E) Kurva LSV Pt@FeNC 2h, (F) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 2h (G) Kurva LSV Pt@FeNC 3h (H) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 3h	53
Gambar 4.20 Hasil Pengujian LSV Pada 1600 Rpm Dengan Larutan Asam HClO ₄ 1M dengan Lingkungan Gas Oksigen.....	54
Gambar 4.21 Kurva Hasil Pengujian Single Cel Pada Suhu Ruang dengan Aktivasi 3 jam	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Macam-macam Tipe <i>Fuelcell</i> (Revankar, 2019)	5
Tabel 2.2 Pengaruh Suhu dan Holding Time Pada Proses Sintesis Platinum	15
Tabel 3.2 Hasil perhitungan kebutuhan prekursor untuk sintesis katalis	21
Tabel 3.3 Pengujian dan Karakterisasi	27
Tabel 4.1 Perbandingan Perhitungan Ukuran Kristal dari Pengujian XRD Variasi Suhu	31
Tabel 4.2 Komposisi Unsur Katalis Pt@FeNC 500 Pada Pengujian EDX	34
Tabel 4.3 Perbandingan Hasil ECSA Variasi Temperatur	37
Tabel 4.4 Performa Stability Elektrokimia CV Variasi Temperatur	39
Tabel 4.5 Hasil Perhitungn Pengujian LSV Variasi Temperatur	42
Tabel 4.6 Perhitungan Ukuran Kristal Pengujian XRD Variasi Waktu Pemanasan	45
Tabel 4.7 Perbandingan Hasil ECSA Variasi Waktu Pemanasan	48
Tabel 4.8 Performa Stability Elektrokimia CV Variasi Waktu Pemanasan	51
Tabel 4.9 Hasil Perhitungn Pengujian LSV Variasi Waktu Pemanasan	53
Tabel 4.10 Perbandingan Hasil <i>Single cell</i> dari Berbagai Sampel	55

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Efek rumah kaca adalah salah satu topik yang masih ada pembicaraannya sampai sekarang karena terkait dengan peningkatan temperatur di muka bumi atau biasa disebut pemanasan global. Gas-gas yang mempunyai pengaruh besar terhadap adanya efek rumah kaca ini antara lain uap air, karbon dioksida, metana, *fluorinated gases*, dan *nitrous oxide*. Gas-gas ini dihasilkan dari berbagai sektor meliputi industri *processing/manufacturing* (16,8%), pembangkit daya (21,3%), bahan bakar kendaraan (14%), pengolahan sampah (3,4%), pertanian (12,5%), pembakaran biomassa (10%), pengolahan bahan bakar fosil (11,3%), perumahan dan sektor lainnya (10,3%) (IEA, 2025). Hal tersebut terjadi karena ketergantungan umat manusia pada teknologi berbahan bakar minyak bumi yang kemudian di konversi dalam berbagai bentuk energi. Saat ini, banyak pengembangan teknologi yang ramah lingkungan dan terbarukan salah satunya adalah teknologi *fuel cell* (Roy et al., 2024) terutama *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC).

PEMFC sendiri dapat menghasilkan energi listrik dengan prinsip elektrokimia, mengkonversi energi kimia melalui HOR (*Hydrogen Oxidation Reaction*) dan ORR (*Oxygen Reduction Reaction*) menjadi energi listrik yang sejauh ini menunjukkan hasil energi dengan efisiensi serta *power density* yang tinggi dengan produk sampingannya hanya berupa air dan panas (Yarar Kaplan et al., 2018). HOR pada daerah anoda ataupun ORR pada katoda memerlukan adanya katalis untuk menginisiasi reaksi tersebut. Tetapi, sampai saat ini ORR menjadi tantangan utama dalam pengembangan PEMFC karena rendahnya laju reaksi. Katalis berbasis *Platinum Group Metals* (PGM) khususnya platinum (Pt) paling umum digunakan karena merupakan katalis yang paling aktif dan stabil terhadap ORR (Holton & Stevenson, 2013). Tetapi karena kelangkaan platina serta biaya yang mahal, karbon digunakan sebagai material penyangga karena memiliki sifat konduktivitas listrik yang tinggi, stabilitas elektrokimia yang baik, luas permukaan spesifik yang tinggi, serta ketahanan korosi yang cukup baik (Alpaydin et al., 2019).

Platinum (Pt) merupakan katalis paling efektif untuk reaksi elektrokimia pada PEMFC, khususnya pada ORR. Namun, keterbatasan utama penggunaan Pt adalah kecenderungannya mengalami aglomerasi dan *sintering* selama operasi jangka panjang akibat kondisi kerja yang bersifat asam, potensial tinggi, serta fluktuasi suhu. Aglomerasi ini menyebabkan penurunan *electrochemical surface area* (ECSA), berkurangnya jumlah situs aktif, serta degradasi performa dan stabilitas katalis secara signifikan. Oleh karena itu, strategi *anchoring* metal pada situs nitrogen dan karbon menjadi pendekatan yang menjanjikan untuk menekan migrasi dan koalesensi partikel Pt, sehingga mampu mempertahankan dispersi nanopartikel, meningkatkan stabilitas struktural, serta menjadikan FeNC sebagai situs tambahan untuk menambah reaktivitas dari ORR.

Berbagai penelitian tentang FeNC telah diteliti dalam memaksimalkan ORR, Berbagai penelitian telah mengembangkan katalis Fe–N–C (FeNC) untuk ORR. (Xue et al., 2024) menunjukkan bahwa optimasi *doping fluor* pada FeNC mampu memodifikasi struktur elektronik Fe–N_x sehingga meningkatkan aktivitas dan stabilitas ORR dalam kondisi asam. sementara (R. Li et al., 2025) melaporkan bahwa pembentukan situs Fe atom tunggal dan kluster kecil dalam matriks karbon terdoping nitrogen secara signifikan menurunkan overpotensial ORR dan meningkatkan densitas arus pada uji PEMFC. Deposit Pt pada katalis Fe–N–C dapat meningkatkan aktivitas ORR dan stabilitasnya, (J.-Y. Park et al., 2018) menemukan bahwa Pt nanopartikel yang didepositkan secara merata pada Fe–N–C melalui metode iradiasi *electron beam* menunjukkan *mass activity* ORR yang jauh lebih tinggi dibandingkan Pt/C komersial

baik di media asam maupun basa karena efek sinergis antara Pt dan dukungan FeNC. (Zhao et al., 2025) studi lanjutan melaporkan bahwa Pt/Fe–N–C yang disintesis dari prekursor ZIF-8 memiliki ikatan Pt–*support* yang kuat sehingga mengurangi pelarutan Pt dan membran oksida, yang meningkatkan durabilitas dan performa ORR dibandingkan Pt/C konvensional dengan sintesis menggunakan *electron beam*. (Ishiki et al., 2025) menunjukkan bahwa penambahan Pt (~1 wt%) ke FeNC membantu menstabilkan situs FeN₄ terhadap degradasi serta menurunkan produksi H₂O₂ selama ORR, menunjukkan bahwa interaksi elektronik Pt dapat memperbaiki stabilitas situs aktif FeNC di lingkungan asam. (Y. Sun et al., 2025) menunjukan penelitian tentang sintesis Pt@FeNC menggunakan *electron beam* untuk menggabungkan Pt nanopartikel dengan FeNC. Namun belum ada penelitian yang melakukan sintesis Pt pada FeNC menggunakan *one pot synthesize* dalam penggabungan Pt terhadap FeNC.

Penelitian ini berfokus pada proses *one pot synthesize* platinum menggunakan prekursor melamin yang didukung oleh besi (Fe) sebagai pembentuk struktur karbon terdoping nitrogen melalui perlakuan termal. Variabel temperatur dan *holding time* selama proses pirolisis dipelajari secara sistematis untuk memahami pengaruhnya terhadap elektrokimia katalis, stabilitas kimia serta interaksi Pt dengan matriks FeNC. Dengan mengontrol parameter termal tersebut, diharapkan dapat diperoleh kondisi optimum yang menghasilkan performa elektrokimia dan *single cell* terbaik. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan pemahaman mendalam mengenai hubungan antara parameter sintesis, struktur mikro, dan performa elektrokimia katalis, serta berkontribusi pada pengembangan katalis Pt di-*support* FeNC yang lebih stabil dan efisien untuk aplikasi PEMFC. Pengujian performa katalis akan diteliti melalui uji elektrokimia berupa *cyclic voltametry* (CV) dan *linear sweep voltametry* (LSV) kemudian karaktersitik katalis diuji dengan XRD, SEM, dan FTIR.

1.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur dan *holding time* pada proses sintesis Pt@FeNC terhadap performa elektrokimia pada katalis hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh temperatur dan *holding time* proses sintesis Pt@FeNC terhadap stabilitas ECSA?
3. Kondisi temperatur dan *holding time* manakah yang menghasilkan performa paling optimal untuk memperoleh kinerja ORR yang tinggi dan stabil, sehingga berpotensi meningkatkan performa katalis katoda pada PEMFC?

1.3 Batasan Masalah

Berikut merupakan batasan masalah yang digunakan agar tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau adalah sebagai berikut :

1. Penelitian ini dibatasi pada *one pot synthesize* katalis Pt@FeNC melalui proses pirolisis dengan variasi temperatur dan *holding time*, sementara parameter sintesis lain seperti laju pemanasan, atmosfer gas, dan komposisi awal bahan dianggap konstan
2. Evaluasi kinerja katalis difokuskan pada ORR sebagai aplikasi utama, tanpa membahas reaksi elektrokimia lain seperti HOR atau OER.
3. Bahan yang digunakan dianggap murni tanpa pengotor.
4. Tekanan pada *single cell* dianggap stabil

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini, adalah:

1. Menganalisis pengaruh variasi temperatur dan *holding time* pada Pt@FeNC terhadap performa elektrokimia pada katalis hasil sintesis
2. Menganalisis pengaruh temperatur dan *holding time* proses *one pot synthesize* Pt@FeNC terhadap stabilitas ECSA, khususnya dalam menekan degradasi platinum selama pengujian elektrokimia jangka panjang
3. Mengetahui kondisi temperatur dan *holding time* yang menghasilkan performa optimal untuk memperoleh kinerja ORR yang tinggi dan stabil, sehingga berpotensi meningkatkan performa katalis katoda pada PEMFC

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bertujuan memberikan pemahaman mengenai pengaruh temperatur dan *holding time* terhadap Pt@FeNC dalam meningkatkan aktivitas dan stabilitas ORR, sehingga berkontribusi pada pengembangan katalis katoda PEMFC yang lebih stabil, efisien dalam penggunaan Pt, dan berumur pakai lebih panjang.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fuel Cell

Fuel cell adalah perangkat yang menggunakan reaksi elektrokimia secara terus menerus mengubah kandungan energi kimia bahan bakar menjadi energi listrik, emisi dan sejumlah panas selama gas terumpan dan oksidan tersedia (Revankar, 2019). Gas diumpan ke anoda yang kemudian terpisah menjadi proton dan elektron melalui katalis. Elektron mengalir melalui rangkaian eksternal, menghasilkan listrik. Proton bergerak melalui elektrolit ke katoda. Di katoda, proton dan elektron bergabung dengan oksidan untuk membentuk emisi. Berikut adalah macam-macam tipe *fuel cell* yang disajikan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Macam-macam Tipe *Fuelcell* (Revankar, 2019).

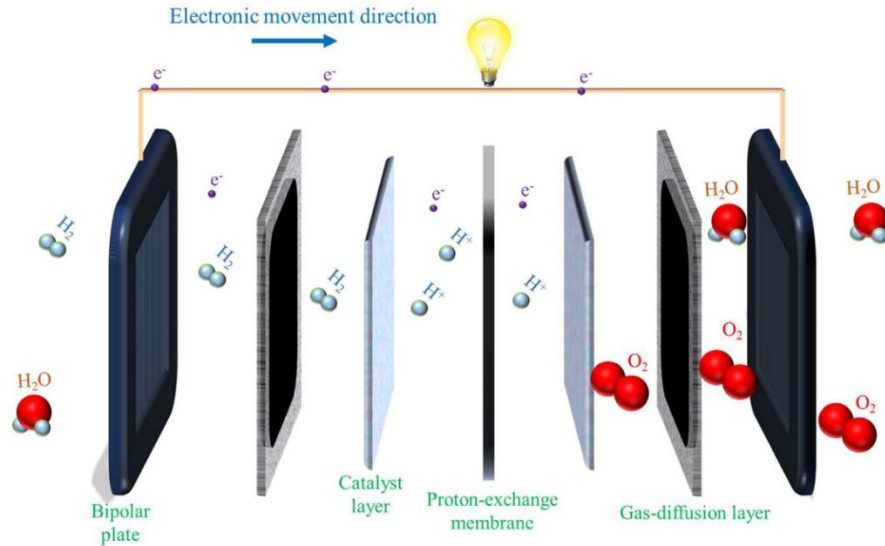
Tipe Fuelcell	Proton	Elektrolit	Temperatur Operasi	Bahan Habis dan Oksidan
<i>Alkaline Fuelcell</i> (AFC)	OH ⁺	Potassium hydroxide or sodium solution	60-120 °C	H ₂ , O ₂
<i>Phosphoric Acid Fuel Cell</i> (PAFC)	H ⁺	Phosphoric acid	220 °C	H ₂ Murni, O ₂ Murni
<i>Molten Carbonate Fuel Cell</i> (MCFC)	CO ₃ ²⁻	Lithium or potassium carbonate	600-700 °C	H ₂ , CO, CH ₄ dan hidrokarbon lainnya, O ₂
<i>Solid Oxide Fuel Cell</i> (SOFC)	O ²⁻	Solid oxide electrolyte (yttrium stabilized zirconia)	700-1000 °C	H ₂ , CO, CH ₄ dan hidrokarbon lainnya, O ₂
<i>Direct Methanol Fuel Cell</i> (DMFC)	H ⁺	Solid polymer	80 °C	Methanol, O ₂
<i>Proton Exchange Membrane Fuel Cell</i> (PEMFC)	H ⁺	Solid polymer (Nafion® 212)	80 °C	H ₂ murni, O ₂

PEMFC merupakan jenis *fuel cell* yang memiliki keunggulan dibandingkan jenis sel bahan bakar lainnya jika digunakan pada suhu operasi rendah, densitas daya yang tinggi, dan teknologi yang memiliki ruang relatif kecil untuk menghasilkan daya besar. (O'Hayre et al., 2016)

2.2 Proton Exchange Membran Fuel Cell (PEMFC)

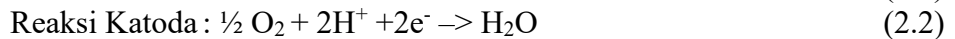
Instrumen konversi gas menjadi energi listrik PEMFC adalah seperangkat alat yang dalam satu selnya tersusun dari *Membrane Electrode Assembly* (MEA) yang berada di tengah diapit oleh pelat bipolar. Rangkaian dengan sel yang sama dan berulang disebut *fuelcell stack*. Pada

kedua ujung stak dipasang *current collector* yang berfungsi sebagai bahan konduktif yang menghubungkan stak *fuelcell* dengan kabel yang akan terhubung ke beban listrik (Gao et al., 2024). Pada MEA terjadi reaksi redoks oleh katalis platinum. Berikut adalah rangkaian sistem stak *fuelcell*. Rangkaian satu sel PEMFC ditunjukkan pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1 Skematik Rangkaian Sel PEMFC (Gao et al., 2024).

Platinum mengoksidasi hidrogen pada sisi anoda menjadi dua ion H^+ dan melepaskan elektron yang mengalir melalui *Gas Diffusion Layer* (GDL) yang bersifat konduktif terhadap listrik dan ion H^+ akan berdifusi melewati membran Nafion® 212 yang bersifat permeabilitas terhadap ion tetapi isolator terhadap listrik. Reaksi redoks pada kedua sisi MEA akan menyebabkan beda potensial yang dapat memicu migrasi elektron yang selanjutnya dimanfaatkan untuk memberikan daya pada beban listrik. Reaksi reduksi oksigen pada sisi katoda oleh platinum akan mereduksi oksigen dengan bantuan elektron yang diterima dari listrik yang mengalir dari anoda melalui kabel atau pelat bipolar itu sendiri jika *fuelcell* berbentuk stak. Ion oksigen dan ion hidrogen dengan bantuan elektron akan membentuk ikatan menjadi senyawa H_2O yang merupakan gas buang atau emisi dari sistem *fuelcell*. Air yang dihasilkan di PEMFC keluar dari sistem dengan memanfaatkan sifat hidrofobik sistem (Okonkwo et al., 2021). Reaksi oksidasi gas hidrogen pada anoda ditunjukkan pada persamaan 2.1 dan reaksi reduksi oksigen menjadi H_2O ditunjukkan pada persamaan 2.2 (Che Ramli et al., 2024).

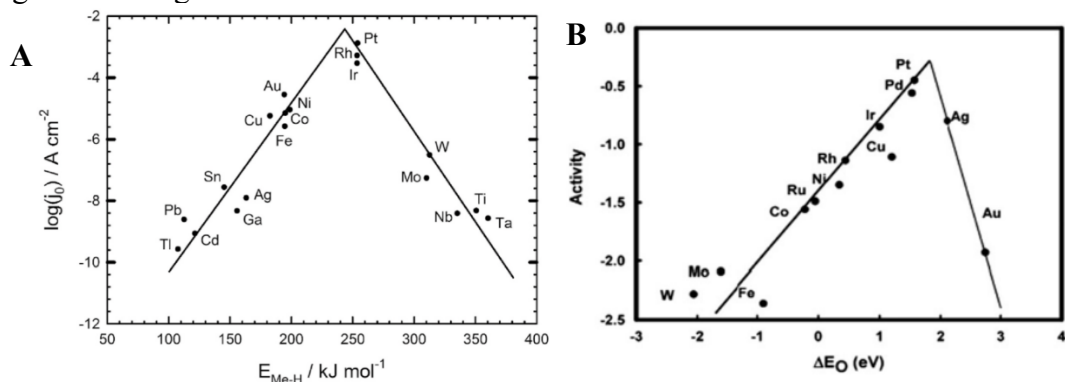


2.3 Katalis PEMFC

Platinum adalah bahan yang paling sering digunakan untuk memfasilitasi *hydrogen oxidation reaction* (HOR) yang terjadi di anoda dan *oxygen reduction reaction* (ORR) yang terjadi di katoda. Secara umum, katalis platinum berbentuk partikel-partikel kecil berskala atom di permukaan partikel karbon yang berfungsi sebagai pendukung. Reaksi yang terjadi di anoda dan katoda memiliki karakteristik yang berbeda. Hal ini memungkinkan pemahaman yang lebih

mendalam tentang *hydrogen oxidation reaction* (HOR) dan *oxygen reduction reaction* (ORR), sehingga penelitian dapat difokuskan (Sui et al., 2017).

Lapisan katalis pada rangkaian sel PEMFC berbahan habis gas hidrogen, berada di antara membran Nafion® 212 dan GDL. Katalis ini tersusun dari logam platinum dan karbon penyangga platinum/katalis yang disintesis menjadi tinta katalis kemudian diaplikasikan ke GDL atau ke membran Nafion® 212. Platinum merupakan logam yang mampu menginisiasi reaksi redoks tanpa terjadi perubahan kimia. Dalam *Platinum Group Metals* (PGM), platinum memiliki potensial reduksi standar terendah, yang berarti lebih mudah direduksi daripada material PGM lain. Platinum memiliki energi aktivasi yang relatif rendah sehingga membutuhkan sedikit energi untuk memulai reaksi disosiasi hidrogen pada permukaan platinum (Zhang, 2023). Energi ikatan negatif menunjukkan bahwa energi dilepaskan saat sistem pengikatan terjadi. **Gambar 2.2** berikut adalah grafik energi ikatan logam terhadap hidrogen dan oksigen.



Gambar 2.2 Grafik Pemetaan Energi : (a) *Metal-H Bond Strength*, (b) *Pengikatan Oksigen* (Zhang et al., 2023).

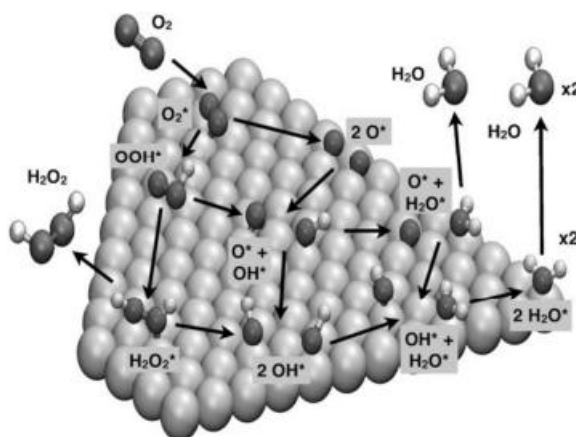
Platinum (Pt) umumnya tersedia dalam bentuk asam heksakloroplatin (IV) atau H_2PtCl_6 karena beberapa alasan praktis dan kimiawi yang membuat lebih mudah untuk digunakan dalam berbagai aplikasi industri dan ilmiah. H_2PtCl_6 adalah senyawa yang relatif stabil dalam kondisi ruang, sehingga mudah untuk disimpan dan ditransportasikan tanpa risiko dekomposisi yang signifikan. Dalam banyak reaksi kimia, platinum diperlukan dalam bentuk terdispersi halus pada material lain. H_2PtCl_6 dapat dengan mudah direduksi menjadi platinum pada permukaan penyangga seperti karbon. Perkursor ini dapat terdekomposisi pada temperatur 350 °C dan dapat larut dengan baik pada air, namun dalam kondisi proses reduksi yang menghasilkan PtCl_2 dan PtCl_4 mempunyai temperatur dekomposisi berturut-turut 550 °C dan 370 °C serta kedua senyawa ini tidak mudah larut dengan air pada temperatur kamar (Verde et al., 2004).

2.4 Oxygen Reduction Reaction (ORR)

Reaksi ORR yang terjadi di katoda memiliki mekanisme yang relatif lebih kompleks dibandingkan dengan HOR. ORR merupakan tantangan utama dalam PEMFC karena bahan katalis harus stabil dalam lingkungan sel bahan bakar dan cukup aktif untuk mengaktifkan O_2 . Selain itu, katalis juga harus cukup mulia untuk dapat menghilangkan air produk dari katalis sehingga area katalis dapat dibersihkan setelah reaksi selesai. Karena kesulitan dalam reaksi ORR, katoda memerlukan kandungan Pt yang relatif lebih tinggi. Reaksi ORR di katoda merupakan sumber setengah dari kerugian tegangan dalam PEMFC (Holton & Stevenson, 2013).

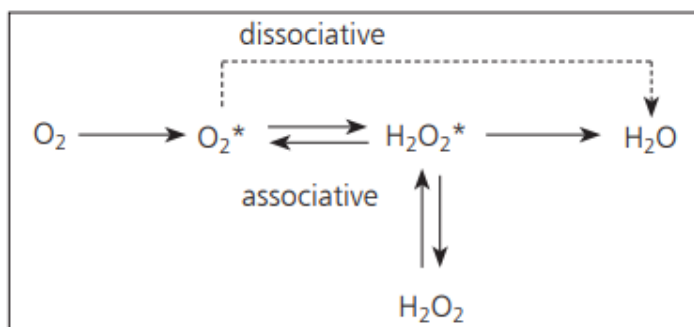
Ada dua jalur reaksi yang dapat terjadi pada katalis katoda sel bahan bakar, yaitu reaksi empat elektron atau reaksi disosiatif dan reaksi dua elektron atau reaksi asosiatif. Reaksi empat

elektron adalah reaksi yang diinginkan karena tidak menghasilkan hidrogen peroksida yang dapat merusak elektroda dan elektrolit, serta memiliki potensi operasional tinggi yang menghasilkan efisiensi sel bahan bakar yang baik. Namun, reaksi dua elektron tetap terjadi, yang mengakibatkan adanya hidrogen peroksida (H_2O_2) yang dapat mengurangi efektivitas transfer elektron dalam ORR, sehingga menurunkan efisiensi sel bahan bakar sambil merusak elektroda dan elektrolit. **Gambar 2.3** menunjukkan skema berbagai variasi reaksi yang dapat terjadi dalam ORR (Sui et al., 2017).



Gambar 2.3 Skema reaksi yang mungkin terjadi di katoda sel bahan bakar membran polimer (PEMFC) (Sui et al., 2017).

Pada **Gambar 2.3** menunjukkan bahwa ketika O_2 diserap oleh permukaan katalis katoda, diperlukan aktivasi lebih dari 0,5 eV untuk memecah ikatannya sebelum diprotonasi oleh hidrogen dan direduksi oleh elektron (Sui et al., 2017).



Gambar 2.4 ORR Asosiatif dan Disosiatif (Holton & Stevenson, 2013).

Pada **Gambar 2.4** menggambarkan reaksi asosiatif dan disosiatif secara sederhana, di mana dapat dilihat bahwa H_2O_2 terbentuk karena ikatan O_2 tidak dapat diputus atau dinonaktifkan untuk menghasilkan hidrogen peroksida. H_2O_2 dapat berdifusi menuju PEM dan menyebabkan degradasi oksidatif radikal pada membran, sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi ORR yang tidak diinginkan adalah reaksi ORR asosiatif (Holton & Stevenson, 2013).

2.5 Bimetal Katalis

Kinerja katalis berbasis platinum (Pt) dapat ditingkatkan melalui dua prinsip utama, yaitu meningkatkan pemanfaatan atom Pt dengan memperbanyak situs aktif katalitik yang terekspos, serta meningkatkan aktivitas intrinsik katalitik Pt dengan menyesuaikan struktur elektroniknya.

Dalam dua dekade terakhir, berbagai strategi telah dikembangkan untuk mewujudkan hal ini, antara lain melalui pembentukan struktur intermetalik teratur, pembuatan nanostruktur multi-dimensi dengan bentuk khusus, eksposur *High-Index Facets*/HIFs), pembentukan Pt-skin), serta pengembangan material *support* yang inovatif. Setiap pendekatan tersebut bertujuan untuk memaksimalkan efisiensi atom Pt sekaligus meningkatkan stabilitas katalis selama reaksi reduksi oksigen (ORR) (Zhou et al., 2024).

Khusus pada katalis paduan PtM (M = logam transisi), performa katalitik sangat dipengaruhi oleh sifat intrinsik logam pendamping, seperti jari-jari atom, elektronegativitas, kinetika difusi suhu tinggi, dan kinetika reduksi. Di antara berbagai logam transisi, kelompok besi (Fe, Co, Ni) menunjukkan keunggulan yang signifikan dalam membentuk katalis PtM dengan aktivitas ORR tinggi (Zhou et al., 2024). Hal ini disebabkan efek elektronik yang dihasilkan dari interaksi antara Pt dan logam transisi tersebut mampu menyesuaikan energi adsorpsi oksigen di permukaan Pt ke tingkat yang optimal, sehingga mempercepat proses reaksi elektrokimia.

Berdasarkan teori dan hasil penelitian terkini, paduan Pt-Fe, Pt-Co, dan Pt-Ni terbukti mampu meningkatkan *specific activity* (SA) dan *mass activity* (MA) katalis secara signifikan dibandingkan Pt/C konvensional (Zhou et al., 2024). Efek sinergis antara Pt dan logam transisi tidak hanya meningkatkan aktivitas ORR, tetapi juga memperkuat struktur kristal katalis, sehingga meningkatkan stabilitas elektrokimia dan ketahanan terhadap pelarutan atom Pt. Oleh karena itu, penelitian saat ini berfokus pada pengendalian bentuk (seperti struktur inti-kulit, nanostruktur berongga, dan nanowire), pembentukan senyawa intermetalik berorde tinggi, serta optimasi material penyangga seperti karbon terpori, derivatif MOF, dan oksida logam untuk mendapatkan katalis PtM yang memiliki kombinasi ideal antara aktivitas tinggi dan stabilitas jangka panjang.

2.5.1 Katalis PtFe

Katalis PtFe merupakan salah satu kandidat paling menjanjikan untuk meningkatkan kinerja *Oxygen Reduction Reaction* (ORR) pada sistem *fuel cell*, khususnya pada bagian katoda. Secara teori, pembentukan paduan intermetalik antara platinum (Pt) dan besi (Fe) menghasilkan struktur kristal yang teratur, seperti *face-centered tetragonal* (*fct*), yang berbeda dari struktur acak (*disordered*) pada paduan konvensional (Kim et al., 2010). Keteraturan atom ini menciptakan interaksi kuat antara orbital-d Pt dan Fe, yang menyebabkan perubahan distribusi kerapatan elektron di sekitar atom Pt. Akibatnya, energi ikatan oksigen pada permukaan Pt menjadi lebih optimal, sehingga mempercepat kinetika reaksi ORR dan meningkatkan efisiensi elektrokatalitik.

Selain itu, efek elektronik (*ligand effect*) dan efek regangan (*strain effect*) yang dihasilkan dari kombinasi Pt dan Fe dapat menurunkan energi adsorpsi oksigen ke tingkat ideal untuk mempercepat tahap reduksi O₂ menjadi H₂O (Di-Yan Wang et al., 2015). Fenomena ini menjadikan PtFe lebih aktif secara katalitik dibandingkan Pt murni atau katalis Pt/C komersial. Struktur intermetalik yang teratur juga memberikan stabilitas termal dan elektrokimia yang lebih tinggi, karena Fe dalam jaringan kristal membantu memperkuat ikatan antaratom dan mengurangi pelarutan Pt selama siklus kerja *fuel cell* (Duan et al., 2014).

Ukuran partikel PtFe yang kecil (sekitar 2–5 nm) sangat penting untuk memaksimalkan *Electrochemically Active Surface Area* (ECSA) dan efisiensi pemanfaatan atom Pt. Namun, sintesis pada suhu tinggi yang dibutuhkan untuk membentuk fase intermetalik sering menimbulkan masalah sintering dan aglomerasi partikel. Oleh karena itu, berbagai pendekatan dilakukan untuk mengontrol pertumbuhan partikel, seperti *coating* menggunakan oksida atau karbon yang tahan panas. Misalnya, pelapisan MgO atau SiO₂ terbukti mampu mencegah aglomerasi selama proses *annealing* sekaligus memfasilitasi transformasi struktur dari *face-centered cubic* (*fcc*) menjadi *fct*-PtFe (Zhaojun et al., 2020). Setelah lapisan pelindung

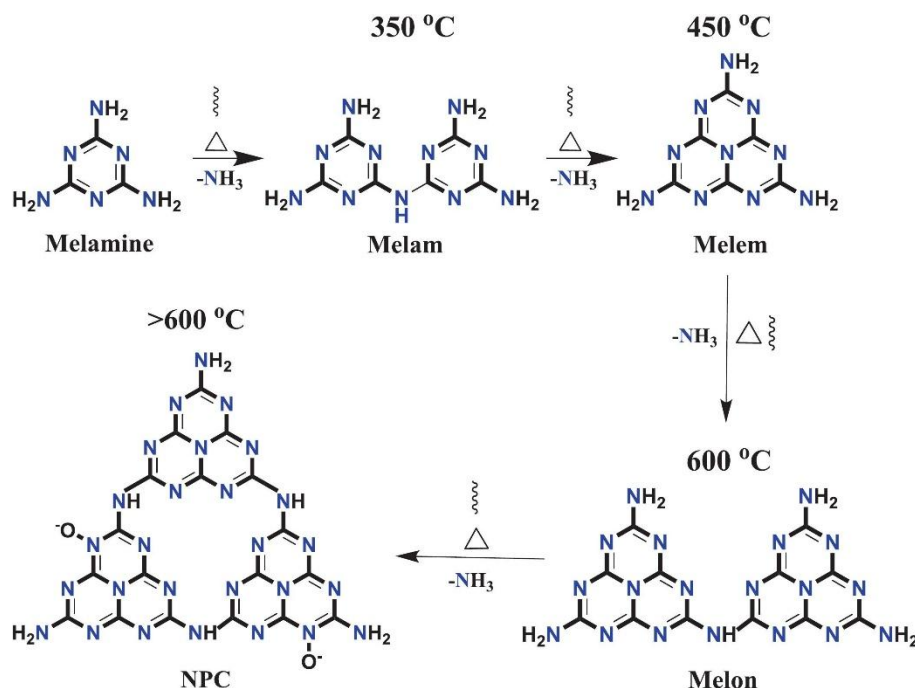
dihilangkan, katalis yang dihasilkan menunjukkan aktivitas dan stabilitas ORR yang jauh lebih tinggi.

Secara keseluruhan, teori dan hasil eksperimen menunjukkan bahwa PtFe memiliki keunggulan ganda berupa aktivitas ORR yang tinggi akibat modifikasi struktur elektronik Pt serta stabilitas yang kuat di lingkungan asam akibat ikatan Pt–Fe yang stabil (Du et al., 2016). Kombinasi antara desain struktur teratur, ukuran partikel nano, dan kontrol sintesis yang presisi menjadikan PtFe sebagai salah satu katalis paling potensial untuk aplikasi *fuel cell* berperforma tinggi dan berumur panjang.

2.6 Melamine

Melamin ($C_3H_6N_6$) merupakan senyawa organik heterosiklik yang kaya akan nitrogen (N), dengan kandungan sekitar 66% secara massa. Senyawa ini mengalami dekomposisi termal secara bertahap pada rentang suhu 300–600 °C (**Gambar 2.9**), yang menghasilkan senyawa antara seperti melam, melem, dan melon. Pada suhu yang lebih tinggi, proses dekomposisi ini mendorong pembentukan berbagai spesies nitrogen aktif yang berperan penting dalam struktur material akhir (Kumar et al., 2025).

Pada penggunaan melamin pada rentang suhu 600–900 °C, terjadi penurunan signifikan nitrogen pirrolik, yang merupakan spesies nitrogen relatif tidak stabil, sementara kandungan nitrogen piridinik dan nitrogen grafitik meningkat secara bertahap. Fenomena ini menunjukkan terjadinya rekombinasi spesies nitrogen yang dipicu oleh panas dan tekanan hidrostatik, sehingga membentuk susunan karbon grafitik yang lebih stabil dan bersifat katalitik (Öztürk & Bayrakçeken Yurtcan, 2021a).



Gambar 2.5 Dekomposisi termal melamin selama produksi *nitrogen-doped porous carbon* (NPC). (Kumar et al., 2025).

Jika dibandingkan dengan urea dan dicyandiamide, melamin memiliki keunggulan dari sisi keamanan dan stabilitas termal, sehingga menjadi prekursor nitrogen yang penting dalam sintesis material karbon terdoping nitrogen.

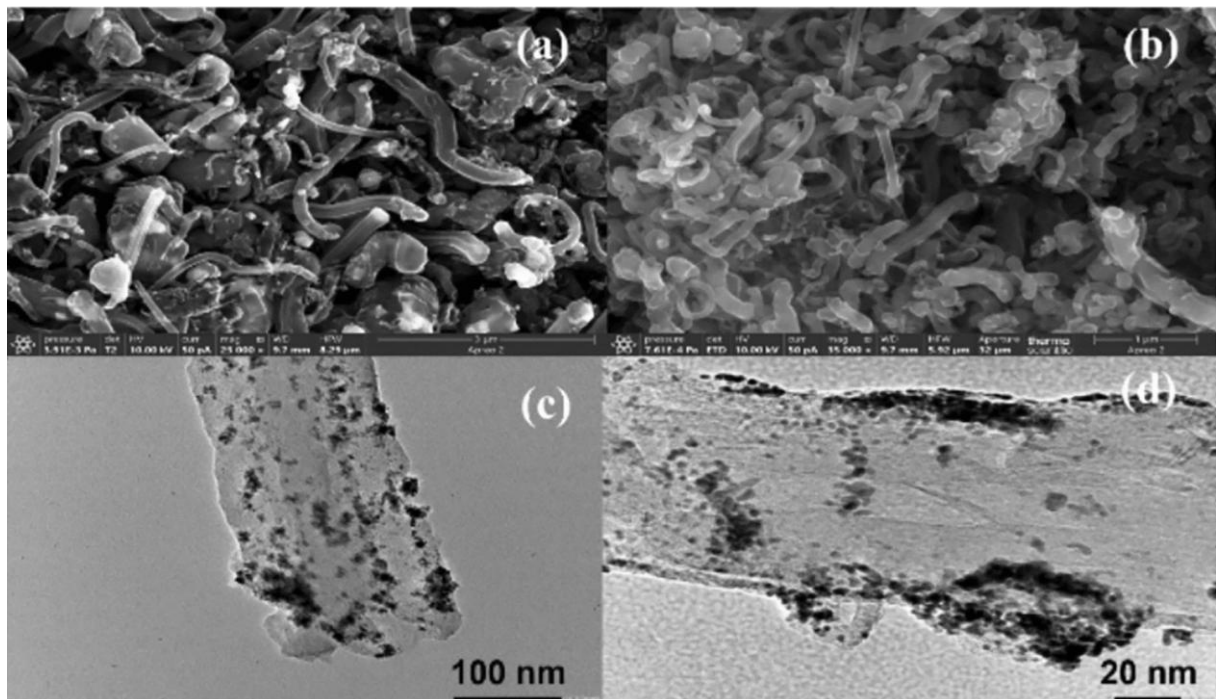
Dalam bidang katalis PEMFC, melamin banyak digunakan sebagai prekursor doping nitrogen karena kandungan nitrogennya yang tinggi, yang berperan penting dalam

pembentukan nitrogen grafitik dan nitrogen piridinik. Kedua jenis nitrogen tersebut dikenal sebagai situs aktif utama untuk reaksi reduksi oksigen (ORR), khususnya pada katalis berbasis M–N–C. Berdasarkan analisis kuantitatif dari hasil eksperimen, polimer berbasis melamin dilaporkan sebagai prekursor yang sangat menjanjikan untuk sintesis katalis karbon terdoping nitrogen dalam aplikasi ORR (Lee et al., 2015).

Selain digunakan sebagai sumber nitrogen, beberapa penelitian juga memanfaatkan melamin sebagai prekursor karbon dan nitrogen sekaligus, sehingga proses sintesis menjadi lebih sederhana dan ekonomis. Sintesis melamin yang dikombinasikan dengan prekursor logam dapat menghasilkan carbon support berupa N-doped carbon nanotubes (CNT) dengan morfologi tertentu, sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 2.6**

2.7 Fe-N-C

Katalis ORR *Platinum Group Metal-free* mencakup berbagai material, seperti makrosiklus logam–N₄, oksida logam transisi, serta karbon berbasis nitrogen terdoping logam transisi (M–N–C, dengan M = Fe, Co, Mn, dan lainnya) (Santoro et al., 2020). Di antara berbagai sistem tersebut, katalis makrosiklus logam transisi–N₄ yang meniru mekanisme ORR alami (biomimetic ORR) mendapat perhatian besar karena menunjukkan aktivitas tinggi, selektivitas yang baik terhadap ORR, serta toleransi yang tinggi terhadap alkohol (Zagal & Bedioui, 2016). Namun demikian, keterbatasan utama dari material ini adalah stabilitas dan durabilitas yang rendah selama operasi elektrokimia jangka panjang.



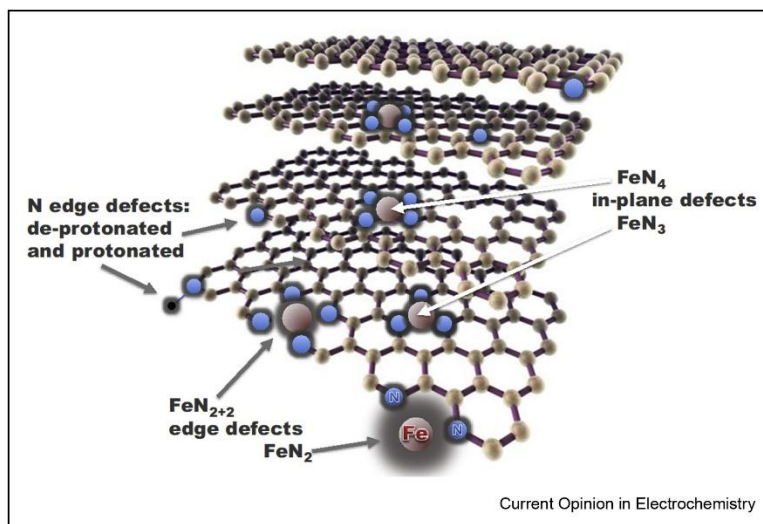
Gambar 2.6 Gambar FE-SEM dari (a) NCNT dan (b) fNCNT, (c) dan (d) gambar HR-TEM dari Pt/fNCNT (Nair & Imran Jafri, 2025)

Selain makrosiklus logam–N₄, oksida logam transisi tunggal maupun campuran juga dilaporkan memiliki aktivitas ORR yang signifikan disertai stabilitas yang cukup baik [(Chisaka et al., 2017), (Karim & Kamarudin, 2013)]. Untuk meningkatkan kinerja secara simultan, berbagai penelitian mengembangkan katalis makrosiklus M–N₄ yang dipirolisis ($300 < T < 1100$ °C) dan dicampurkan dengan karbon hitam, yang terbukti mampu mengombinasikan aktivitas katalitik tinggi dan stabilitas yang lebih baik (Jahnke et al., 1976). Namun, aktivitas dan stabilitas katalis

ini menunjukkan ketergantungan yang berbeda terhadap temperatur pirolisis, di mana aktivitas maksimum umumnya dicapai pada suhu 700–800 °C, sedangkan stabilitas maksimum diperoleh pada 800–900 °C (Song et al., 2004). Pendekatan lain untuk mengatasi keterbatasan ini adalah dengan mengombinasikan dua jenis logam transisi dalam struktur N₄, yang terbukti mampu meningkatkan aktivitas dan stabilitas katalis secara bersamaan (Osmieri et al., 2018).

Sintesis katalis M–N–C dengan luas permukaan tinggi umumnya dilakukan melalui proses pirolisis dengan bantuan template silika yang berfungsi sebagai pembentuk pori sementara. Setelah pirolisis, dilakukan pencucian asam untuk menghilangkan template silika serta partikel logam atau oksida yang tidak terikat pada matriks karbon (J. C. Park & Choi, 2017). Katalis yang dihasilkan dari perlakuan panas ini dilaporkan tidak bereaksi dengan metanol (Martinaiou et al., 2020) dan pada beberapa studi menunjukkan ketahanan (durabilitas) yang sebanding dengan katalis berbasis platinum (Sebastián et al., 2017). Berdasarkan kandungan nitrogen dan aturan klasifikasi International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), material hasil pirolisis tersebut seharusnya diklasifikasikan sebagai carbon nitrides, sebagaimana dijelaskan oleh Negro dan Di Noto [(Negro et al., 2018), (Di Noto et al., 2015)]. Namun, mengikuti istilah yang lebih umum digunakan dalam literatur saat ini, material tersebut lebih sering disebut sebagai katalis M–N–C, dan nomenklatur ini juga digunakan dalam penelitian ini.

Aktivitas katalitik ORR pada material M–N–C berasal dari keberadaan berbagai situs aktif. Gugus nitrogen seperti oksida, pirol, amida, dan nitrogen grafitik umumnya mendorong mekanisme ORR melalui jalur transfer dua elektron (2e⁻) yang menghasilkan spesies peroksida (Asset & Atanassov, 2020). Spesies peroksida ini selanjutnya dapat bereaksi pada nitrogen piridin untuk menghasilkan air. Sementara itu, atom besi yang terkoordinasi dengan nitrogen piridin pada tepi atau bidang kisi grafitik (seperti Fe–N₄, Fe–N₃, Fe–N₂, dan Fe–N₂₊₂) berperan penting dalam mendorong mekanisme ORR langsung empat elektron (4e⁻) yang lebih efisien (Zitolo et al., 2015). Skema berbagai kemungkinan situs aktif dalam struktur katalis Fe–N–C untuk ORR ditunjukkan pada **Gambar 2.7** (Workman et al., 2017).



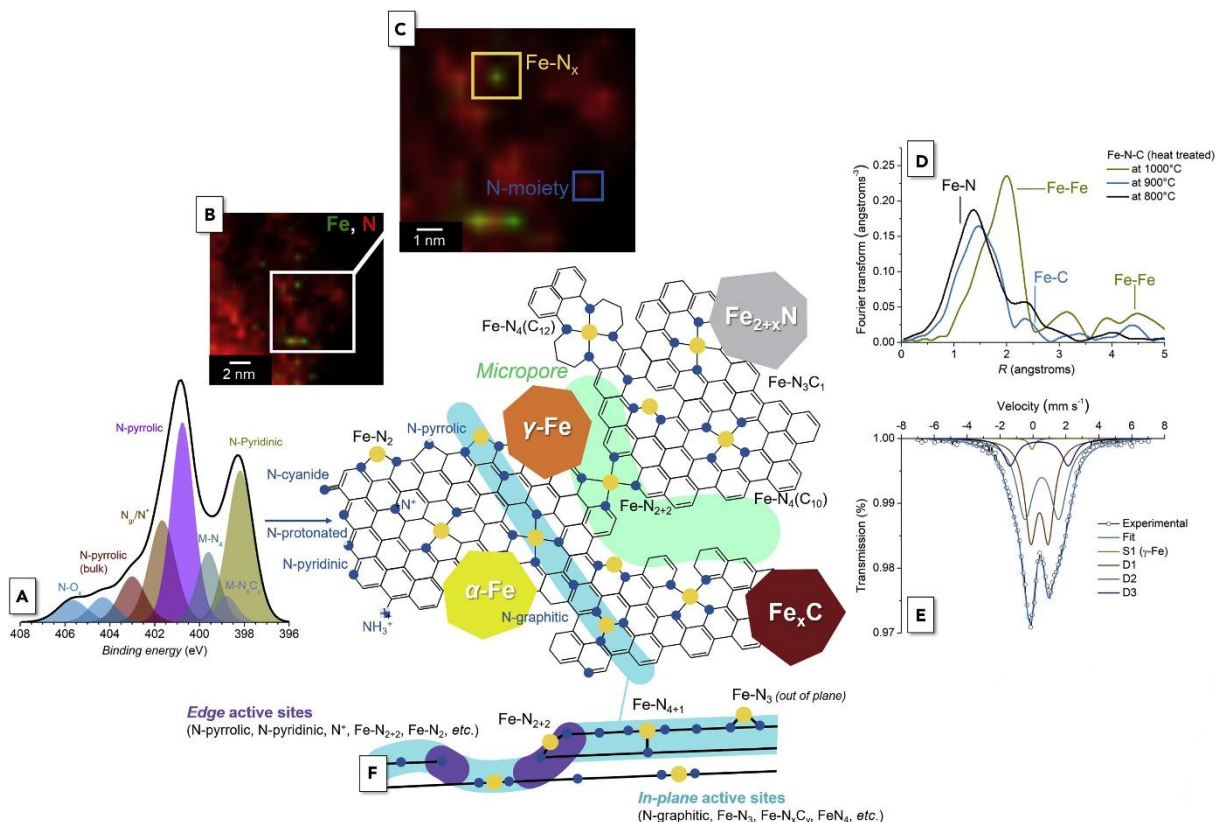
Gambar 2.7 Skema struktur grafitik dengan ikatan tunggal Fe dan jenis Nx (Berretti et al., 2021)

Untuk menetapkan penjelas aktivitas, langkah awal yang perlu dilakukan adalah memahami beragam situs aktif yang terdapat pada elektrokatalis M–N–C. Berbeda dengan material yang disintesis dari kompleks makromolekul seperti porfirin dan ftalosianin yang umumnya hanya memiliki situs aktif Fe–N₄, material berbasis karbon ini menunjukkan berbagai jenis gugus aktif yang berkontribusi terhadap reaksi reduksi oksigen (ORR). Gugus aktif

tersebut dapat dikelompokkan ke dalam dua kategori utama, yaitu (1) gugus yang mengandung besi (*Fe-containing moieties*) dan (2) gugus yang tidak mengandung besi (*Fe-free moieties*).

Gugus yang mengandung besi hadir dalam berbagai bentuk, baik yang telah teramati maupun yang masih bersifat hipotesis. Bentuk-bentuk tersebut meliputi Fe-N₄ (Koslowski et al., 2008; Kramm et al., 2010) dan Fe-N₂₊₂ (Kramm et al., 2014) yang berfungsi sebagai *bridging* antara dua kristalit karbon, N-Fe-N₂₊₂ yang juga menghubungkan dua kristalit karbon dengan nitrogen grafitik berada tepat di bawah atom Fe, serta Fe-N₄₊₁, yaitu struktur Fe-N₄ dengan satu atom nitrogen grafitik di bidang yang berada tepat di bawah atom Fe. Representasi rinci dari berbagai gugus ini ditunjukkan pada Gambar 2.8.

Selain itu, koordinasi besi dengan nitrogen dapat berubah tergantung pada posisinya di dalam kristalit karbon. Struktur koordinasi ini dapat berupa Fe-N₂ yang berada di tepi kristalit, hingga Fe-N₃ *out-of-plane* (Matanovic et al., 2018) serta Fe-N_xC_{4-x}. Di samping situs atomik tersebut, sering pula terbentuk nanopartikel yang mengandung Fe (NP), seperti α -Fe dan γ -Fe yang bersifat magnetik, serta karbida dan nitrida besi (Gambar 2.8), yang umumnya terenkapsulasi dalam matriks karbon untuk menjaga stabilitas selama operasi elektrokimia. Pembentukan nanopartikel ini terutama terjadi pada elektrokatalis dengan kandungan logam yang tinggi (Ferrandon et al., 2012).



Gambar 2.8 Keragaman Situs Aktif yang Diamati pada Katalis Elektrik Fe-N-C dan Metode Analisis yang Digunakan untuk Mengidentifikasinya (A) Pola spektroskopi fotoelektron sinar-X di daerah N1s untuk katalis elektrik Fe-N-C. (B) Spektrografi kehilangan energi elektron dari katalis elektrik Fe-N-C. (C) Fokus pada bagian yang ditandai pada (B). (D) Transformasi Fourier dari struktur penyerapan sinar-X yang diperluas. (E) Pola Mössbauer 57Fe dan penyesuaiannya. (F) Pandangan samping dari bidang grafit utama yang ditampilkan pada gambar untuk menunjukkan perbedaan antara situs aktif dalam bidang dan tepi.

Nilai pH juga sangat memengaruhi mekanisme ORR pada elektrokatalis M–N–C. Pada kondisi alkali kuat (misalnya $\text{pH} \geq 14$), terjadi adsorpsi spesifik OH_{ads} yang dapat menutupi situs aktif yang mengandung Fe, sehingga mekanisme transfer elektron berlangsung melalui *outer-sphere electron transfer*. Mekanisme ini cenderung menghasilkan H_2O_2 sebagai produk samping. Sebaliknya, pada kondisi asam kuat (misalnya $\text{pH} \leq 0$), mekanisme *inner-sphere electron transfer* lebih dominan, yang meningkatkan peran sifat logam elektroda dan mengarahkan reaksi ORR menuju mekanisme empat elektron ($4e^-$) (Ramaswamy et al., 2013). Pada $\text{pH} \geq 14$, pengaruh jenis elektroda menjadi tidak spesifik, sehingga berbagai jenis elektrokatalis dapat digunakan untuk ORR, namun reaksi umumnya terbatas pada pembentukan H_2O_2 (dengan beberapa pengecualian, seperti elektrokatalis berbasis Ru (Ramaswamy & Mukerjee, 2011)). Sebaliknya, lingkungan asam memang menuntut desain elektrokatalis yang lebih kompleks, tetapi memungkinkan terjadinya jalur ORR $4e^-$ secara langsung.

Perlu dicatat bahwa selektivitas terhadap pembentukan H_2O_2 menurun drastis pada $\text{pH} = 13$, di mana hampir tidak ditemukan pembentukan H_2O_2 dan jumlah elektron yang terlibat mendekati 4, seperti yang dilaporkan pada katalis Fe–N–C dan N–C bebas logam dalam larutan 0,1 M KOH 52–56. Hal ini menunjukkan bahwa material Fe–N–C juga sangat menjanjikan untuk aplikasi *Alkaline Membrane Fuel Cells* (AMFCs). Namun, menurut para penulis, keterbatasan utama AMFCs bukan terletak pada reaktivitas elektrokatalis karena katalis Fe–N–C di lingkungan alkali sering menunjukkan performa yang setara atau bahkan lebih tinggi dibandingkan Pt nanopartikel yang disangga karbon (Shah et al., 2018) melainkan pada kinerja membran penukar anion, berbeda dengan keterbatasan yang umum dijumpai pada PEMFCs.

Pemahaman lebih lanjut mengenai mekanisme ORR pada gugus aktif tanpa logam (*metal-free moieties*) dapat diperoleh dari studi pada elektrokatalis karbon terdoping nitrogen (N-doped carbon). Pada material ini, atom karbon yang berdekatan dengan nitrogen piridin diyakini sebagai situs aktif utama ORR dalam lingkungan asam, karena berperan sebagai basa Lewis yang mudah mengadsorpsi molekul O_2 (Shibuya et al., 2018). Sementara itu, peran nitrogen grafitik (N-graphitic) dalam ORR masih menjadi perdebatan. Kabir 48 melaporkan bahwa peningkatan kandungan N-graphitic, baik di lingkungan asam maupun alkali, justru diikuti oleh penurunan aktivitas ORR dan peningkatan pembentukan H_2O_2 . Sebaliknya, Lai melaporkan bahwa N-graphitic memberikan pengaruh positif terhadap ORR di media alkali (Kabir et al., 2018; Lai et al., 2012).

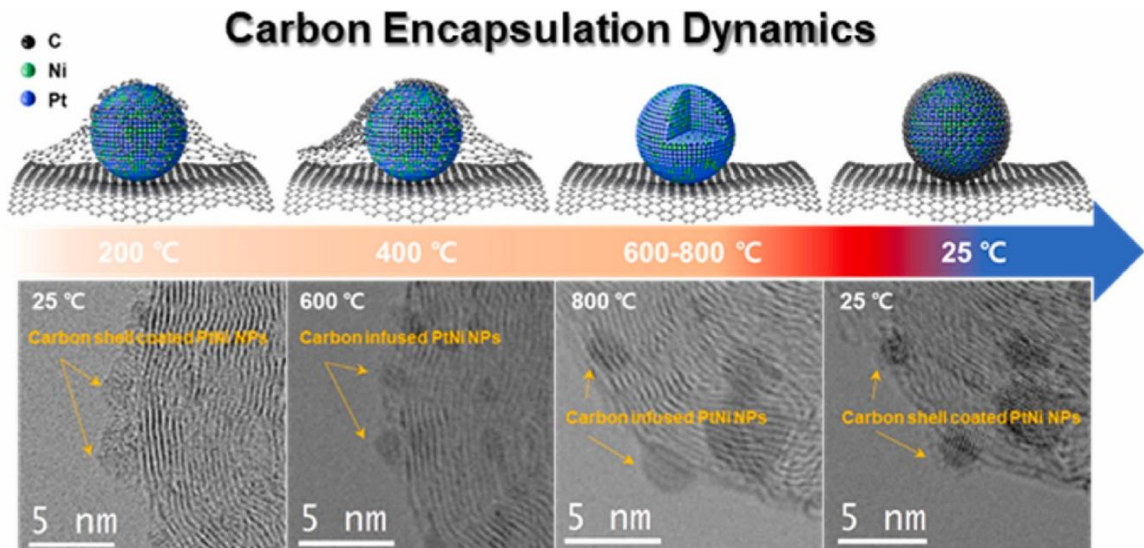
Dalam konteks morfologi permukaan, elektrokatalis dengan permukaan *plane-exposed* menunjukkan bahwa N-graphitic menjadi kontributor utama ORR, meskipun bukan satu-satunya karena adanya cacat intrinsik pada bidang karbon yang dapat menghasilkan N-pyridinic dalam bidang (*in-plane*). Sebaliknya, elektrokatalis dengan permukaan “*edge-exposed*” lebih menguntungkan bagi keberadaan N-pyridinic, N-pyrrolic, serta bentuk nitrogen terprotonasi, yang berperan penting dalam aktivitas ORR.

2.8 Heat Treatment

Pada banyak studi mengenai temperatur pirolisis terbukti menjadi pengendali utama terhadap pembentukan shell karbon, ukuran partikel Pt, dan trade-off antara aktivitas ORR dan stabilitas katalis. Jung & Lee (2017) melaporkan bahwa perlakuan panas mengubah distribusi ukuran Pt dan performa ORR pada Pt/C sehingga temperatur yang lebih tinggi cenderung meningkatkan sintering dan penurunan performa jika tidak dikontrol dengan benar (Jung & Lee, 2017). Park et al. (2025) secara sistematis menunjukkan bahwa pada rentang rendah–menengah (200–600 °C) terbentuk shell karbon awal yang membantu mengurangi aglomerasi tanpa menutupi situs aktif secara berlebihan, sedangkan pada suhu sangat tinggi (≥ 700 –800 °C) terjadi grafitisasi shell yang meningkatkan durabilitas tetapi sering menurunkan ECSA dan aktivitas ORR (E. Park et al., 2025). Studi lain mendukung pola serupa, Li et al. (2022)

menemukan bahwa sampel yang di-*anneal* pada 500 °C menunjukkan aktivitas ORR yang rendah dibandingkan yang di-*anneal* pada 700 °C karena perubahan struktur *shell* karbon (*graphitization/porosity evolution*), sehingga menegaskan adanya ketergantungan non-linier aktivitas vs. temperatur (Z. Li et al., 2022). Sementara itu, Wang et al. (2022) pada Pt–Ni menunjukkan bahwa suhu tinggi (hingga 900 °C) dapat menghasilkan partikel yang sangat stabil (*konfinement effect*), tetapi diperlukan strategi pengendalian untuk mencegah sintering/pertumbuhan partikel (Wang et al., 2022).

Holding time mengatur kinetika pembentukan *shell* serta homogenitasnya. *Holding time* yang terlalu singkat cenderung menghasilkan *shell* yang belum matang/terputus sehingga beberapa partikel Pt tetap terekspos dan rentan aglomerasi, sebaliknya *holding time* terlalu lama (terutama pada suhu tinggi) dapat memicu *over-encapsulation* dan *sintering* yang menurunkan aksesibilitas situs aktif. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa 1 jam sering digunakan untuk menginduksi karbonisasi awal tetapi *shell* masih belum seragam, sementara 2–3 jam memungkinkan difusi dan reorganisasi karbon yang lebih merata sehingga *shell* menjadi lebih kontinu dan durabilitas meningkat tanpa penutupan total situs aktif pada temperatur menengah (Z. Li et al., 2022). Namun, literatur juga memperingatkan bahwa kombinasi suhu tinggi dan *holding time* lama memperbesar risiko pertumbuhan partikel & penurunan ECSA.



Gambar 2.9 Skema proses *solid-state synthesis* yang digunakan untuk partikel nano (NPs) paduan PtNi yang dilapisi *carbon shell*.

2.9 Penelitian Sebelumnya

Suhu sintesis dan *holding time* berperan penting dalam deposit platinum pada *support* karena memengaruhi struktur, dispersi, dan stabilitas Pt, namun kondisi berlebih dapat menyebabkan sintering dan penurunan performa. Ringkasan temuan penelitian terdahulu disajikan pada **Tabel 2.2**.

Tabel 2.2 Pengaruh Suhu dan *Holding time* Pada Proses Sintesis Platinum Terhadap *Support*

Material	Suhu (°C)	<i>Holding time</i>	Hasil	Referensi
PtNi@C	200	2 jam	Ukuran partikel PtNi $\approx$ 2–3 nm, ECSA 68,9 m ² g ⁻¹ Pt, mass activity ORR 0,433 A mg ⁻¹ Pt, stabilitas 90.000 siklus	Han et al, 2025
	400			
PtNi3@C	600			

Material	Suhu (°C)	Holding time	Hasil	Referensi
Pt@C	800	2 jam	ECSA menurun dari 64,4 m ² g ⁻¹ Pt (200 °C) menjadi 27,6 m ² g ⁻¹ Pt (800 °C); mass activity turun dari 0,226 ke 0,012 A mg ⁻¹ Pt	Park et al, 2025
	200			
	400			
	600			
	800			
PtNiSA-NPs/NDCF	900	1 jam	Ukuran partikel 1–3 nm, half-wave potential ORR 0,912 V, durabilitas stabil selama 30.000 siklus	Thanh Duc Le et al, 2024
Pt@C	800	1 jam	Ukuran Pt ≈ 2–3,5 nm, penurunan ECSA < 20% setelah 30.000 siklus, stabilitas termal meningkat	Davletbaev et al, 2024
Pt/C	300	2 jam	Ukuran Pt ≈ 2,6 nm, Pt/C mengalami degradasi nyata setelah 10.000 siklus ADT dengan pergeseran E _{1/2} ~20–30 mV dan aglomerasi Pt, sedangkan Pt _a cac/C–H ₂ lebih stabil dengan pergeseran E _{1/2} ≤10 mV dan morfologi tetap terjaga, menunjukkan efektivitas enkapsulasi karbon dalam meningkatkan durabilitas ORR.	Choi et al, 2023
	600			
Pt@C/C	700	1 jam	Pt@C/C700 menunjukkan kinerja ORR terbaik dengan ECSA 59,20 m ² g ⁻¹ Pt, E _{1/2} 0,881 V, serta MA dan SA masing-masing 0,145 A mg ⁻¹ Pt dan 0,255 mA cm ⁻² , mendekati Pt/C, sementara suhu 600 °C dan 800 °C menghasilkan aktivitas lebih rendah akibat cangkang karbon terlalu tebal atau pertumbuhan partikel Pt, menegaskan bahwa suhu pirolisis 700 °C adalah kondisi optimum.	Jiang et al, 2023
	800			
	300			
	400			
Pt@CS	500	2 jam	Kenaikan suhu meningkatkan kristalinitas Pt dan grafitisasi karbon serta menurunkan kandungan Cl dan N, namun pada suhu tinggi (≥800 °C) terjadi pertumbuhan partikel/sintering; sehingga suhu menengah (~700 °C) merupakan kondisi optimum yang menyeimbangkan struktur dan potensi aktivitas katalitik.	Song et al, 2022
	600			
	700			
	800			

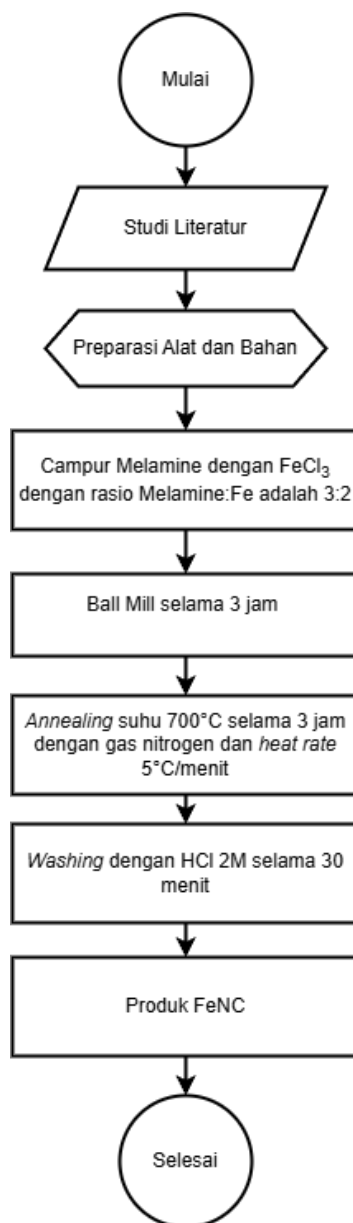
BAB III METODOLOGI

5.1 Diagram Alir

Berikut merupakan tahapan proses sintesis penelitian tugas akhir.

3.1.1 Diagram Alir Sintesis FeNC

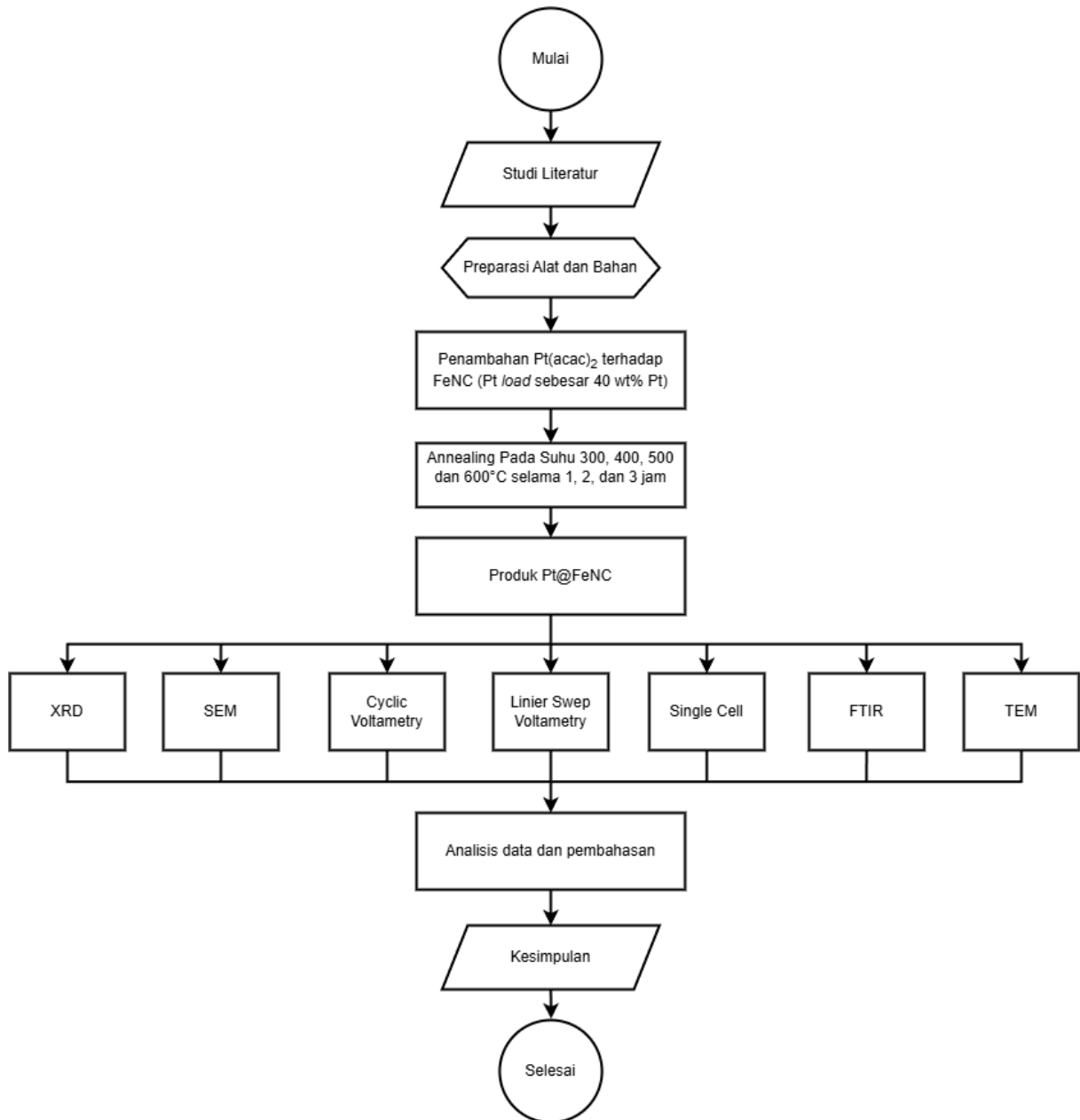
Metode sintesis dari Sintesis FeNC tertera pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis FeNC

3.1.2 Diagram Alir Sintesis Pt@FeNC

Metode sintesis Pt@FeNC tertera pada **Gambar 3.2**



Gambar 3.2 Diagram alir Sintesis Pt@FeNC

3.2 Metode Penelitian

Untuk mendapatkan hasil yang diharapkan maka dalam penelitian ini dilakukan tahapan percobaan sebagai berikut:

1. Studi Literatur

Metode yang digunakan mengacu pada buku, jurnal, informasi, dan penelitian yang bersumber dari sumber terpercaya yang mempelajari atau membagikan penelitian-penelitian ilmiah yang berkaitan dengan *fuel cell*, performa ORR, pengaruh suhu dan *holding time*.

2. Diskusi

Metode diskusi dilakukan untuk menambah wawasan penulis agar lebih memahami permasalahan dan Solusi pada penelitian yang akan dilakukan. Diskusi ini dilakukan dengan pihak-pihak terkait yang memiliki ketertarikan, pengetahuan, dan pengalaman yang relevan terhadap penelitian ini

3. Eksperimen

Metode ini dilakukan melalui proses percobaan sesuai prosedur penelitian dan analisis dari hasil pengujian SEM, XRD, LSV, FTIR, *Single Cell Test* dan CV.

3.3 Bahan Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pt(acac)₃

Bahan ini digunakan pembuatan sintesis katalis sebagai bahan baku Pt, bahan ini dibeli dari Angene dengan kemurnian 98%.

2. Etanol

Bahan ini digunakan sebagai pencuci dari material yang sudah selesai *treatment* dari Merck dengan kemurnian 99,8%.

3. Gas Oksigen

Digunakan untuk pengujian Single Cell dengan kemurnian 99,9%

4. Gas Nitrogen

Digunakan untuk proses pirolisis dan elektrokimia dengan kemurnian 99,98%

5. Gas Hidrogen

Digunakan untuk pengujian Single Cell dengan kemurnian 99,99%

6. Nafion® *disperse 5% solution*

Digunakan untuk membuat tinta katalis *single cell*

7. Nafion® 212 membrane

Digunakan untuk membuat *membrane electrode assembly*.

8. Aquades (H₂O)

Digunakan untuk pencucian katalis Pt@FeNC dari onemed.

9. Melamin Powder.

Digunakan sebagai prekursor *nitrogen doped carbon* dalam sintesis FeNC.

10. Isopropil alkohol (IPA).

Digunakan untuk membuat tinta katalis *single cell*

11. Carbon paper

Digunakan untuk membuat *membrane electrode assembly*.

3.4 Alat Penelitian

Adapun alat penelitian yang digunakan adalah sebagai berikut.

1. Hot Plate Magnetic Stirrer

Penggunaan hotplate magnetic stirrer ini sebagai alat pengaduk larutan sehingga menjadi homogen.

2. Gelas Beaker

Gelas beaker digunakan sebagai tempat aktifitas bahan-bahan kimia.

3. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan untuk tempat mengukur bahan bahan kimia yang akan digunakan.

4. Timbangan Digital

Timbangan digital digunakan untuk menimbang berat bahan yang digunakan.

5. Vacuum Oven

Vacuum oven digunakan untuk *drying katalis*.

6. Ultrasonicator

Ultrasonicator digunakan pada saat proses sintesis tinta elektrokimia dan *single cell*.

7. Sentrifugasi

Alat ini digunakan untuk pencucian sampel

8. Crucible Silika

Digunakan dalam proses yang melibatkan pemanasan.

9. Pipet dan mikro pipet

Digunakan untuk mengambil larutan kimia.

10. Spatula

Alat ini digunakan untuk mengambil bahan atau sampel padat

11. Tubular Furnace

Digunakan untuk pengeringan, pemanasan (heat treatment) sampel dengan variasi temperatur dan *holding time* dengan atmosfer inert.

12. Ball Mill

Digunakan untuk pencampuran fisik pada prekursor penyangga

13. Neraca Analitik

Digunakan untuk menakar dan mengukur massa dari bahan padatan

14. Agate Mortar

Digunakan untuk pencampuran katalis dan penghalusan serbuk

15. Flow control

Digunakan untuk pengondisian laju aliran gas N₂, O₂, H₂

3.5 Prosedur Penelitian

Berdasarkan prosedur penelitian yang ditunjukkan pada diagram alir

Gambar 3.1 dan **Gambar 3.2**, dijelaskan secara deskriptif detail proses dari setiap tahapan yang dilakukan sebagai berikut.

Pertama-tama, menentukan persentase logam pada penyangga katalis untuk mengetahui massa dari logam yang dibutuhkan dengan **Persamaan 3.1**.

$$\text{Metal Mass Total} = \frac{\% \text{ metal loading}}{100 - \% \text{ metal loading}} \times \text{Support Mass (mg)} \quad (3.1)$$

Selanjutnya, apabila sudah diketahui massa dari logam yang diinginkan, maka perhitungan kebutuhan massa dari prekursor logam dapat dikalkulasikan dengan **Persamaan 3.2** untuk platina Pt(acac)₂ dan. Hal tersebut membutuhkan nilai massa molekul dari platina yaitu 195,084 g/mol. Sedangkan massa molekul prekursor (Mr) dari Pt(acac)₂ yaitu 393,08 g/mol. Hasil keseluruhan terdapat pada **Tabel 3.1**

$$\text{Mass needed H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O (mg)} = \frac{\text{Pt(acac)}_2}{\text{Ar Pt}} \times \text{Metal mass} \quad (3.2)$$

Tabel 3.1 Hasil perhitungan kebutuhan prekursor untuk sintesis katalis

Katalis	<i>Metal loading</i>	<i>Mass Support</i>	<i>Metal Mass</i>	Massa Prekursor Metal (mg)
				Pt(acac) ₂
Pt@FeNC	40%	60 mg	40 mg	81,5

Selanjutnya, untuk setiap sintesis prekursor support material dibutuhkan sebesar 60 mg. prekursor yang digunakan adalah FeNC dengan perbandingan melamine dengan Fe sebesar 3:2. Disiapkan 7 gram FeNC dengan melamine sebanyak 4,2 gram dan Fe sebanyak 2,8 gram. Sehingga prekursor FeCl₃.6H₂O dihitung seperti perhitungan platinum didapatkan sebesar 12,19 gram.

3.5.1 Proses Sintesis FeNC

Sintesis FeNC dilakukan dengan mencampurkan 4,2 gram Melamine dan 12,19 gram prekursor Fe. Campuran diberi pencampuran fisik dengan *ball mill* pada 500 rpm selama 3 jam. Produk disimpan dalam vial.

Sebesar 7 gram campuran dimasukan pada *crucible* untuk dilakukan *heat treatment* pada suhu 700 °C selama 3 jam dengan *heat rate* sebesar 5 °C/min dengan atmosfer nitrogen. Produk yang telah berikan perlakuan dimasukan pada sentrifuge dan dicuci menggunakan etanol pada 2000 rpm selama 30 menit, kemudian dicuci kembali dengan aquades dengan perlakuan yang sama. Serbuk dari sentrifugasi dikeringkan di *vaccum oven* semalaman.

3.5.2 Proses Sintesis Pt@FeNC

Sintesis Pt@FeNC dimulai dengan menyampurkan 81,5 mg Pt(acac)₂ dan 60 mg FeNC kemudian campurkan dengan *agate mortar*. Setelah serbuk tercampur, serbuk dimasukan ke *crucible* dan dipanaskan pada suhu 300, 400, 500 dan 600 °C selama 1, 2, dan 3 jam untuk diteliti pengaruh dari variabel suhu dan temperatur penahanan. Setelah proses *heat treatment* selesai, produk dikarakterisasi menggunakan *cyclic voltammetry* (CV), *linear sweep voltammetry* (LSV), *single cell*, XRD, FTIR dan SEM-EDX untuk melihat karakteristik dari katalis Pt@FeNC

3.6 Proses Pengujian

Berikut merupakan pengujian yang akan dilakukan pada penelitian kali ini untuk mengetahui karakteristik katalis, morfologi, performa elektrokimia dan *power* yang dihasilkan katalis

3.6.1 Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan analisis non destruktif dan analisis kualitatif yang digunakan mengidentifikasi fasa, struktur kristalinitas, dan dapat mengidentifikasi unit cell pada sebuah material. *X-Ray Diffraction (XRD)* biasanya dapat menganalisis bahan material yang terbuat dari powder, dan solid. Pengujian ini dilengkapi dengan beberapa software yang menunjang seperti *XpertHigscore* yang berfungsi mengetahui secara cepat senyawa kristal dan akurat komposisi apa saja yang ada pada material yang diuji. Departemen Teknik Material menyediakan pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)*, Sinar-X berfungsi sebagai salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energy antara 200 eV–1 MeV dengan Panjang gelombang antara 0,5–2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menyebabkan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa mineral.

Pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)* ini mempunyai prinsip kerja dalam analisa mineral. XRD mempunyai prinsip kerja yaitu produksi, difraksi, deteksi dan interpretasi. XRD terdiri

dari beberapa komponen yang penting seperti tabung X, monochromator, detector dan lain-lain. Pada tahap produksi, elektron yang dihasilkan ketika filamen dipanaskan akan dipercepat akibat perbedaan tegangan antara filamen dengan spesimen target sehingga terjadi tumbukan dengan spesimen target yang akan menghasilkan radiasi sinar-X yang keluar dari tabung sehingga berinteraksi dengan struktur kristal yang diuji. Pada tahap selanjutnya, difraksi, adanya radiasi sinar X yang berasal dari tabung sinar-X akan memberikan interaksi dengan struktur material yang akan diuji. Material yang akan diuji maka struktur kristalnya harus memiliki fasa yang padat. Prinsip dari sinar-X yang ditembakkan pada material yang memiliki struktur kristalinitas akan menghasilkan pola atau peak yang menandakan bahwa adanya bentuk kristalinitas. Pada tahap Deteksi adanya interferensi konstruktif akan dideteksi oleh detector. Pada tahap difraksi harus ditempatkan lebih tepat agar dapat dideteksi oleh detector. Pada tahap interpretasi, interferensi konstruktif dapat diperkuat dengan adanya amplifier.

Adapun salah satu tujuan dari pengujian XRD ini untuk mengetahui ukuran kristal dari katalis menggunakan persamaan *Debye Scherrer* pada **Persamaan 3.3**

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos\theta} \quad (3.3)$$

Keterangan:

- D : Ukuran Kristal (λ)
 λ : Panjang Gelombang Alat XRD (1,54056 Å)
B : Lebar Setengah Puncak ($^{\circ}$)

Alat pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)* yang digunakan pada pengujian ini ditunjukkan pada **Gambar 3.3**. Alat ini dapat menerima sampel yang berupa serbuk/powder atau padatan kristalin yang memiliki bidang-bidang kisi. Bidang-bidang kisi tersebut harus memiliki struktur yang terstruktur dan memiliki sudut orientasi tertentu.



Gambar 3.3 Foto *X-Ray Diffraction (XRD)* di Departemen Teknik Material dan Metalurgi

3.6.2 Pengujian Cyclic Voltammetry (CV)

Uji *cyclic voltammetry* adalah pengujian berdasarkan reaksi transfer electron yang dijelaskan oleh persamaan laju absolut elektrokimia. Hasil perhitungan teoritis memungkinkan

untuk menggunakan *cyclic voltametry* untuk mengukur konstanta laju standar untuk *transfer erelektron*. Voltametri juga merupakan suatu metode elektroanalisis yang didasarkan pada prinsip elektrolisis dari suatu larutan yang mengandung analit elektroaktif dan reaksi terjadi pada elektroda logam dengan larutan elektrolitnya. Elektroda pada sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu. Alat dari potensiostat tertera pada **Gambar 3.4**

Pengujian ini bergantung pada nilai tegangan (V_{RHE}) terhadap *joule* yang dihasilkan. Hal ini seperti yang tampak pada gambar dibawah ini. Pada pengujian ini *cyclic voltammetry* hasil yang didapat adalah grafik *cyclic voltammetry* dan memberikan besaran untuk *Hydrogen Oxidation Reaction* (HOR) dengan menghitung besarnya nilai *Electrochemical Surface Area* (ECSA) menggunakan **Persamaan 3.4**. ECSA menunjukkan nilai luasan permukaan aktif dari elektrokatalis terhadap elektrolit. ECSA dihitung berdasarkan muatan adsorpsi dan desorpsi hidrogen selama reaksi oksidasi dan reduksi yang dihasilkan, yang didapat dari luasan kurva *cyclic voltammetry* pada arus terhadap potensial per satuan luas area aktif elektroda.

$$(ECSA = Qh / \sigma_{H-ad} m) \quad (3.4)$$

Keterangan:

Qh : Muatan adsorpsi hidrogen (mC/cm^2)

ECSA : Electrochemical Surface Areas (m^2 / mg)

σ_{H-ad} : Muatan yang dibutuhkan untuk mengoksidasi hidrogen (nilai = 0.21)

m : Jumlah Pt (mg/cm^2)



Gambar 3.4 Alat *Cyclic Voltammetry*

3.6.3 Pengujian Linier Sweep Voltammetry (LSV)

Linear Sweep Voltammetry (LSV) merupakan metode sapuan potensiostatik dasar. Ini setara dengan percobaan voltametri siklik satu segmen dalam LSV, potensial elektroda kerja diberi perlakuan sapuan secara linier antara nilai akhir dan awal dan arus diukur sebagai fungsi waktu. Luaran hasil paling umum dari eksperimen LSV adalah grafik berupa arus terhadap potensial, yang disebut voltammogram seperti tampak pada **Gambar 3.5** Pada tingkat yang paling dasar, LSV sering digunakan untuk menganalisis reaksi kinetik transfer elektron, termasuk katalisis, dan telah diperluas untuk digunakan dalam sintesis organik dan anorganik, evaluasi sensor dan sistem biologis, dan mekanika fisika dasar dari reaksi transfer elektron, seperti reversibilitas, potensial formal, dan penentuan koefisien difusi. Dari *Linear Sweep Voltammetry* (LSV) dapat mengukur *onset potensial* untuk *Oxygen Reduction Reaction* (ORR)

yang memberikan besaran potensial di titik inisiasi ORR dimulai dan juga jumlah elektron yang terlibat dalam reaksi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Koutecký–Levich menggunakan **Persamaan 3.5** dan **Persamaan 3.6** sebagai berikut:

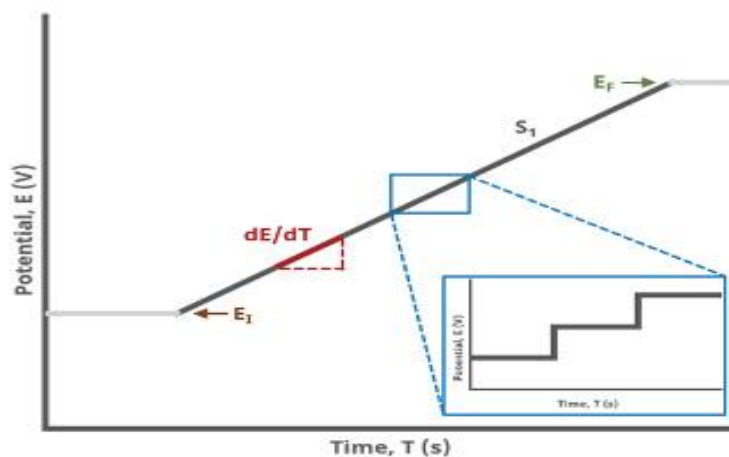
$$(1 / I = 1 / (B (\omega^{1/2})) + 1 / ik) \quad (3.5)$$

$$(B = 0,62 n F A (D^{2/3}) (v^{1/6}) C) \quad (3.6)$$

Keterangan:

I	: Densitas arus (mA.cm ⁻²)
ω	: Kecepatan putar elektroda (rpm)
ik	: Densitas arus kinetik (mA.cm ⁻²)
0,62	: Konstanta (apabila kecepatan putar dalam rpm)
n	: Jumlah elektron yang ditransfer untuk mereduksi satu molekul O ₂
F	: Konstanta Faraday (F = 96485 As/mol)
A	: Luas elektroda (0,19634954 cm ²)
D	: Koefisien difusi O ₂ (D = 1,9 x 10 ⁻⁵ cm ² /s untuk HClO ₄ 0,1M)
v	: Viskositas kinematik HClO ₄ (v = 8,93x10 ⁻³ cm ² /s)
C	: Konsentrasi O ₂ dalam larutan (1,18x10 ⁻⁶ mol cm ⁻³)

Elektroda yang digunakan adalah film tipis katalis yang diimpregnasi oleh nafion permukaan glassy carbon. Film katalis dibuat dari 7.4 mg sampel + 3 mL deionized water + 2 mL IPA + 40 microliter Nafion 5%. Larutan katalis sebanyak 40 µL ditetaskan pada permukaan glassy carbon dengan diameter 5mm. Pengukuran CV dilakukan di 0,1 M HClO₄ pada rentang voltase -0,3 V hingga 1,1 V dengan kecepatan pindai 50 mV/s sebanyak 20 cycles yang dijenuhkan dalam N₂. Dan Pengukuran *linear sweep voltammetry* dilakukan di 0,1 M HClO₄ pada rentang voltase 0 V hingga 1,1 V dengan kecepatan pindai 50 mV/s sebanyak 20 cycles yang dijenuhkan dalam O₂.

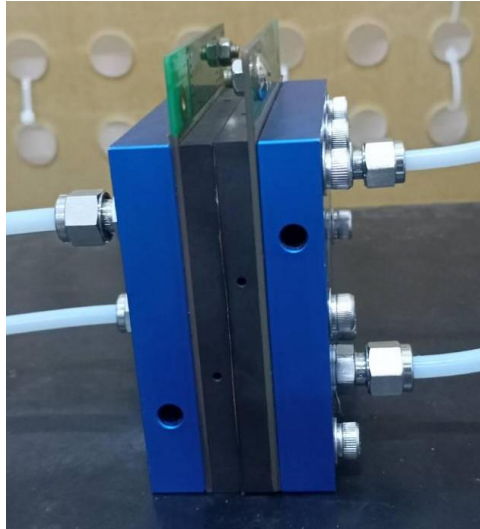


Gambar 3.5 Ilustrasi grafik LSV

3.6.4 Single cell Test

Pengujian *Single cell Test* dilakukan di Laboratorium Manufaktur Fuel Cell di DTMM ITS, ditunjukkan pada **Gambar 3.6**. Mekanisme *Single cell Test* yaitu mengalirkan gas oksigen dan hidrogen pada *Membrane Electrode Assembly* (MEA). MEA terdiri dari anoda, membran, dan katoda yang disusun seperti *sandwich*. Membran yang dipakai pada pengujian *single cell test* ialah membran NafionTM diperoleh di *Fuel Cell Store*. Pada sisi anoda, katalis yang digunakan ialah 40wt% Pt/C dengan massa 0,25 mg_{pt} cm⁻². Untuk sisi katoda ialah sampel Pt/Carbon Melamin dengan massa 0,25 mg_{pt} cm⁻². Katalis diaplikasikan pada *carbon paper*

menggunakan metode blading. Metodenya antara lain yang pertama menyiapkan tinta katalis yaitu mencampurkan bubuk katalis sebanyak $0,25 \text{ mgpt cm}^{-2}$ dengan 0,1815 gram larutan nafion dan 0,1815 gram IPA. Lalu tinta katalis dideposisikan ke kertas karbon untuk membentuk *microporous layer* (MPL). Lalu dilakukan pengeringan dan fabrikasi MEA menggunakan metode hot press dengan suhu 100°C , tekanan 1 Mpa dengan waktu 60 detik. MEA yang telah terbentuk lalu disusun dengan *Fuel Cell Station*.



Gambar 3.6 *Single cell Testing*

3.6.5 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) bekerja dengan memindai berkas elektron yang terfokus melintasi permukaan sampel. Ketika berkas elektron berinteraksi dengan sampel, sinyal yang bervariasi akan muncul, termasuk elektron sekunder, elektron yang dihamburkan kembali, dan sinar-X yang khas. Sinyal ini menyediakan informasi mengenai topografi sampel, komposisi, dan properti permukaan. Kemudian, gambar dengan resolusi tinggi dihasilkan dari kumpulan sinyal yang diproses. Penggunaan SEM utamanya dalam pencitraan dan mikroanalisis yang menyediakan informasi 3 dimensi pada permukaan sampel dengan perbesaran yang tinggi. Selain itu, SEM dapat melakukan analisis unsur dengan dilengkapi *Energy-Dispersive X-ray spectroscopy* (EDX). Prinsip dari EDX adalah mendeteksi karakteristik sinar X yang dipancarkan pada sampel ketika ditembak oleh berkas elektron. Setiap elemen dalam sampel memancarkan sinar-X dengan tingkat energi yang unik, sehingga memungkinkan untuk analisis unsur secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis sampel yang dilakukan EDX menghasilkan informasi mengenai komposisi dan distribusi unsur pada sampel sehingga dapat diidentifikasi komponen kimia dalam suatu material. Sampel pada pengujian SEM-EDX merupakan material konduktif atau dilapisi dengan material konduktif seperti emas, palladium, atau karbon. Lapisan material konduktif ini akan meningkatkan konduktivitas dan mengurangi *charging effect* saat berkas elektron ditembakkan (Suman Das et al., 2024)



Gambar 3.7 Foto SEM-EDX di Departemen Teknik Material dan Metalurgi

Dalam penelitian ini material dilakukan analisis struktur morfologi dan unsur menggunakan alat SEM-EDX yang ada dilaboratorium divisi karakterisasi material departemen Teknik material dan metalurgi. **Gambar 3.7** merupakan alat yang digunakan

3.6.6 Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy

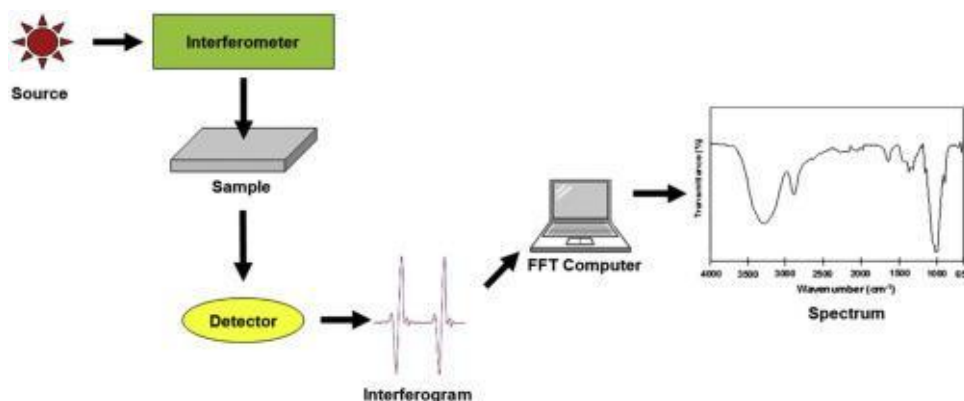
FTIR merupakan instrumen spektroskopi yang menggunakan radiasi sinar infra merah untuk menganalisis senyawa kimia. FTIR dapat menunjukkan informasi spesifik mengenai ikatan kimia dan struktur molekul dari senyawa organik dan gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa kimia. Pada FTIR spektroskopi, radiasi infra merah dengan panjang gelombang kontinyu diarahkan pada molekul target, sebagian radiasi tersebut diserap oleh sampel dan sebagian lainnya ditransmisikan, menggambarkan ciri khas sampel. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya, sehingga molekul yang berbeda tidak akan menghasilkan spektrum FTIR yang sama. **Gambar 3.8** berikut menunjukkan instrumen pengujian FTIR yang ada di Departemen Teknik Material dan Metalurgi.



Gambar 3.8 Alat Uji FTIR *Spectroscopy* Departemen Teknik Material

Prinsip kerja FTIR didasarkan pada penyerapan radiasi infra merah seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.9**. Infra merah yang berasal dari interferometer kemudian dipancarkan pada sampel, sebagian radiasi ini diserap oleh sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan

akan ditangkap oleh *detector*. Radiasi infra merah yang ditangkap oleh detektor diubah menjadi spektrum oleh interferogram. Agar dapat menyerap radiasi infra merah, vibrasi molekul harus menghasilkan perubahan momen dwikutub. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya yang dipengaruhi oleh jenis, jumlah, dan posisi atomnya (Di Gianfrancesco, 2017).



Gambar 3.9 Ilustrasi Pengujian FTIR Spectroscopy (Di Gianfrancesco, 2017)

3.7 Pengujian dan Karakterisasi

Adapun rancangan pengujian yang akan dilakukan ditunjukkan pada Tabel 3.2 dibawah ini.

Tabel 3.2 Pengujian dan Karakterisasi

Sampel	Metal Loading	Pengujian						
		SEM	CV	LSV	Single cell	XRD	TEM	FTIR
Pt@FeNC 300	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 400	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 500	40%	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 600	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 500 1h	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 500 2h	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓
Pt@FeNC 500 3h	40%		✓	✓	✓	✓	✓	✓

Keterangan:

Pt@FeNC 300-600 : Katalis Platinum yang disupport FeNC pada rentang variasi suhu 300-600°C selama 2 jam

Pt@FeNC 500 1-3h : Katalis Platinum yang disupport FeNC pada rentang variasi *holding time* 1-3 jam pada suhu 500°C

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV

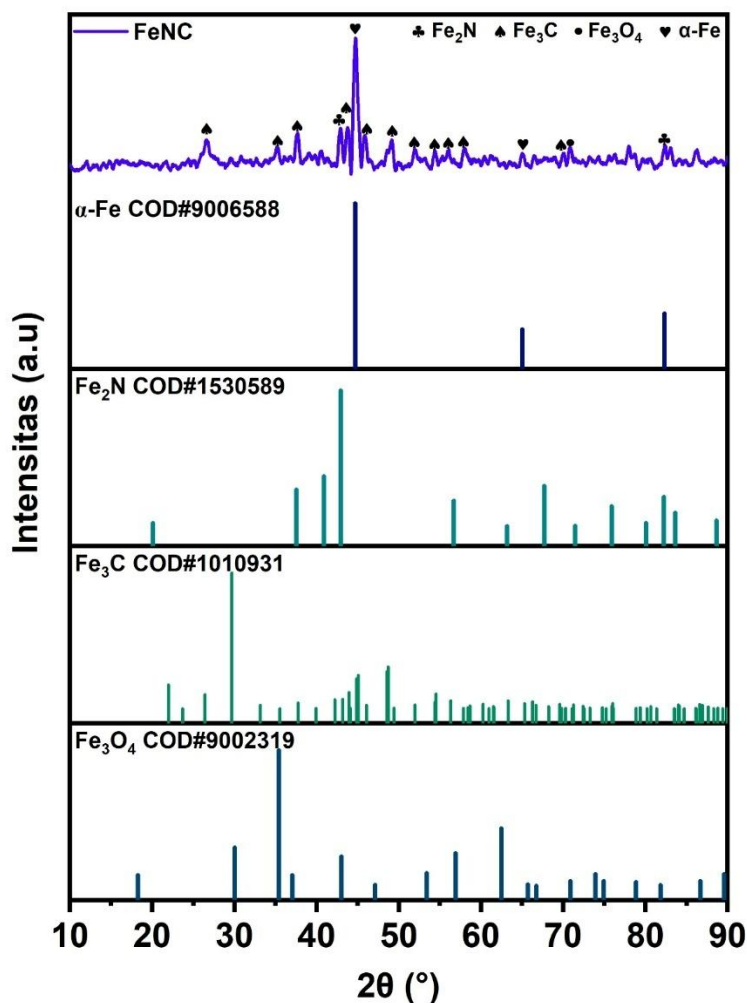
ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Performa Variasi Temperatur

Temperatur sintesis berperan penting dalam pembentukan dan karakteristik katalis Pt@FeNC karena memengaruhi dekomposisi prekursor, pembentukan nanopartikel Pt, serta perkembangan struktur karbon terdoping nitrogen. Variasi temperatur pada 300, 400, 500, dan 600 °C yang dipanaskan selama 2 jam digunakan untuk mengkaji pengaruhnya terhadap struktur dan stabilitas material, sekaligus menentukan temperatur optimum sintesis Pt@FeNC.

4.1.1 Hasil Karakterisasi Variasi Temperatur

Karakterisasi material merupakan tahapan penting untuk memahami hubungan antara kondisi sintesis dan sifat material yang dihasilkan. Dalam penelitian ini, karakterisasi dilakukan menggunakan beberapa pengujian, yaitu *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan ikatan kimia, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk menganalisis struktur kristal dan fasa yang terbentuk, serta *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM–EDX) untuk mengamati morfologi permukaan dan komposisi unsur material. Kombinasi ketiga teknik ini memberikan gambaran yang komprehensif mengenai karakteristik kimia, struktural, dan morfologis material hasil sintesis.

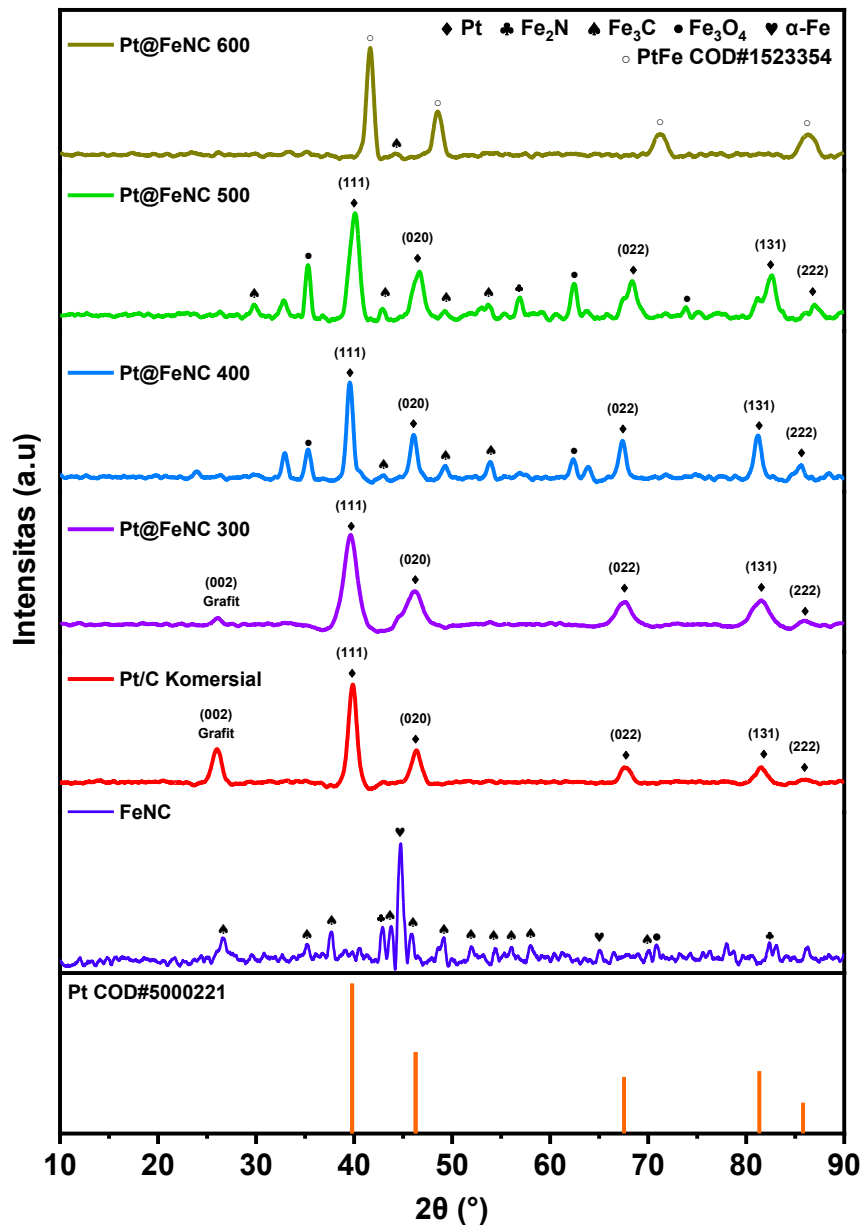


Gambar 4.1 Grafik XRD dari FeNC Yang Disintesis Pada Suhu 700°C Selama 3 Jam

Pada **Gambar 4.1** Hasil pengujian XRD *support* FeNC menunjukkan terbentuknya beberapa fasa yaitu Fe_2N , Fe_3C , Fe_3O_4 dan $\alpha\text{-Fe}$. Fasa-fasa ini merupakan situs-situs khas yang terbentuk pada FeNC seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.8** sedangkan Fe_3O_4 merupakan fasa samping yang terbentuk pada proses pirolisis. Hasil yang sama didapatkan oleh (J. Li et al., 2025) menunjukkan bahwa FeNC kemungkinan telah terbentuk. Fasa Fe_3O_4 terbentuk sebanyak 5,1% sehingga jumlahnya masih dalam skala toleransi dan tidak mempengaruhi performa ORR secara signifikan. Fasa Fe_3C paling banyak terbentuk dengan jumlah 54,5% disusul dengan Fe_2N sebanyak 20,2% dan $\alpha\text{-Fe}$ sebanyak 20,2%

Berdasarkan hasil pengujian XRD pada **Gambar 4.2**, seluruh sampel katalis Pt@FeNC menunjukkan puncak difraksi khas platinum (Pt) dengan struktur kristal *face-centered cubic* (fcc). Puncak utama Pt teridentifikasi pada sudut 2θ sekitar $39\text{--}40^\circ$, 46° , $67\text{--}68^\circ$, $81\text{--}82^\circ$, dan $85\text{--}87^\circ$ yang masing-masing berkorespondensi dengan bidang kristal (111), (200), (220), (311), dan (222) sesuai dengan data standar Pt (COD #5000221). Keberadaan puncak Pt (111) yang dominan pada seluruh sampel mengindikasikan bahwa proses reduksi prekursor Pt selama sintesis Pt@FeNC berlangsung dengan baik dan menghasilkan fase Pt kristalin yang stabil. Susunan atom pada permukaan Pt (111) lebih seragam dan stabil hal ini dapat meningkatkan kinerja katalitik (Hersbach et al., 2020). Uji XRD juga dilakukan pada Pt@FeNC, pada suhu pemanasan 300°C selama 2 jam menunjukkan *peak* khas dari platinum dan grafit tanpa terdeteksi unsur lain, hasil ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh (Liao et al., 2021). Pada suhu 400°C terbentuk Fe_3O_4 sebanyak 11,9%, Fe_3C sebanyak 43,6% dan Fe_2N 36,6%. Kuantitas dari Fe_3C menurun dari persentase FeNC yang awalnya 54,5% menjadi 43,6%, namun persentase Fe_2N mengalami peningkatan dari 20,2% menjadi 36,6% begitupun Fe_3O_4 . Hal tersebut terjadi karena pada saat meningkatnya suhu karbon akan terdekomposisi dan Fe cenderung berikatan dengan N dan O karena membutuhkan energi yang lebih rendah untuk berikatan (J. Li et al., 2025). Pada suhu sintesis 500°C , Fe_3C mengalami penurunan persentase yang signifikan menjadi 6,1% sedangkan Fe_2N mengalami peningkatan menjadi 49,5% begitupun Fe_3O_4 menjadi 34,4%, semakin tinggi nya suhu maka karbon semakin banyak terdekomposisi dan kecenderungan Fe dalam berikatan dengan N dan O semakin besar (Shao et al., 2016). Hingga pada suhu 600°C , grafik XRD dari puncak Pt mengalami pergeseran jauh kepada nilai lebih positif menandakan terbentuknya PtFe sesuai referensi dari COD#1523354. Hal tersebut terjadi karena suhu tinggi membuat terjadinya dekomposisi dari Fe_3N , Fe_3C dan Fe_3O_4 sehingga Fe tereduksi dan berdifusi pada kisi Pt dan terjadi substitusi pada kristal Pt (Zitolo et al., 2015).

Pada katalis Pt/C komersial (**Tabel 4.1**), ukuran kristal rata-rata Pt yang dihitung menggunakan persamaan Scherrer berada pada kisaran 6,41 nm, yang mencerminkan karakteristik Pt komersial dengan kristalinitas tinggi. Sementara itu, katalis Pt@FeNC 300 memiliki ukuran kristal rata-rata 5,22 nm, yang lebih kecil dibandingkan Pt/C, menunjukkan bahwa interaksi suhu dengan matriks Fe–N–C mampu menahan pertumbuhan kristalit Pt. Peningkatan temperatur sintesis menjadi 400°C menyebabkan peningkatan ukuran kristal Pt secara signifikan, dimana Pt@FeNC 400 menunjukkan ukuran kristal rata-rata terbesar yaitu 7,52 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa pada temperatur tersebut energi termal yang diterima sistem cukup tinggi untuk mendorong pertumbuhan kristal Pt secara lebih intensif. Selanjutnya, pada Pt@FeNC 500 ukuran kristal rata-rata Pt menurun menjadi 5,25 nm, yang mengindikasikan terjadinya keseimbangan antara proses nukleasi dan pertumbuhan kristal selama sintesis. Pada Pt@FeNC 600, ukuran kristal kembali meningkat menjadi 5,86 nm, yang dapat dikaitkan dengan peningkatan mobilitas atom Pt akibat temperatur tinggi sehingga memungkinkan terjadinya koalesensi sebagian nanopartikel. Variasi ukuran kristal ini menunjukkan bahwa temperatur sintesis berperan penting dalam mengontrol pertumbuhan kristalit Pt pada sistem Pt@FeNC.



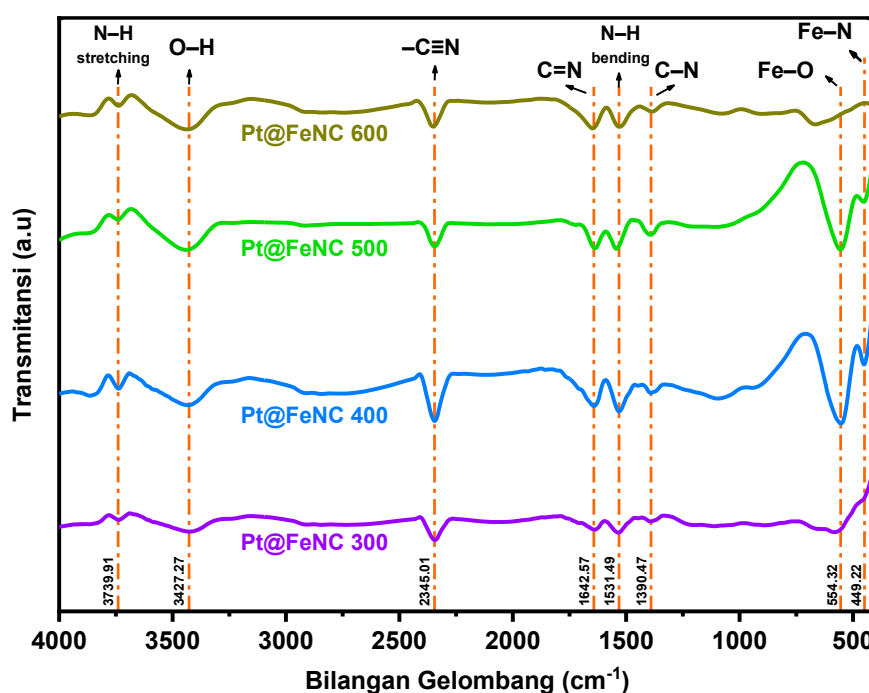
Gambar 4.2 Kurva XRD Variasi Suhu 300, 400, 500 dan 600°C Selama 2 Jam Dibandingkan Terhadap Katalis Pt/C Komersial

Tabel 4.1 Perbandingan Ukuran Kristal dari Pengujian XRD Variasi Suhu 300, 400, 500 dan 600°C Selama 2 Jam Dibandingkan Terhadap Katalis Pt/C Komersial

Katalis (Variasi Suhu)	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)	Rataan Ukuran Kristal (nm)
Pt/C	40,08	1,48	5,64	6,41
Pt@FeNC 300	39,65	1,82	4,58	5,22
Pt@FeNC 400	39,81	1,26	6,63	7,52
Pt@FeNC 500	39,95	1,82	4,59	5,25
Pt@FeNC 600	41,40	1,6	5,25	5,86

Spektra FTIR katalis Pt@FeNC menunjukkan adanya pengaruh suhu kalsinasi yang jelas, sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 4.3**. Pita serapan pada $554,32\text{ cm}^{-1}$, yang dikaitkan dengan vibrasi Fe–O *stretching*, Pada suhu $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, vibrasi menunjukkan intensitas yang sangat kecil, data ini mendukung hasil XRD bahwa pada suhu $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, keberadaan Fe tidak terdeteksi atau intensitasnya sangat kecil (J. Li et al., 2025). Puncak di 449 cm^{-1} berkaitan dengan vibrasi Fe–N secara tidak langsung mengindikasikan terbentuknya situs atomik Fe–N_x. Pada bilangan gelombang 1390 , 1531 , 1642 , dan 3739 cm^{-1} masing-masing teramati pita yang berkaitan dengan vibrasi C=N pada N-heterosiklik, N–H *bending*, C–N, dan N–H *stretching*, yang merupakan karakteristik hasil transformasi melamin selama proses sintesis. Keberadaan pita-pita ini menegaskan bahwa struktur berbasis nitrogen tetap terbentuk pada seluruh variasi suhu, meskipun intensitas relatifnya dapat berubah akibat pengaruh kalsinasi (Öztürk & Bayrakçeken Yurtcan, 2021).

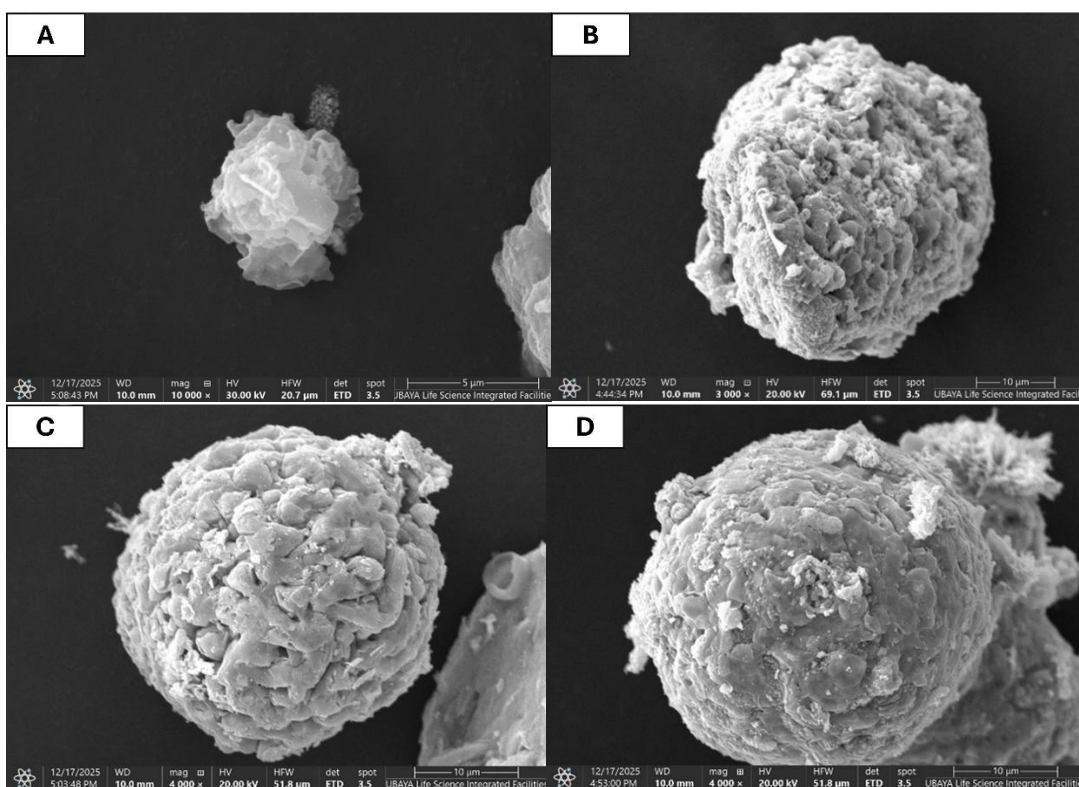
Puncak yang paling menonjol muncul pada sekitar 2345 cm^{-1} , yang diatribusikan pada gugus siano terminal isonitril ($\text{--C}\equiv\text{N}$ *stretching*) dari proses dekomposisi termal melamin, dengan intensitas maksimum pada suhu $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan melemah seiring meningkatnya suhu. Peningkatan intensitas pita $\text{--C}\equiv\text{N}$ ini menunjukkan terjadinya reorganisasi struktur selama perlakuan termal, yang berkaitan dengan terganggunya ikatan hidrogen antar untai polimer karbon nitrida, sehingga memicu fluktuasi atau ketidakteraturan antar lapisan (X. Sun et al., 2025). Selain itu, pita serapan yang melebar pada daerah 3427 cm^{-1} diamati pada seluruh sampel dan dikaitkan dengan vibrasi O–H yang menandakan adsorpsi fisik H_2O . Keberadaan pita O–H ini menunjukkan masih terdapat molekul air teradsorpsi pada permukaan material, yang umum dijumpai pada material berbasis nitrogen hasil sintesis termal (Pang et al., 2025).



Gambar 4.3 Hasil Pengujian FTIR Variasi Suhu Sintesis 300 , 400 , 500 dan $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ Selama 2 Jam

Gugus $\text{--C}\equiv\text{N}$ menunjukkan terbentuknya struktur karbon nitrida dan gugus karbon terdoping nitrogen yang memperbaiki konduktivitas elektron serta memperkuat interaksi *metal-support*, yang penting untuk dispersi Pt dan Fe (Lefèvre et al., 2009; Wu et al., 2011).

Gugus C=N dan C-N merupakan indikator doping nitrogen jenis *pyridinic/pyrrolic* yang menyediakan situs aktif tambahan untuk adsorpsi dan reduksi O₂, serta dapat menstabilkan atom Fe dalam Fe-N_x yang dikenal aktif secara ORR (Jaouen et al., 2010). Sinyal N-H *stretching* dan *bending* menunjukkan nitrogen terprotonasi yang meningkatkan hidrofilisitas permukaan, mendukung transport proton dan pengaturan air pada interaksi gas-elektrolit-katalis (Antolini, 2009). Gugus O-H umumnya berikatan dengan hidroksil dapat meningkatkan pembasahan elektroda dan kinetika ORR, meskipun jika berlebihan dapat menutupi situs aktif (J. Li et al., 2025). Terakhir, pita di 449 cm⁻¹ yang berkaitan dengan Fe-N merupakan bukti tidak langsung terbentuknya situs atomik Fe-N_x ditambah dengan terbentuknya gugus C=N, C-N, -C≡N memberikan bukti kuat bahwa Fe telah berikatan dengan N dan C membentuk FeNC (Lee et al., 2015). Hasil pengujian FTIR selaras dengan pengujian XRD pada **Gambar 4.2** dimana pada suhu 300 °C Fe₂N terbentuk sedikit sekali kemudian intensitas meningkat seiring dengan kenaikan suhu, sejalan dengan spektra FTIR yang menunjukkan *peak* FeN semakin jelas pada suhu 400 dan 500 °C dimana intensitas Fe-N mengalami kenaikan hingga pada suhu 600 °C kurva Fe-N mengalami penurunan intensitas yang drastis, hal ini didukung pada pengujian XRD dimana suhu 600 °C mengalami perubahan fasa dari Pt menjadi Pt-Fe ditandai dengan terjadinya *shifting* pada *peak* platinum dan membentuk *peak* PtFe (COD#1523354), terjadinya hal tersebut menandakan bahwa seluruh Fe yang sebelumnya berikatan dengan N, C dan O terdekomposisi dan menyisip pada kristal platinum sehingga Fe tidak terdeteksi pada XRD.



Gambar 4.4 SEM Pada Katalis Pt@FeNC yang dipanaskan pada suhu 500°C selama 2 jam (A) 10.000x Perbesaran (B) 3.000x Perbesaran (C) 4.000x Perbesaran (D) 4.000x Perbesaran

Hasil karakterisasi morfologi katalis Pt@FeNC yang dipirolisis pada suhu 500 °C selama 2 jam menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ditunjukkan pada **Gambar 4.4**. Secara umum, permukaan katalis memperlihatkan struktur karbon berpori dengan morfologi tidak beraturan (*irregular*) dan cenderung menggumpal (*agglomerated*). Morfologi

ini khas untuk material karbon berbasis Fe–N–C hasil pirolisis pada temperatur tinggi, di mana proses karbonisasi dan pelepasan gugus volatil menyebabkan terbentuknya pori serta permukaan kasar. Struktur berpori ini menguntungkan untuk aplikasi elektrokatalis karena dapat meningkatkan luas permukaan aktif serta memfasilitasi difusi reaktan oksigen selama reaksi *Oxygen Reduction Reaction* (ORR).

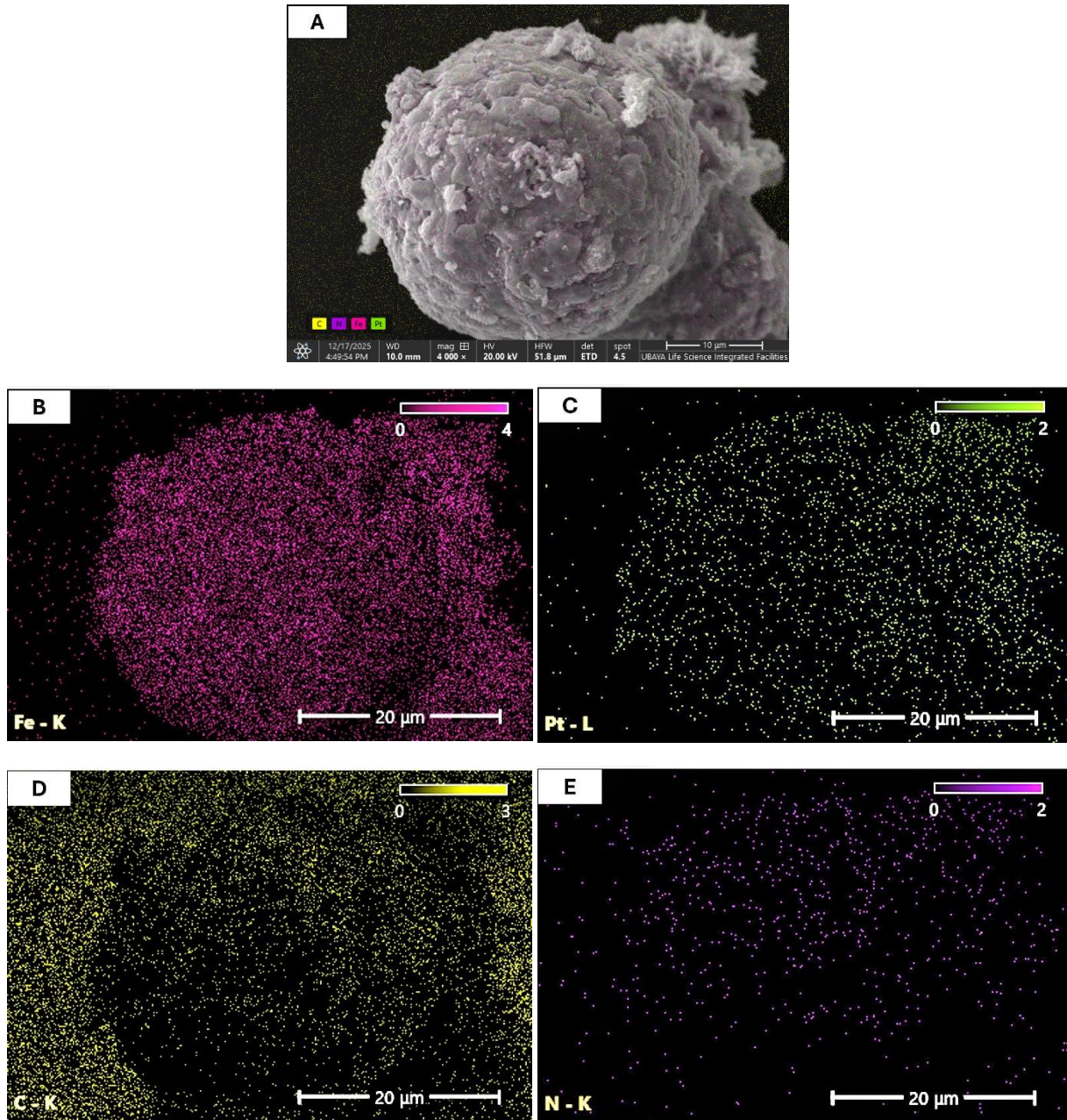
Elemental mapping pada **Gambar 4.5** menunjukkan distribusi unsur C, N, Fe, dan Pt pada katalis Pt@FeNC 500. Unsur karbon (C) terdistribusi merata di seluruh permukaan, mengonfirmasi perannya sebagai matriks utama penyangga katalis. Unsur nitrogen (N) juga terlihat tersebar relatif homogen, yang mengindikasikan keberhasilan *doping* nitrogen ke dalam struktur karbon selama proses pirolisis melamin. Kehadiran N ini sangat penting karena berkontribusi pada pembentukan situs aktif Fe–N_x yang berperan dalam peningkatan aktivitas ORR.

Distribusi unsur Fe pada *mapping* tampak cukup merata tanpa adanya aglomerasi besar, yang menunjukkan bahwa Fe sebagian besar terdispersi dalam bentuk atomik atau kluster sangat kecil yang terikat pada matriks karbon ter-*doping* nitrogen. Hal ini selaras dengan hasil XRD yang tidak menunjukkan puncak kristalin Fe, menandakan bahwa Fe berada dalam bentuk amorf atau Fe–N–C *single/dual atom sites* yang berada di bawah batas deteksi XRD. Berbeda dengan unsur lainnya, distribusi Pt pada hasil *mapping* terlihat relatif lebih jarang dan tersebar sebagai titik-titik kecil. Pola ini menunjukkan bahwa Pt hadir sebagai nanopartikel dengan *loading* rendah dan terdispersi baik di permukaan maupun di dalam pori karbon. Kondisi ini konsisten dengan *anchoring* Pt pada matriks Fe–N–C, di mana Pt tidak membentuk aglomerasi besar melainkan tersebar sebagai partikel kecil yang berfungsi sebagai situs aktif tambahan untuk ORR.

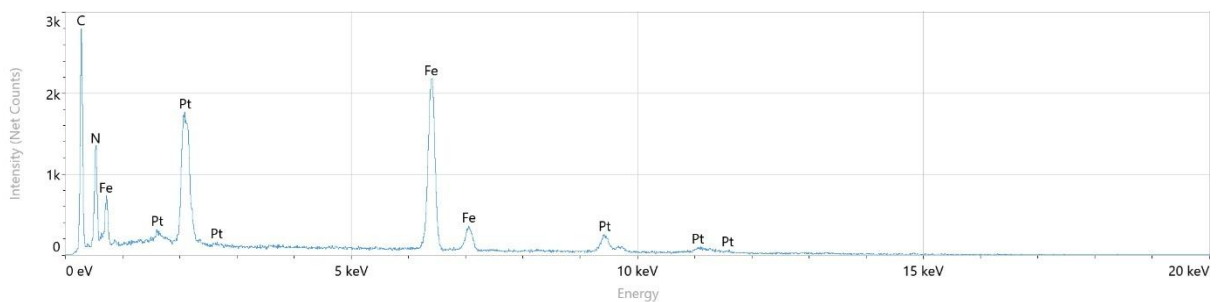
Hasil analisis *Energy Dispersive X-ray* (EDX) (**Gambar 4.6**) yang dirangkum pada **Tabel 4.2** menunjukkan bahwa kandungan Pt terdeteksi sebesar 27,91 wt%, mengalami penurunan jumlah dibandingkan dengan nilai target sintesis sebesar 40 wt%. Selama proses sintesis dan kalsinasi pada suhu tinggi (500°C 2 h), sebagian prekursor Pt berpotensi mengalami kehilangan akibat volatilitas, reduksi tidak sempurna, atau migrasi ke bagian internal struktur karbon sehingga tidak terdeteksi secara optimal pada analisis permukaan. Dengan demikian, hasil SEM–EDX dan *elemental mapping* mengonfirmasi bahwa katalis Pt@FeNC 500 2h memiliki struktur karbon berpori yang cenderung beraglomerasi dengan distribusi unsur C, N, Fe, dan Pt yang relatif homogen, di mana Fe dan N berperan sebagai situs aktif non-logam mulia dan Pt hadir sebagai nanopartikel terdispersi dengan baik.

Tabel 4.2 Komposisi Unsur Katalis Pt@FeNC 500 Pada Pengujian EDX

Elemen	At. %	Wt. %
C	68,3	32,26
N	8,8	5,14
Fe	19,39	34,69
Pt	3,51	27,91



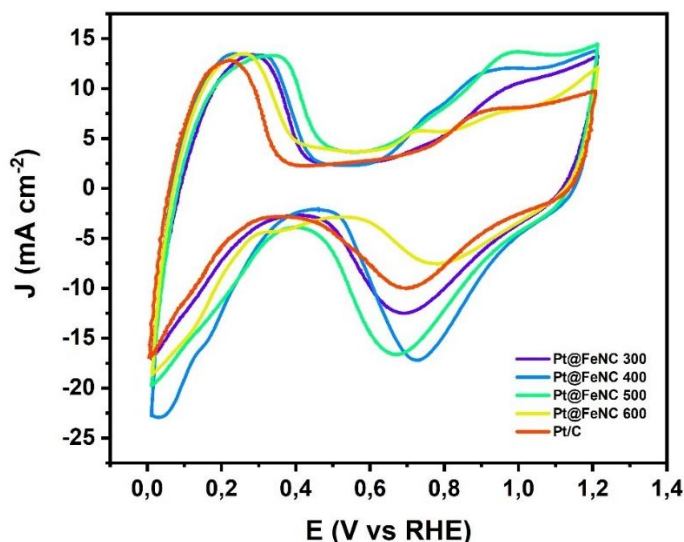
Gambar 4.5 Mapping Element dari Katalis Pt@FeNC 500 2h (A) Mapping element keseluruhan (B) Mapping element Fe (C) Mapping element Pt (D) Mapping element karbon (E) Mapping element Nitrogen



Gambar 4.6 Hasil EDX Katalis Pt@FeNC Yang Disintesis Pada Suhu 500°C Selama 2 Jam

4.1.2 Hasil Uji Elektrokimia Variasi Temperatur

Performa elektrokimia dari variasi Temperatur sebagai elektrokatalis dipelajari dengan analisa *cyclic voltammetry* (CV) dengan perbandingan variasi dari perbedaan suhu pada 300, 400, 500 dan 600 °C 2h memberikan gambaran performa adsorpsi-desorpsi hidrogen. Hasil uji dari katalis Pt@FeNC 300, Pt@FeNC 400, Pt@FeNC 500 dan Pt@FeNC 600 dapat dilihat pada **Gambar 4.7**.

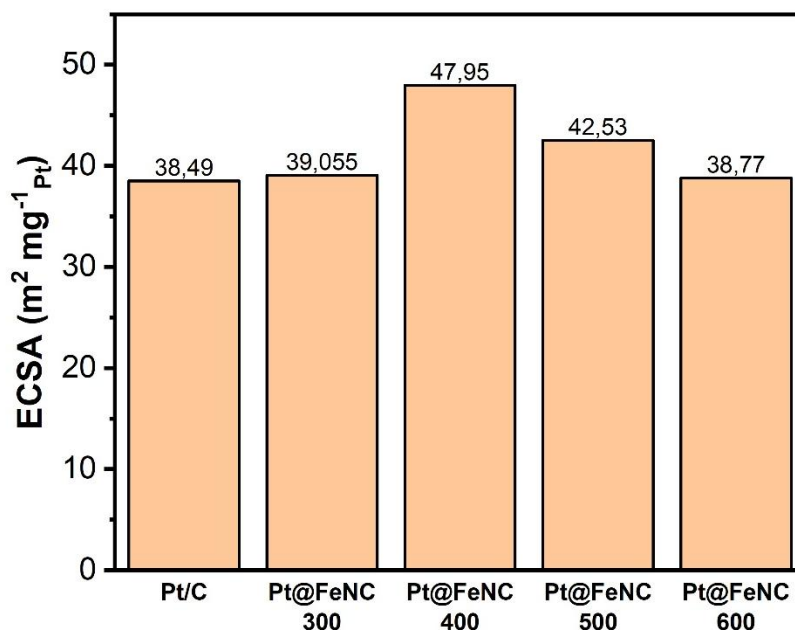


Gambar 4.7 Kurva CV Variasi Temperatur 300, 400 500 dan 600°C Selama 2 Jam Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Kurva CV digunakan untuk mengevaluasi pengaruh temperatur terhadap perilaku elektrokimia katalis Pt@FeNC yang disintesis pada suhu 300, 400, 500, dan 600 °C, serta dibandingkan dengan Pt/C komersial. Secara umum, seluruh sampel menampilkan ciri khas katalis berbasis Pt dalam media asam (HClO_4 1M), yang ditandai oleh keberadaan *hydrogen underpotential deposition* (HUPD) pada potensial rendah (sekitar 0,05–0,4 V vs RHE), daerah *double layer* pada potensial menengah, serta pembentukan dan reduksi oksida Pt pada potensial tinggi di atas 0,8 V vs RHE. Perbedaan bentuk, luas, dan intensitas arus pada kurva CV antar sampel mencerminkan perubahan luas permukaan elektrokimia, dispersi nanopartikel Pt, serta kekuatan interaksi antara Pt dan matriks Fe–N–C yang dipengaruhi oleh variasi temperatur.

Pada daerah HUPD, sampel Pt@FeNC yang disintesis pada temperatur 400 dan 500 °C menunjukkan arus adsorpsi–desorpsi hidrogen yang lebih besar dan lebih jelas dibandingkan sampel 300 dan 600 °C. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Han et al., 2025). Pada **Gambar 4.8** dan **Tabel 4.3**, Nilai *electrochemical surface area* (ECSA) menunjukkan pengaruh yang jelas dari temperatur terhadap ketersediaan situs Pt aktif (E. Park et al., 2025). Pt/C memiliki ECSA sebesar $38,49 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{ Pt}$, sedangkan Pt@FeNC 300 °C meningkat menjadi $39,055 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{ Pt}$. ECSA tertinggi diperoleh pada Pt@FeNC 400 °C sebesar $47,95 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{ Pt}$, yang sejalan dengan respons HUPD paling kuat pada kurva CV. Pada temperatur lebih tinggi, ECSA menurun menjadi $42,53 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{ Pt}$ untuk Pt@FeNC 500 °C dan $38,77 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{ Pt}$ untuk Pt@FeNC 600 °C. Hal ini sejalan dengan hasil dari uji XRD bahwa fasa Fe–N yang terbentuk disuhu 300 sangat sedikit dan intensitasnya mengalami kenaikan di suhu 400 °C, namun pada suhu 500 °C fasa Fe_3O_4 yang merupakan fasa samping yang tidak diinginkan menunjukkan kenaikan intensitas yang signifikan, fasa ini mengurangi kemampuan ORR pada katalis sehingga ECSA mengalami penurunan seiring kenaikan suhu (Kosmala et al., 2020). Pada

temperatur 600 °C, meskipun Pt bertransformasi menjadi PtFe pada pengujian XRD membuatnya memiliki ECSA yang identik seperti katalis Pt/C komersial karena fasa FeN sudah terdekomposisi dan mengurangi situs reaktif dari katalis (E. Park et al., 2025).



Gambar 4.8 Diagram Hasil ECSA Variasi Temperatur Dari Kurva CV Variasi Suhu Sintesis 300, 400, 500 dan 600°C selama 2 jam

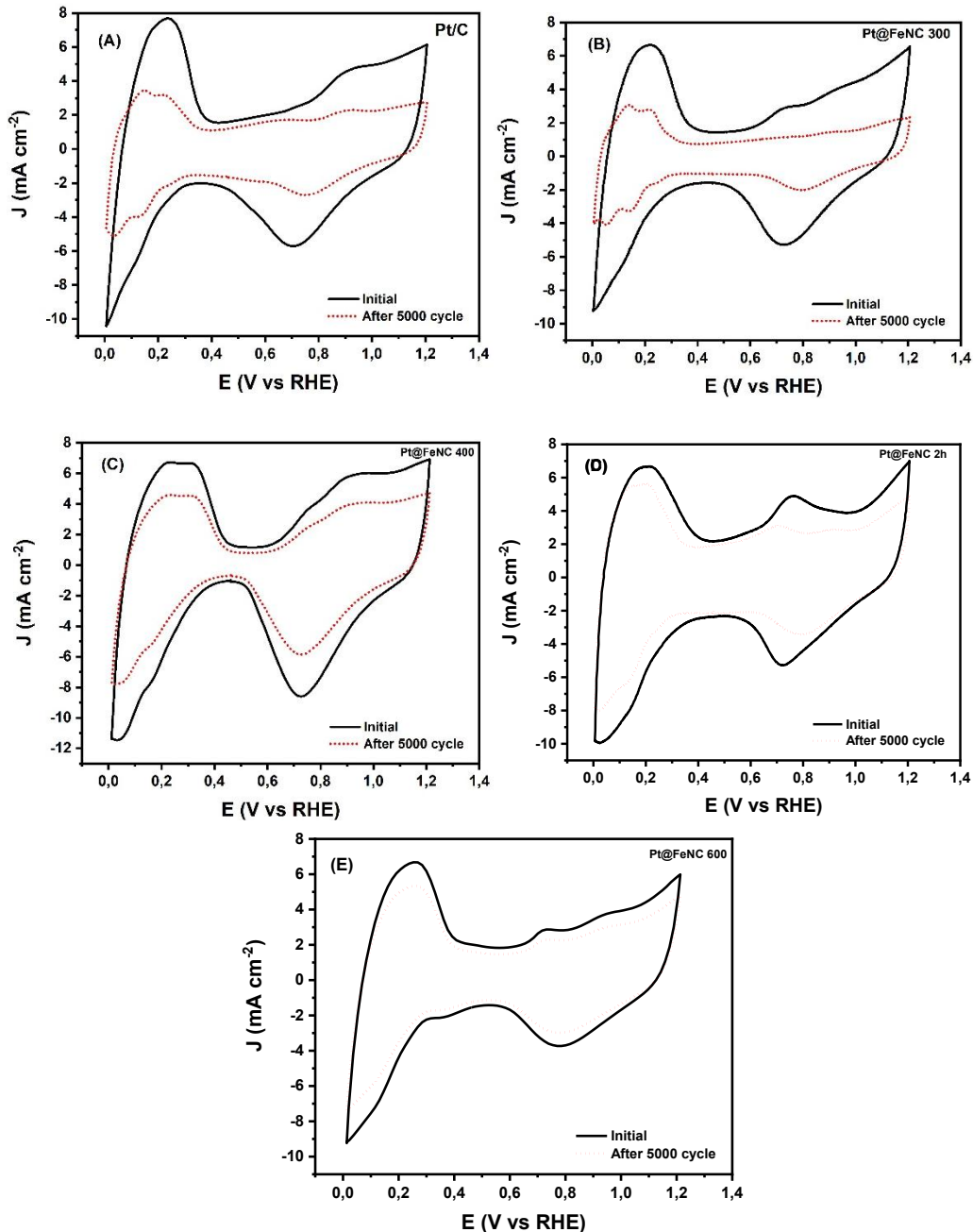
Tabel 4.3 Perbandingan Hasil ECSA Pada Variasi Temperatur Sintesis Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Sampel	ECSA (m² gr ⁻¹ Pt)
Pt/C	38,49
Pt@FeNC 300	39,055
Pt@FeNC 400	47,95
Pt@FeNC 500	42,53
Pt@FeNC 600	38,77

Pada potensial tinggi (diatas 0,6V) menunjukkan kemampuan katalis dalam menyerap oksigen (O_{ads}) terhadap permukaan metal kemudian pada *reverse scan* menunjukkan desorpsi oksigen dari permukaan metal katalis, terlihat bahwa luasan desorpsi oksigen pada Pt@FeNC 400 dan 500 °C memiliki luasan yang lebar dibanding 300 °C, hal tersebut menunjukkan bahwa katalis pada suhu sintesis tersebut memiliki kemampuan *release* oksigen yang baik sehingga pada aplikasi PEMFC, katoda dapat me-*release* hasil reaksi dengan baik sehingga performa *single cell* akan lebih efektif dibanding katalis dengan metalnya hanya platinum.

Perubahan kurva CV setelah 5000 siklus (**Gambar 4.9**) menunjukkan penurunan arus yang merefleksikan berkurangnya jumlah situs Pt aktif pada seluruh katalis, dengan tingkat degradasi yang berbeda untuk setiap sampel. Pt@FeNC, khususnya pada temperatur 400, 500 dan 600 °C, mampu mempertahankan luas dan bentuk kurva CV dengan lebih baik dibandingkan Pt/C, yang mengindikasikan ketahanan situs Pt aktif yang lebih tinggi. Karena respon CV, terutama pada daerah adsorpsi-desorpsi hidrogen, berhubungan langsung dengan jumlah situs Pt yang aktif secara elektrokimia, maka perubahan tersebut disajikan pada **Tabel 4.4**.

Degradasi ECSA setelah 5000 siklus CV digunakan sebagai indikator kuantitatif untuk mengevaluasi stabilitas elektrokimia katalis. Berdasarkan hasil perhitungan yang disajikan pada **Tabel 4.4** dan **Gambar 4.10**, Pt/C mengalami penurunan ECSA dari 31,23 menjadi 14,62 m² gr⁻¹ Pt, yang setara dengan degradasi sebesar 53,18%, menunjukkan kehilangan situs Pt aktif yang signifikan selama pengujian stabilitas. Penurunan yang serupa juga diamati pada Pt@FeNC 300 °C, dengan ECSA menurun dari 22,38 menjadi 9,39 m² gr⁻¹Pt, menghasilkan degradasi tertinggi sebesar 56,82%, yang mengindikasikan bahwa pada temperatur rendah belum cukup efektif dalam mempertahankan situs Pt aktif selama siklus potensial berulang.

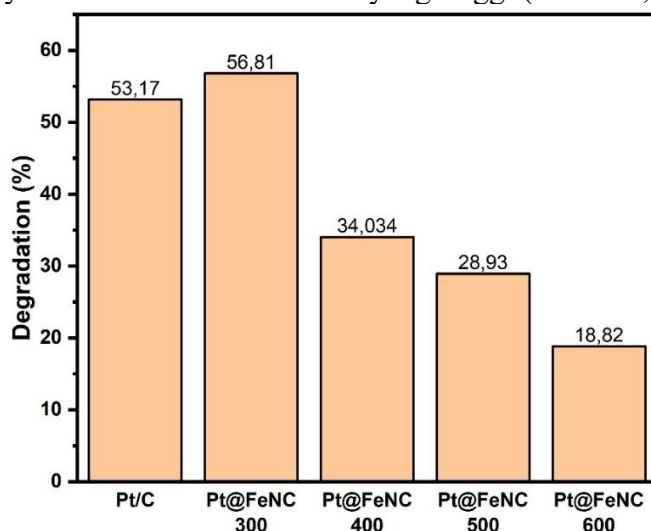


Gambar 4.9 Kurva CV Stabilitas Variasi Suhu (A) Pt/C (B) Pt@FeNC 300 (C) Pt@FeNC 400 (D) Pt@FeNC 500 (E) Pt@FeNC 600

Sebaliknya, katalis Pt@FeNC yang disintesis pada temperatur menengah menunjukkan degradasi ECSA yang jauh lebih rendah. Pt@FeNC 400 °C mengalami penurunan ECSA dari 35,55 menjadi 23,45 m² gr⁻¹ Pt, dengan degradasi sebesar 34,03%, sedangkan Pt@FeNC 500 °C menunjukkan penurunan dari 25,56 menjadi 18,16 m² gr⁻¹ Pt, yang setara dengan degradasi 28,94%. Nilai ini menegaskan bahwa pada rentang temperatur tersebut, katalis mampu mempertahankan sebagian besar situs Pt aktif meskipun mengalami siklus potensial berulang.

Degradasi ECSA terendah diperoleh pada Pt@FeNC 600 °C, yaitu sebesar 18,82%, dengan ECSA menurun dari 20,06 menjadi 16,28 m² gr⁻¹ Pt. Meskipun nilai ECSA awalnya tidak setinggi Pt@FeNC 500 °C, kestabilan relatif yang lebih tinggi menunjukkan bahwa katalis ini paling efektif dalam mempertahankan situs Pt aktif selama pengujian stabilitas. Secara keseluruhan, urutan ketahanan ECSA terhadap degradasi setelah 5000 siklus berturut-turut adalah Pt@FeNC 600, Pt@FeNC 500, Pt@FeNC 400, Pt/C ≈ Pt@FeNC 300 °C. Hasil ini menegaskan bahwa temperatur memiliki peran krusial dalam menentukan stabilitas ECSA katalis Pt@FeNC, dengan temperatur yang lebih tinggi memberikan ketahanan yang lebih baik terhadap degradasi selama pengujian CV.

Hasil dari pengujian stabilitas yang menunjukkan peningkatan ketahanan kimia bisa terjadi karena fasa Fe-N terbentuk semakin tinggi seiring bertambah tingginya suhu, fasa Fe yang ter-*anchor* oleh nitrogen (Fe₂N_x) memiliki kestabilan yang baik sehingga meningkatkan kestabilan katalis terhadap media asam (Kramm et al., 2010). Suhu 600 memiliki kestabilan tertinggi karena Fe telah terdekomposisi dari FeNC kemudian menyisip pada kristal platinum, sehingga kestabilan bukan dipengaruhi oleh Fe lagi melainkan karena PtFe di-*anchor* pada karbon yang ter-*doping* nitrogen (NC) dimana NC memiliki kestabilan yang lebih baik dari FeNC dan membuatnya memiliki nilai kestabilan yang tinggi (Du et al., 2016).



Gambar 4.10 Degradasi ECSA Katalis Pt@FeNC Setelah 5000 Siklus Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Tabel 4.4 Performa Stability Elektrokimia CV Variasi Temperatur

Katalis	ECSA Initial (m ² gr ⁻¹ Pt)	ECSA 5000 (m ² gr ⁻¹ Pt)	Degradasi (%)
Pt/C	31,23	14,62	53,18
Pt@FeNC 300	22,38	9,39	56,82
Pt@FeNC 400	35,55	23,45	34,03
Pt@FeNC 500	25,56	18,16	28,94

Pt@FeNC 600

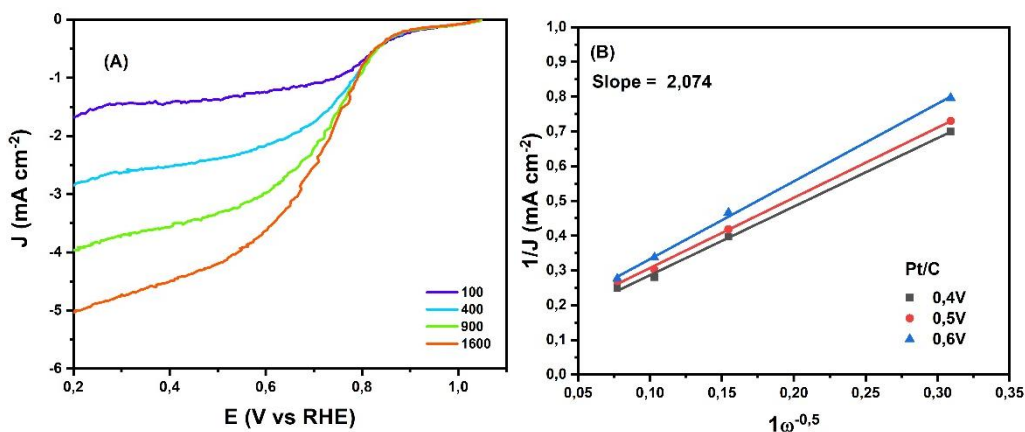
20,06

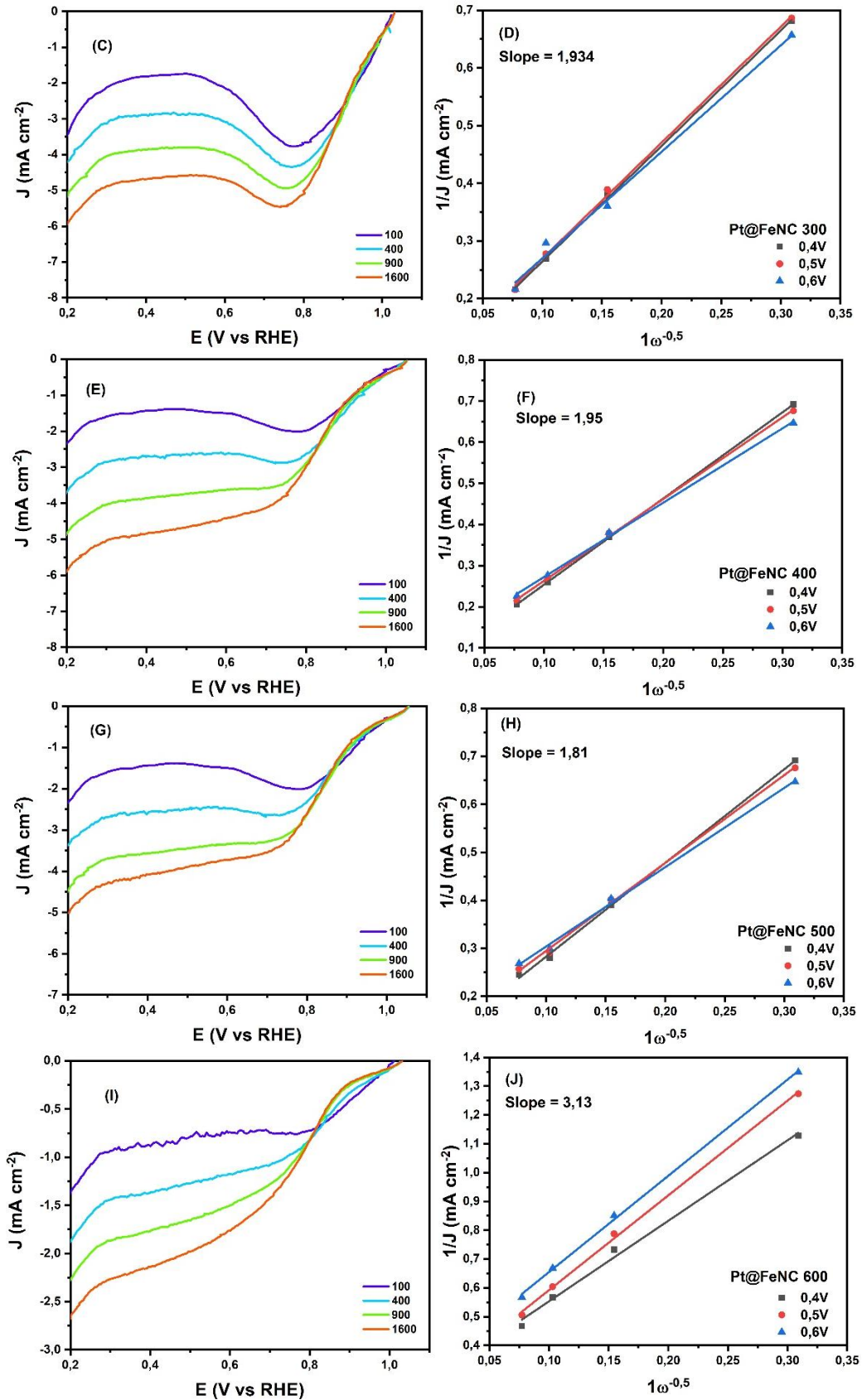
16,28

18,82

Pengujian Linear Sweep Voltammetry (LSV) digunakan untuk mengevaluasi aktivitas elektrokimia katalis melalui respon densitas arus terhadap perubahan potensial. Pada penelitian ini, LSV diterapkan untuk menganalisis pengaruh variasi suhu sintesis terhadap aktivitas katalitik Pt@FeNC, sehingga dapat menilai peran temperatur dalam menentukan kinerja katalis.

Berdasarkan hasil kurva *Linear Sweep Voltammetry* (LSV) pada **Gambar 4.11**, dapat dianalisis pengaruh variasi suhu sintesis terhadap performa *Oxygen Reduction Reaction* (ORR) dari katalis Pt@FeNC. Parameter utama yang ditinjau (**Tabel 4.5**) meliputi *potential onset* (E_0), *half-wave potential* ($E_{1/2}$), *limiting current density*, *specific activity*, *mass activity*, serta jumlah elektron transfer (n) yang diperoleh dari analisis Koutecky–Levich. Seluruh pengujian dilakukan pada kondisi rotasi 1600 rpm dengan Pt/C komersial digunakan sebagai pembanding (**Gambar 4.12**). Nilai E_0 dari katalis Pt@FeNC menunjukkan ketergantungan yang jelas terhadap suhu sintesis. Pt@FeNC 300 memiliki nilai E_0 tertinggi sebesar 0,97 V, diikuti oleh Pt@FeNC 400 dan 500 masing-masing 0,91 V, serta Pt@FeNC 600 sebesar 0,87 V, yang seluruhnya lebih tinggi dibandingkan Pt/C komersial (0,82 V). Nilai E_0 yang lebih tinggi mengindikasikan bahwa reaksi ORR pada katalis Pt@FeNC dapat dimulai pada potensial yang lebih positif, menunjukkan *driving force* termodinamik yang lebih kecil dibandingkan Pt/C (Monini et al., 2024). Tren serupa juga terlihat pada nilai $E_{1/2}$, di mana Pt@FeNC 300 menunjukkan nilai tertinggi (0,90 V), diikuti oleh Pt@FeNC 400 dan 500 (0,84 V), serta Pt@FeNC 600 (0,80 V), yang seluruhnya lebih tinggi dibandingkan Pt/C (0,74 V). Peningkatan nilai $E_{1/2}$ ini menandakan peningkatan kinetika reaksi ORR pada katalis Pt@FeNC, khususnya pada suhu sintesis rendah hingga menengah, yang menunjukkan bahwa modifikasi struktur akibat variasi suhu memberikan kontribusi positif terhadap aktivitas elektrokimia. Pengujian LSV selaras dengan hasil dari pengujian XRD, dimana pada suhu 300 °C fasa Fe_3O_4 hanya 11% dan fasa tersebut bertambah banyak seiring tingginya suhu yang membuat terjadinya penurunan performa ORR.





Gambar 4.11 Kurva LSV Rotation-Rate-Dependent dan Plot Koutecky-Levich. (A) Kurva LSV Pt/C komersial, (B) Plot Koutecky-Levich Pt/C, (C) Kurva LSV Pt@FeNC 300, (D) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 300, (E) Kurva LSV Pt@FeNC 400, (F) Plot Koutecky-Levich

Pt@FeNC 400 (G) Kurva LSV Pt@FeNC 500 (H) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 500 (I)
Kurva LSV Pt@FeNC 600 (J) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 600

Dari sisi *limiting current density*, Pt@FeNC 300 ($5,92 \text{ mA cm}^{-2}$) dan Pt@FeNC 400 ($5,80 \text{ mA cm}^{-2}$) menunjukkan nilai yang sebanding atau sedikit lebih tinggi dibandingkan Pt/C komersial ($5,04 \text{ mA cm}^{-2}$), sedangkan Pt@FeNC 500 ($5,09 \text{ mA cm}^{-2}$) masih berada pada kisaran yang sama. Namun, pada Pt@FeNC 600, nilai *limiting current* menurun signifikan menjadi $2,67 \text{ mA cm}^{-2}$, penurunan ini berdasarkan fasa Pt dan FeNC yang terbentuk pada suhu 600°C .

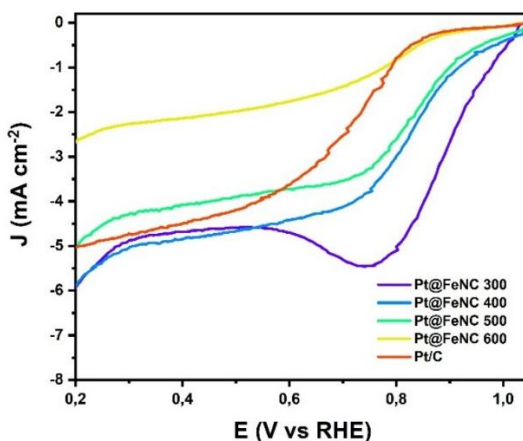
Nilai *specific activity* pada $0,85 \text{ V}$ vs RHE menunjukkan peningkatan yang konsisten dengan naiknya suhu sintesis, dari $2,11 \text{ mA cm}^{-2}$ (Pt@FeNC 300) menjadi $3,06 \text{ mA cm}^{-2}$ (Pt@FeNC 600), yang jauh lebih tinggi dibandingkan Pt/C ($0,315 \text{ mA cm}^{-2}$). Hal ini menunjukkan bahwa secara intrinsik, situs aktif Pt pada Pt@FeNC memiliki aktivitas yang lebih tinggi. Tren yang sama juga terlihat pada *mass activity*, yang meningkat dari $23,44 \text{ mA mgPt}^{-1}$ (Pt@FeNC 300) menjadi 34 mA mgPt^{-1} (Pt@FeNC 600), dengan seluruh katalis Pt@FeNC menunjukkan nilai *mass activity* yang kompetitif dan sebanding dengan Pt/C ($31,55 \text{ mA mgPt}^{-1}$).

Berdasarkan analisis Koutecky–Levich, seluruh katalis Pt@FeNC umumnya menunjukkan mekanisme ORR melalui jalur empat elektron yang ideal untuk aplikasi PEMFC. Pt/C komersial memiliki nilai *number of electron* (n) sebesar $4,29$, sedangkan Pt@FeNC 300 dan Pt@FeNC 400 masing-masing menunjukkan nilai n sebesar $4,60$ dan $4,55$, menandakan mekanisme reduksi oksigen yang efisien dan sebanding bahkan sedikit lebih baik dibandingkan Pt/C. Nilai n tertinggi diperoleh pada Pt@FeNC 500 sebesar $4,93$, yang mengindikasikan dominasi kuat jalur 4-elektron akibat terbentuknya struktur aktif Pt–Fe–N–C yang optimal pada temperatur tersebut. Sebaliknya, Pt@FeNC 600 menunjukkan penurunan nilai n menjadi $2,85$, yang mengindikasikan pergeseran mekanisme ORR menuju jalur dua elektron akibat degradasi situs aktif atau sintering Pt pada temperatur kalsinasi yang terlalu tinggi.

Secara keseluruhan, hasil LSV menunjukkan bahwa variasi suhu sintesis memiliki pengaruh signifikan terhadap performa ORR katalis Pt@FeNC. Suhu sintesis menengah, khususnya $400\text{--}500^\circ\text{C}$, memberikan keseimbangan terbaik antara onset potential yang tinggi, kinetika reaksi yang baik, *limiting current* yang memadai, serta mekanisme transfer elektron yang mendekati jalur empat elektron. Hasil ini konsisten dengan karakterisasi struktural dan elektrokimia sebelumnya, yang menunjukkan bahwa kondisi sintesis optimal menghasilkan aktivitas ORR yang lebih efektif dan stabil.

Tabel 4.5 Hasil Perhitungan E_0 , $E_{1/2}$, *Current Density* (J), *Specific* dan *Mass Activity*, Juga *Number Electron* Yang Didapatkan Dari Pengujian LSV Variasi Temperatur $300, 400, 500$ dan 600°C Selama 2 Jam

Katalis	E_0 (V)	$E_{1/2}$ (V)	J (mA cm^{-2})	Specific Activity at $0,85\text{V}$ (mA cm^{-2})	Mass Activity at $0,85\text{V}$ (mA cm^{-2})	N (e)
Pt/C	0,82	0,74	5,04	0,315	31,55	4,29
Pt@FeNC 300	0,97	0,89	4,5	2,11	23,44	4,60
Pt@FeNC 400	0,91	0,84	5,8	2,32	25,78	4,55
Pt@FeNC 500	0,91	0,84	5,09	2,86	31,78	4,93
Pt@FeNC 600	0,87	0,8	2,67	3,06	34	2,85



Gambar 4.12 Kurva LSV Katalis Pt@FeNC pada Variasi Temperatur 300, 400, 500 dan 600°C dan Perbandingannya dengan Pt/C Komersial pada 1600 rpm

4.2 Analisa Performa Variasi *Holding Time*

Holding time merupakan parameter penting dalam sintesis katalis PtFeNC karena menentukan lamanya material mengalami perlakuan termal pada temperatur tertentu, yang secara langsung memengaruhi pembentukan dan stabilitas situs aktif Pt@FeNC. Variasi *holding time* dapat memengaruhi tingkat dekomposisi prekursor, perkembangan struktur *support*, serta ketahanan situs Pt aktif selama pengujian elektrokimia. Oleh karena itu, pembahasan pengaruh *holding time* menjadi penting untuk memahami perannya terhadap karakteristik elektrokimia dan stabilitas katalis Pt@FeNC. Pada variasi waktu pemanasan dilakukan pada suhu 500 °C selama 1, 2 dan 3 jam.

4.2.1 Hasil Karakterisasi Variasi *Holding Time*

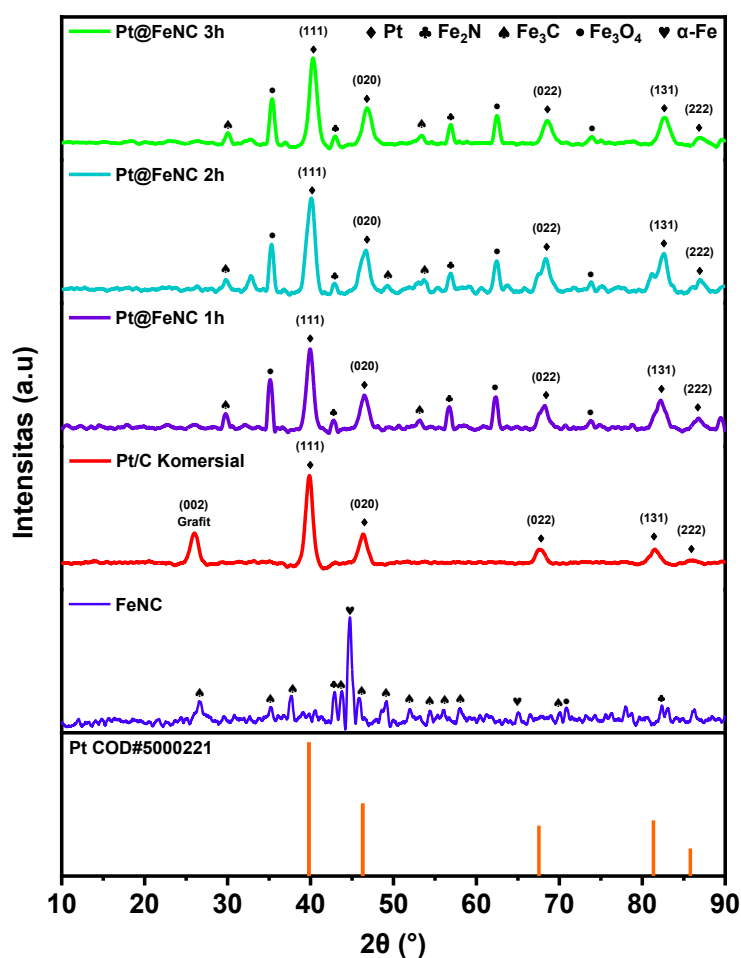
Hasil karakterisasi XRD (**Gambar 4.13**) untuk mengevaluasi pengaruh variasi *holding time* pada temperatur sintesis 500 °C terhadap struktur kristal material, meliputi identifikasi fasa, tingkat kristalinitas, dan perubahan ukuran kristalit akibat perbedaan *holding time*.

Berdasarkan hasil pengujian XRD, sampel katalis Pt@FeNC pada seluruh variasi *holding time* menunjukkan puncak difraksi khas platinum (Pt) dengan struktur kristal *face-centered cubic* (fcc) seperti pada variasi temperatur sintesis. Puncak utama Pt teridentifikasi pada sudut 2θ sekitar 39–40°, 46°, 67–68°, 81–82°, dan 85–87° yang masing-masing berkorespondensi dengan bidang kristal (111), (200), (220), (311), dan (222) sesuai dengan data standar Pt (COD #5000221). Keberadaan puncak Pt (111) yang dominan pada seluruh sampel mengindikasikan bahwa proses reduksi prekursor Pt selama sintesis Pt@FeNC berlangsung dengan baik dan menghasilkan fase Pt kristalin yang stabil. Secara umum, peningkatan *holding time* menyebabkan puncak-puncak difraksi yang semakin tajam menandakan peningkatan kristalinitas dan pertumbuhan ukuran kristalit (*crystal growth*) pada partikel Pt yang terbentuk selama kalsinasi yang terjadi karena atom-atom Pt mempunyai waktu lebih lama untuk berdifusi dan menempati posisi kisi energetik yang lebih stabil sehingga domain-koheren kristal membesar (J. Li et al., 2016).

Fasa yang terbentuk pada waktu pemanasan 1, 2 dan 3 jam hasil pengujian XRD menunjukkan terbentuknya fasa Fe_3C , Fe_2N dan Fe_3O_4 pada katalis Pt@FeNC disetiap waktu pemanasan. Pada waktu pemanasan selama 1 jam, fasa Fe_2N terbentuk sebanyak 52,5%, fasa Fe_3O_4 sebanyak 30,3%, fasa Fe_3C sebanyak 8,1%. Pada waktu pemanasan selama 2 jam menunjukkan penurunan persentase terbentuknya Fe_2N menjadi 49,5% fasa Fe_3O_4 sebesar 34,3% dan fasa Fe_3C menjadi 6,1%. pada kenaikan waktu pemanasan selama 3 jam membuat penurunan persentase dari Fe_3C dan Fe_2N dimana Fe terdekomposisi dan berikatan dengan

oksigen membentuk Fe_3O_4 ditandai dengan meningkatnya persentase Fe_3O_4 dari 30,3% menjadi 34,3%. Begitupun pada waktu pemanasan selama 3 jam, persentase fasa Fe_3O_4 naik drastis menjadi 72,3%, fasa Fe_2N mengalami penurunan sebesar 16,8% dari 49,5% dan fasa Fe_3C menjadi 5% dari 6,1%. Dekomposisi Fe terjadi pada suhu 500°C , seiring bertambahnya waktu pemanasan memberikan waktu bagi Fe berikatan dengan oksigen yang memiliki energi ikatan lebih rendah daripada dengan nitrogen sehingga Fe_3O_4 terbentuk dalam jumlah yang besar.

Pada **Tabel 4.6** menunjukkan perhitungan ukuran kristal pada Pt (111) yang berada pada dimana Pt pada indeks miller tersebut adalah Pt paling reaktif dan stabil sehingga dihitunglah ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer sehingga didapatkan ukuran kristal pada waktu pemanasan 1, 2 dan 3 jam berturut-turut mendapatkan ukuran 4,31 nm, 5,25 nm dan 5,49 nm. Terlihat bahwa seiring bertambahnya suhu maka Pt akan semakin kristalin ditandai dengan kenaikan rata-rata ukuran kristal, hal tersebut terjadi karena Pt mendapatkan waktu yang cukup untuk melakukan koordinasi dalam pembentukan kristal sehingga seiring bertambahnya waktu menyebabkan rata-rata ukuran kristal membesar. Besarnya kristal pada Pt menunjukkan bahwa Platinum memiliki struktur yang lebih stabil dan juga memiliki cacat struktur permukaan lebih sedikit, karena sedikitnya permukaan cacat mempengaruhi reaktifitas dari platinum reaksi ORR sehingga reaktifitasnya tidak setinggi permukaan platinum yang memiliki cacat permukaan yang tinggi. (Pramadewandaru et al., 2021).



Gambar 4.13 Kurva XRD Pada Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 dan 3 Jam Pada Temperatur 500°C

Tabel 4.6 Perhitungan Ukuran Kristal Pt (111) Pada Pengujian XRD Variasi Waktu Pemanasan 1,2 Dan 3 Jam Pada Suhu 500°C Dan Dibandingkan dengan Katalis Pt/C Komersial

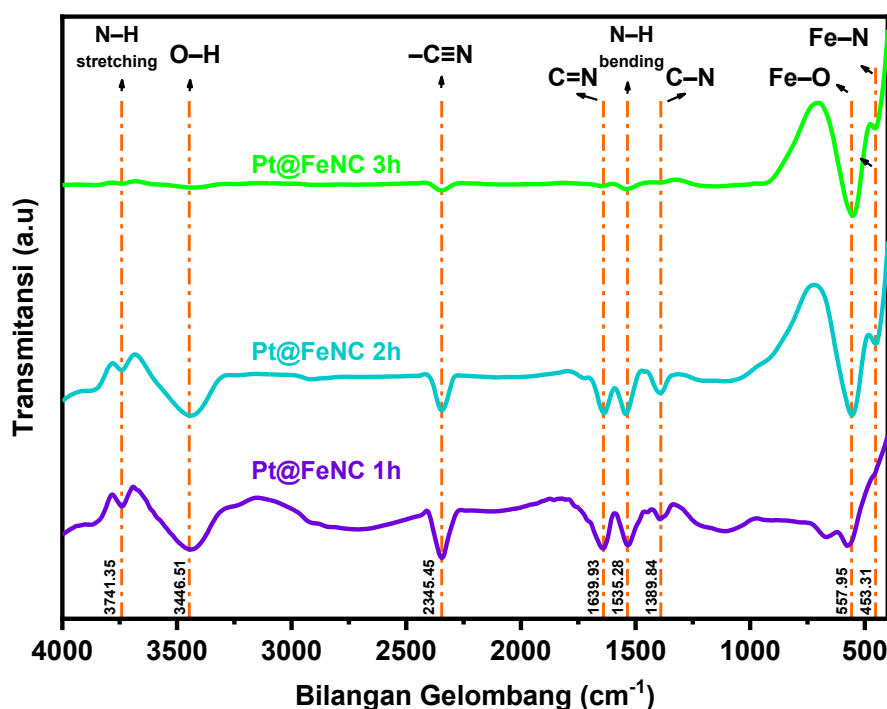
Katalis (Variasi Waktu)	2 θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)	Rataan Ukuran Kristal (nm)
Pt/C	40,08	1,48	5,64	6,41
Pt@FeNC 1h	39,95	2,21	3,78	4,31
Pt@FeNC 2h	39,95	1,82	4,59	5,25
Pt@FeNC 3h	40,38	1,74	4,82	5,49

Pada katalis Pt/C komersial, ukuran kristal rata-rata Pt berada pada kisaran 6,41 nm mencerminkan karakteristik kristalinitas tinggi (**Tabel 4.6**). Sementara itu, katalis Pt@FeNC 1 jam, 2 jam, dan 3 jam mengalami peningkatan ukuran kristal rata-rata, dengan nilai masing-masing sebesar 4,31 nm; 5,25 nm; dan 5,49 nm yang lebih kecil dibandingkan katalis Pt/C komersial. Ukuran kristal rata-rata Pt@FeNC yang lebih kecil menunjukkan terjadinya dekomposisi in situ prekursor Pt di dalam matriks karbon–nitrogen hasil pirolisis support Fe-melamin, di mana keberadaan heteroatom N dan Fe terdispersi menghasilkan banyak active sites seperti Fe–N_x dan N-doped *carbon defect*. *Active sites* ini membatasi mobilisasi atom Pt dan menghambat koalesensi partikel selama nukleasi awal (Chung et al., 2017; Jaouen et al., 2010). Sementara itu, peningkatan ukuran kristal rata-rata Pt akibat *holding time* yang lebih lama disebabkan waktu yang cukup untuk atom Pt berdifusi di matriks support Fe–N–C dan terjadi proses sintering termal yang semakin dominan pada durasi kalsinasi yang lebih panjang sehingga terjadi pertumbuhan ukuran kristalit (*crystal growth*) pada atom Pt (Shao et al., 2016).

Spektra FTIR pada **Gambar 4.14** menunjukkan adanya perubahan karakter gugus fungsi seiring dengan meningkatnya *holding time* selama proses sintesis katalis Pt@FeNC. Pada seluruh sampel teramati pita serapan utama di sekitar 2343 cm⁻¹ yang dikaitkan dengan vibrasi –C≡N, menandakan keberadaan gugus nitril yang berasal dari prekursor nitrogen dan menunjukkan pembentukan ikatan N–C dalam matriks karbon. Intensitas pita –C≡N pada sampel dengan *holding time* 1 jam terlihat paling kuat, sedangkan pada 2 jam mulai menurun dan pada 3 jam menjadi semakin lemah, yang mengindikasikan bahwa peningkatan waktu penahanan mendorong terjadinya transformasi gugus nitril menjadi struktur N yang lebih terinkorporasi dalam jaringan karbon (Fe–N–C). Pada daerah bilangan gelombang 1640, 1535, dan 3741 cm⁻¹, yang masing-masing berkaitan dengan vibrasi C=N pada N-heterosiklik, N–H *bending*, dan N–H *stretching*, terlihat perubahan intensitas yang signifikan. Sampel Pt@FeNC 1 jam menunjukkan pita yang relatif jelas, menandakan struktur karbon dan gugus nitrogen yang masih belum sepenuhnya terkondensasi. Pada *holding time* 2 jam, pita-pita ini menjadi lebih terdefinisi, yang mengindikasikan terbentuknya struktur karbon aromatik dan gugus nitrogen yang lebih stabil. Sementara itu, pada 3 jam, pita serapan di wilayah ini cenderung melemah, yang menunjukkan terjadinya karbonisasi lebih lanjut sehingga struktur menjadi lebih teratur dan bersifat lebih grafitik, dengan berkurangnya gugus fungsional permukaan. Pita serapan melebar pada 3446 cm⁻¹ menunjukkan gugus O–H teradsorpsi pada permukaan yang semakin menghilang seiring waktu yang lebih lama. Penghilangan molekul air teradsorpsi ini berkaitan dengan tertutupnya situs polar Fe–N_x dan N-piridinik akibat Pt lebih terdispersi, menyebabkan semakin sedikit situs adsorpsi air pada permukaan (Abidin & Hamada, 2022). Hasil FTIR selaras dengan pengujian XRD dimana ikatan Fe–O menunjukkan intensitas yang besar di waktu pemanasan 2 jam dan 3 jam, sejalan dengan pengujian XRD dimana Fe₂O₃ terbentuk sebanyak 34,3% pada waktu pemanasan 2 jam dan sebanyak 72,3% pada waktu pemanasan 3 jam. Juga terlihat bahwa gugus seluruh gugus khas dari melamine berupa C=N, –

$C\equiv N$, $C-N$ dan $N-H$ bending mengalami kenaikan optimal di suhu 2 jam dan mengalami penurunan intensitas secara signifikan pada suhu 3 jam yang sesuai dengan pembacaan pada grafik XRD bahwa Fe_3C dan Fe_2N mengalami dekomposisi menyebabkan Fe cenderung berikatan dengan oksigen sehingga *peak* $Fe-O$ pada waktu pemanasan 3 jam mengalami peningkatan intensitas lebih tinggi daripada waktu 2 jam.

Pita serapan di sekitar 1390 cm^{-1} yang diasosiasikan dengan vibrasi $C-N$ juga menunjukkan kecenderungan penurunan intensitas seiring bertambahnya waktu penahanan. Hal ini mengindikasikan bahwa pada *holding time* yang lebih lama, sebagian gugus $C-N$ mengalami reorganisasi menjadi situs $Fe-N$ yang lebih stabil atau terinkorporasi ke dalam kerangka karbon, sehingga tidak lagi terdeteksi kuat sebagai gugus fungsional bebas. Perubahan ini mendukung terbentuknya struktur $Fe-N-C$ yang lebih matang pada *holding time* yang lebih panjang. Selain itu, pita serapan pada sekitar 557 cm^{-1} yang berkaitan dengan vibrasi $Fe-O$ terlihat lemah pada sampel 1 jam dan intensitasnya mengalami peningkatan pada 2 jam serta 3 jam. Pita serapan pada 453 cm^{-1} menunjukkan vibrasi $Fe-N$ situs atomik $Fe-N_x$ yang memiliki intensitas maksimum pada waktu 2 jam. Peningkatan pita $Fe-O$ dan penurunan pita $Fe-N$ pada waktu 3 jam ini menunjukkan bertambahnya spesies oksida besi bebas seiring dengan meningkatnya waktu penahanan, yang mengindikasikan bahwa Fe semakin terdispersi yang awalnya terkoordinasi parsial dengan N atau terperangkap dalam matriks karbon amorf menjadi dapat berdifusi atomik, rekristalisasi, dan oksidasi ulang ringan oleh oksigen residu atau gugus oksigen permukaan karbon selama proses sintesis yang lebih lama.



Gambar 4.14 Kurva FTIR Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu $500^{\circ}C$

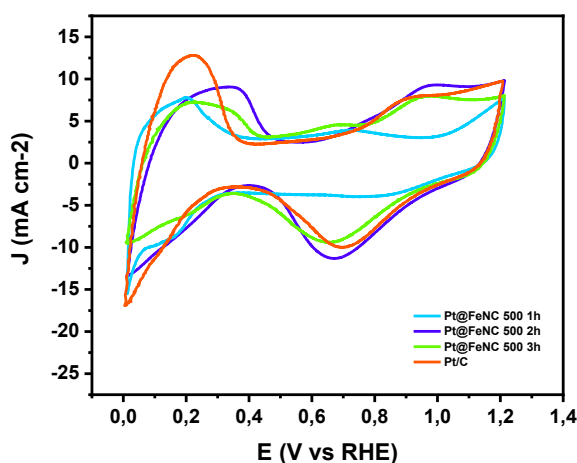
Secara keseluruhan, hasil FTIR menunjukkan semakin lama *holding time* mendorong terjadinya transformasi gugus fungsional menuju struktur $Fe-N-C$ yang lebih kurang stabil dan mengalami pengurangan jumlah gugus fungsional permukaan juga peningkatan dari gugus $Fe-O$ namun pada waktu pemanasan 1 jam gugus yang menunjang terbentuknya $FeNC$ belum terbentuk dengan baik dan stabil di waktu pemanasan 2 jam walau ditandai dengan hadirnya gugus $Fe-O$ namun dalam intensitas yang tidak tinggi. Sampel dengan *holding time* 2 jam

menunjukkan keseimbangan yang baik antara keberadaan gugus nitrogen aktif dan stabilitas struktur. Hal ini sejalan dengan hasil karakterisasi elektrokimia yang menunjukkan bahwa kondisi *holding time* menengah memberikan performa katalitik yang paling optimal.

4.2.2 Hasil Uji Elektrokimia Variasi *Holding Time*

Performa elektrokimia dari variasi *holding time* sebagai elektrokatalis dipelajari dengan analisa CV dengan perbandingan variasi dari perbedaan waktu pada 1, 2 dan 3 jam memberikan gambaran performa untuk adsorpsi-desorpsi hidrogen. Hasil uji dari katalis Pt@FeNC 1h, Pt@FeNC 2h, dan Pt@FeNC 3h dapat dilihat pada **Gambar 4.15**.

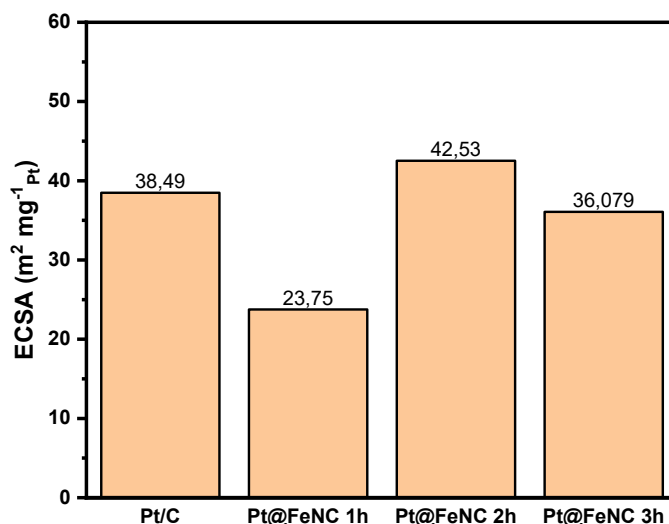
Kurva CV digunakan untuk mengevaluasi pengaruh variasi waktu pemanasan pada temperatur 500 °C terhadap perilaku elektrokimia katalis Pt@FeNC, yaitu pada *holding time* 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, serta dibandingkan dengan Pt/C komersial. Secara umum, seluruh kurva menampilkan karakteristik khas katalis berbasis Pt, meliputi daerah adsorpsi-desorpsi hidrogen pada potensial rendah, daerah *double layer* pada potensial menengah, serta pembentukan dan reduksi oksida Pt pada potensial tinggi. Namun, perbedaan yang mencolok terlihat pada intensitas arus dan luas kurva CV, yang mengindikasikan variasi jumlah situs Pt aktif akibat perbedaan *holding time*.



Gambar 4.15 Kurva CV Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C

Pada Pt@FeNC 1 jam, kurva CV menunjukkan respons arus yang sangat rendah pada seluruh rentang potensial, baik pada daerah HUPD maupun *double layer*. Hal ini mengindikasikan bahwa jumlah situs Pt yang dapat diakses secara elektrokimia sangat terbatas. Kondisi ini selaras dengan nilai ECSA yang sangat kecil, yaitu hanya 15,47 m² gr⁻¹Pt, jauh lebih rendah dibandingkan Pt/C (38,49 m² gr⁻¹ Pt). Rendahnya ECSA dan lemahnya respon CV menunjukkan bahwa waktu pemanasan 1 jam belum cukup untuk menghasilkan kondisi Pt yang aktif secara elektrokimia, sehingga pemanfaatan Pt masih sangat rendah selaras dengan XRD dan FTIR yang menunjukkan bahwa fasa dan gugus fungsi yang menunjang terbentuknya FeNC belum terbentuk secara optimal karena waktu pemanasan yang terbilang singkat. Sebaliknya, peningkatan *holding time* menjadi 2 jam menghasilkan perubahan yang sangat signifikan pada kurva CV. Pt@FeNC 2 jam menunjukkan arus adsorpsi-desorpsi hidrogen yang paling kuat serta kurva CV yang paling lebar dan simetris dibandingkan sampel lainnya. Hasil ini menunjukkan jumlah situs Pt aktif yang paling besar dan stabil selama pengukuran. Hal tersebut dikonfirmasi secara kuantitatif oleh nilai ECSA tertinggi yang disajikan pada **Gambar 4.16** dan **Tabel 4.7**, yaitu 55,32 m² gr⁻¹ Pt, yang bahkan melampaui ECSA Pt/C. Hasil ini

menegaskan bahwa *holding time* 2 jam merupakan kondisi optimum untuk menghasilkan pemanfaatan Pt yang maksimal secara elektrokimia yang secara XRD menunjukkan seimbangnya terbentuknya fasa Fe_3C dan Fe_2N secara berturut-turut sebesar 6,1% dan 49% didukung dengan gugus fungsi antara C dan N terbentuk dengan jelas disertai munculnya puncak Fe-N yang mendukung terbentuknya Fe-N dimana pada waktu 1 jam pemanasan belum terbentuk puncak dari FeN.



Gambar 4.16 Diagram Batang ECSA dari CV Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 Dan 3 Jam Pada Suhu 500°C dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

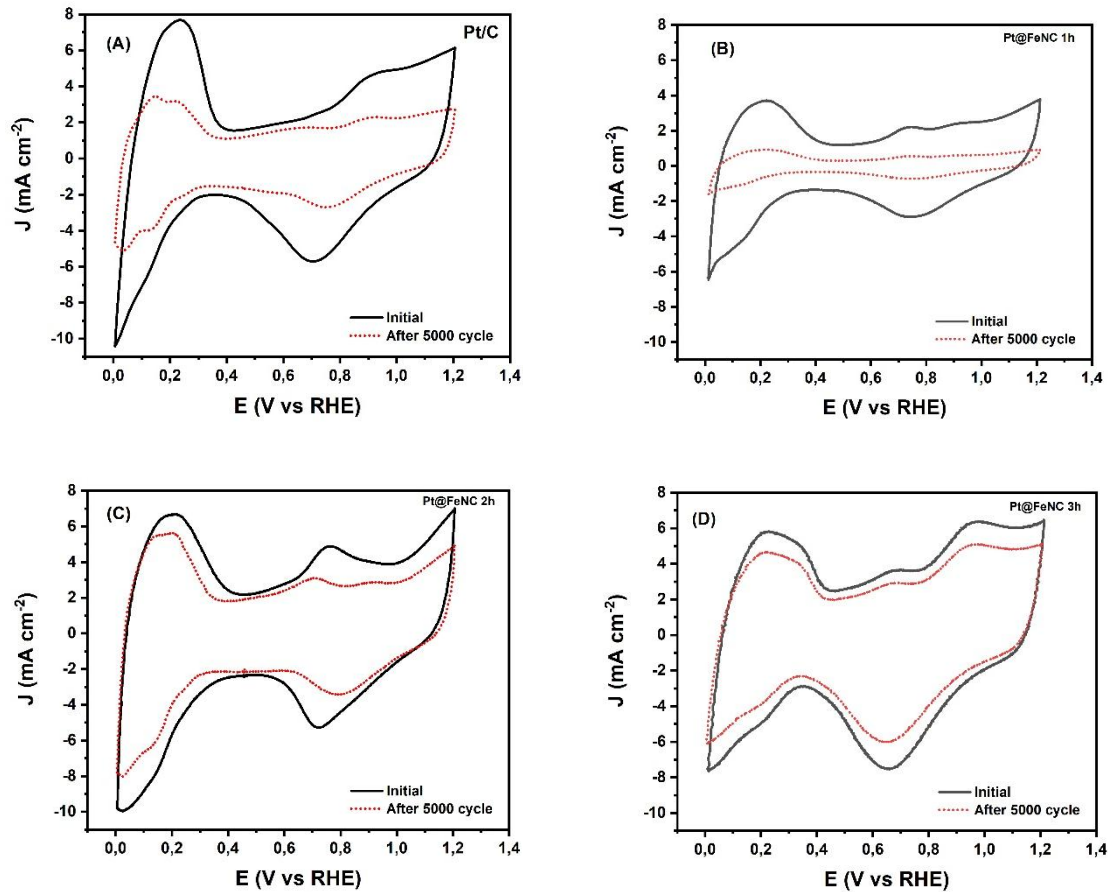
Tabel 4.7 Perbandingan Hasil ECSA Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 Dan 3 Jam Pada Suhu 500°C dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Katalis	ECSA ($\text{m}^2 \text{gr}^{-1} \text{Pt}$)
Pt/C	38,49
Pt@FeNC 1h	23,75
Pt@FeNC 2h	42,53
Pt@FeNC 3h	36,079

Pada Pt@FeNC 3 jam, kurva CV masih menunjukkan karakteristik Pt yang jelas, namun dengan intensitas arus yang lebih rendah dibandingkan sampel 2 jam. Penurunan luas kurva CV ini tercermin pada nilai ECSA yang menurun menjadi $36,08 \text{ m}^2 \text{gr}^{-1} \text{Pt}$, meskipun masih sebanding dengan Pt/C. Hal ini menunjukkan bahwa perpanjangan waktu pemanasan dari 2 jam menjadi 3 jam tidak memberikan peningkatan tambahan terhadap jumlah situs Pt aktif, dan justru menurunkan ECSA yang terukur secara elektrokimia. Secara keseluruhan, kombinasi hasil CV dan ECSA menunjukkan bahwa *holding time* memiliki pengaruh yang sangat signifikan terhadap ketersediaan situs Pt aktif pada katalis Pt@FeNC. Waktu pemanasan yang terlalu singkat (1 jam) menghasilkan aktivitas elektrokimia yang sangat rendah, sedangkan waktu pemanasan yang terlalu lama (3 jam) tidak memberikan keuntungan tambahan dibandingkan kondisi optimum. *Holding time* 2 jam pada 500°C merupakan kondisi paling ideal karena menghasilkan respons CV paling kuat dan nilai ECSA tertinggi, yang menunjukkan pemanfaatan Pt yang paling efektif selama pengujian elektrokimia.

Berdasarkan hasil pengujian stabilitas elektrokimia menggunakan kurva CV pada **Gambar 4.17**, dapat diamati bahwa variasi waktu penahanan sintesis berpengaruh signifikan terhadap performa dan stabilitas katalis Pt@FeNC. Katalis Pt/C komersial menunjukkan

penurunan luas kurva CV yang cukup drastis setelah 5000 siklus, yang mengindikasikan terjadinya degradasi luas permukaan aktif Pt secara signifikan. Penurunan ini umumnya disebabkan oleh aglomerasi nanopartikel Pt, pelarutan Pt selama siklus potensial, serta lemahnya interaksi antara Pt dan penyangga karbon konvensional, sehingga menyebabkan stabilitas jangka panjang katalis Pt/C menjadi terbatas.



Gambar 4.17 Kurva CV Stabilitas Variasi Waktu Pemanasan Pada Suhu 500°C (A) Pt/C (B) Pt@FeNC 1h (C) Pt@FeNC 2h (D) Pt@FeNC 3h

Pada katalis Pt@FeNC dengan waktu penahanan 1 jam, degradasi yang terjadi terlihat paling signifikan dibandingkan sampel lainnya. Kurva CV setelah 5000 siklus mengalami penyusutan yang tajam dengan penurunan arus yang besar, menandakan hilangnya sebagian besar situs aktif Pt. Hal ini menunjukkan bahwa waktu penahanan 1 jam belum cukup untuk membentuk struktur Fe–N–C yang stabil dan homogen, sehingga interaksi antara Pt dan matriks FeNC masih lemah dan belum mampu menahan degradasi selama siklus elektrokimia berlangsung. Perubahan bentuk dari kurva CV stabilitas pada siklus pertama dan setelah 5000 siklus terjadi pada Pt@FeNC 1 jam dan pada Pt/C komersial, hal ini terjadi karena katalis secara berulang terjadi adsorpsi-desorpsi oksigen dengan metal sehingga terjadi oksida logam setelah siklus tinggi yang menyebabkan perubahan karakter elektrokimia dari katalis, pada pemanasan 1 jam dikonfirmasi dengan FTIR bahwa puncak dari Fe–N belum terbentuk sehingga kestabilan dari katalis buruk karena Fe–N berperan dalam penstabil yang diperankan oleh *anchoring* nitrogen terhadap metal.

Sebaliknya, katalis Pt@FeNC dengan waktu pemanasan 2 jam menunjukkan peningkatan performa yang sangat signifikan baik dari sisi aktivitas maupun stabilitas. Kurva

CV awal memperlihatkan luas area yang paling besar, yang menandakan tingginya jumlah situs aktif elektrokimia. Setelah 5000 siklus, bentuk dan luas kurva CV masih relatif terjaga dengan penurunan yang lebih kecil dibandingkan Pt/C dan Pt@FeNC 1 jam. Hal ini mengindikasikan bahwa pada waktu penahanan 2 jam telah terbentuk struktur Fe–N–C yang optimal, yang mampu meningkatkan dispersi Pt serta memperkuat interaksi Pt–support, sehingga menghambat aglomerasi dan pelarutan Pt selama pengujian stabilitas, didukung dengan data dari XRD dan FTIR dimana fasa Fe_2N terbentuk sebesar 49,5% dengan puncak gugus fungsi Fe–N terbaca di FTIR sehingga hal tersebut menyebabkan kestabilan yang baik dari katalis Pt@FeNC 2 jam. Katalis Pt@FeNC dengan waktu penahanan 3 jam juga menunjukkan stabilitas elektrokimia yang baik, yang ditandai dengan perubahan kurva CV yang relatif kecil setelah 5000 siklus. Namun demikian, luas kurva CV awal lebih rendah dibandingkan Pt@FeNC 2 jam, yang mengindikasikan berkurangnya jumlah situs aktif Pt yang dapat diakses secara elektrokimia. Kondisi ini disebabkan karena fasa Fe_3O_4 pada waktu pemanasan 3 jam memiliki jumlah yang tinggi sebesar 72,3% dimana fasa Fe_3O_4 memiliki kemampuan elektrokimia yang buruk sehingga ECSA menurun dibanding pada waktu pemanasan 2 jam.

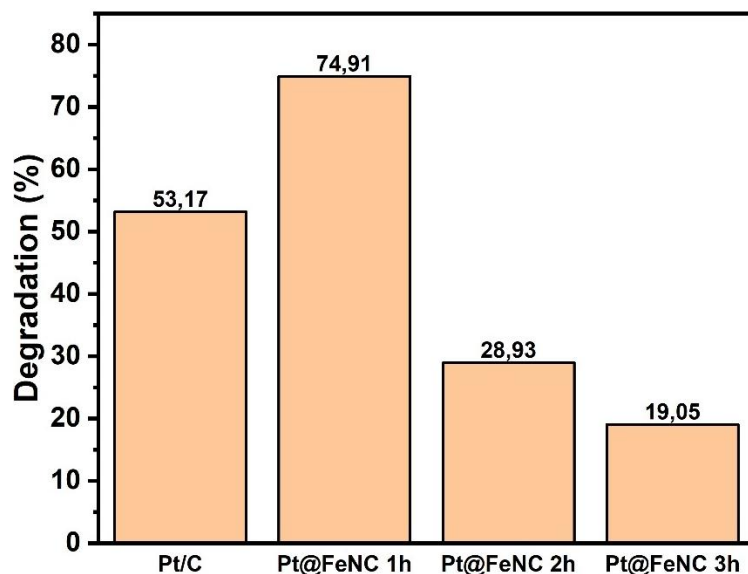
Berdasarkan data ECSA pada **Gambar 4.18** dan **Tabel 4.8**, tingkat degradasi katalis setelah 5000 siklus menunjukkan perbedaan yang jelas antara katalis Pt/C komersial dan katalis Pt@FeNC dengan variasi waktu penahanan. Katalis Pt/C komersial mengalami degradasi sebesar 53,18%, ditandai dengan penurunan ECSA dari $31,23 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$ menjadi $14,62 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$, yang mengindikasikan stabilitas yang relatif rendah akibat lemahnya interaksi antara Pt dan penyangga karbon. Pada katalis Pt@FeNC dengan waktu penahanan 1 jam, degradasi yang terjadi bahkan lebih besar, yaitu 74,91%, dengan ECSA menurun dari $18,01 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$ menjadi $4,51 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$. Tingginya degradasi ini menunjukkan bahwa struktur Fe–N–C yang terbentuk belum cukup stabil untuk mempertahankan situs aktif Pt selama siklus elektrokimia berlangsung.

Sebaliknya, katalis Pt@FeNC dengan waktu penahanan 2 dan 3 jam menunjukkan ketahanan degradasi yang jauh lebih baik. Pt@FeNC 2 jam mengalami degradasi sebesar 28,9%, dengan ECSA berkurang dari $25,56 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$ menjadi $18,16 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$, yang menandakan bahwa sebagian besar situs aktif Pt masih terjaga meskipun dilakukan pengujian jangka panjang. Sementara itu, Pt@FeNC 3 jam menunjukkan degradasi paling rendah, yaitu hanya 19,05%, dengan penurunan ECSA dari $22,33 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$ menjadi $18,07 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$, yang mengindikasikan stabilitas struktural yang sangat baik. Secara keseluruhan, hasil ini menegaskan bahwa peningkatan waktu penahanan sintesis mampu menekan degradasi katalis, dengan Pt@FeNC 2 jam memberikan keseimbangan terbaik antara aktivitas awal yang tinggi dan stabilitas elektrokimia yang baik dibandingkan Pt/C komersial.

Secara keseluruhan, hasil ini menunjukkan bahwa katalis Pt@FeNC, khususnya dengan waktu penahanan 2 jam, memiliki performa dan stabilitas elektrokimia yang lebih unggul dibandingkan katalis Pt/C komersial. Keberadaan matriks Fe–N–C berperan penting dalam meningkatkan interaksi Pt–support, menjaga dispersi Pt, serta meningkatkan ketahanan terhadap degradasi selama siklus potensial. Oleh karena itu, Pt@FeNC dengan waktu penahanan 2 jam dapat disimpulkan sebagai kondisi sintesis paling optimal dan berpotensi tinggi untuk aplikasi elektrokatalitik jangka panjang.

Berdasarkan hasil pengujian Linear Sweep Voltammetry (LSV) variasi waktu pemanasan (**Gambar 4.19** dan **Tabel 4.10**), terlihat bahwa *holding time* memiliki pengaruh signifikan terhadap performa Oxygen Reduction Reaction (ORR) katalis Pt@FeNC. Katalis Pt@FeNC 1 jam menunjukkan performa awal yang sangat baik dengan nilai E_0 sebesar 0,95 V dan $E_{1/2}$ sebesar 0,89 V, yang keduanya lebih tinggi dibandingkan Pt/C komersial ($E_0 = 0,82 \text{ V}$; $E_{1/2} = 0,74 \text{ V}$), menandakan driving force reaksi ORR yang lebih menguntungkan secara termodinamis. Namun demikian, meskipun memiliki limiting current (J) yang relatif sama

dengan Pt/C ($\approx 5,06 \text{ mA cm}^{-2}$), nilai number of electron (n) sebesar 3,31 mengindikasikan bahwa mekanisme reaksi ORR belum sepenuhnya mengikuti jalur 4-elektron secara ideal.



Gambar 4.18 Perbandingan Degradasi ECSA Selama 5000 Siklus Pada Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Tabel 4.8 Performa Stabilitas 5000 Siklus Pada Elektrokimia CV Variasi Waktu Pemanasan Selama 1, 2 Dan 3 Jam Dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

Katalis	ECSA Initial ($\text{m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{Pt}$)	ECSA 5000 ($\text{m}^2 \text{ gr}^{-1} \text{Pt}$)	Degradasi (%)
Pt/C	46,85	21,93	53,18
Pt@FeNC 1h	18,014	4,51	74,91
Pt@FeNC 2h	25,56	18,16	28,9
Pt@FeNC 3h	20,35	12,76	19,05

Pada Pt@FeNC 2 jam, terjadi keseimbangan yang lebih baik antara kinetika dan mekanisme reaksi, ditunjukkan oleh $E_0 = 0,91 \text{ V}$, $E_{1/2} = 0,84 \text{ V}$, serta limiting current tertinggi sebesar $5,09 \text{ mA cm}^{-2}$. Selain itu, nilai $n = 4,93$ mendekati mekanisme ORR 4-elektron, yang menunjukkan reduksi oksigen berlangsung lebih lengkap. Katalis ini juga menunjukkan mass activity sebesar $31,78 \text{ mA grPt}^{-1}$, sebanding dengan Pt/C ($31,55 \text{ mA grPt}^{-1}$), menandakan pemanfaatan Pt yang lebih efektif pada *holding time* ini.

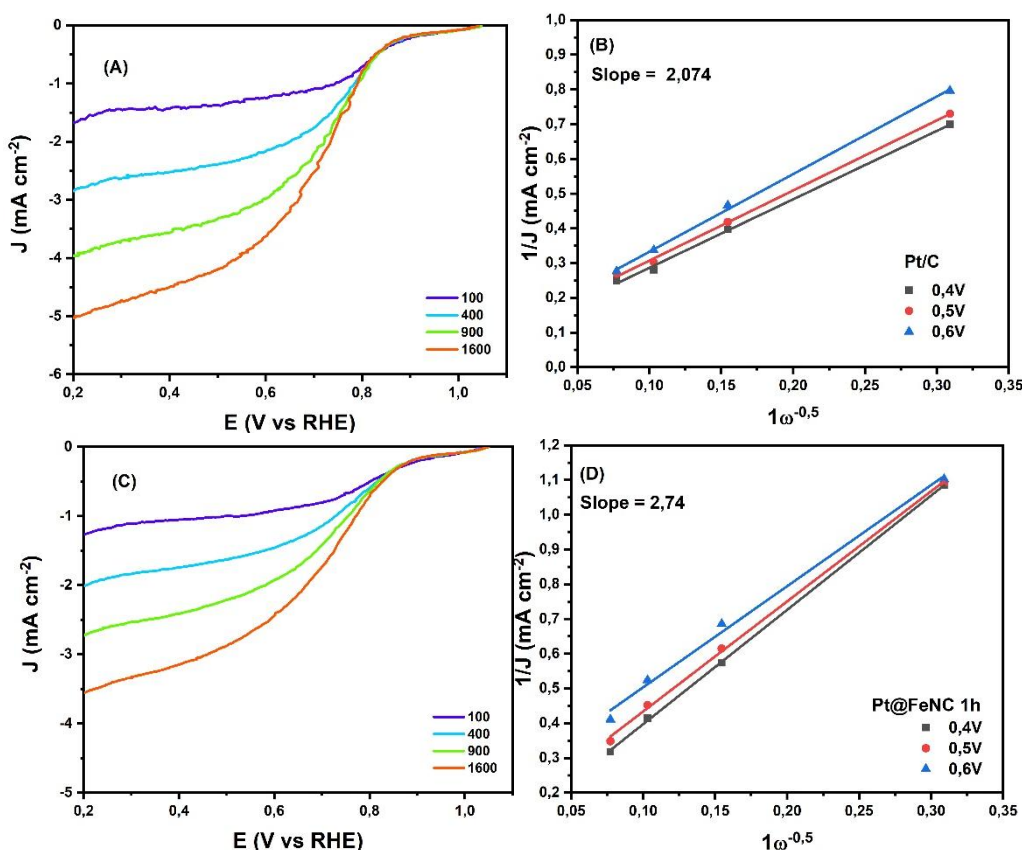
Tabel 4.9 Hasil Pengujian LSV Pada Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 jam Pada Suhu 500°C dan Perbandingan Dengan Katalis Pt/C Komersial

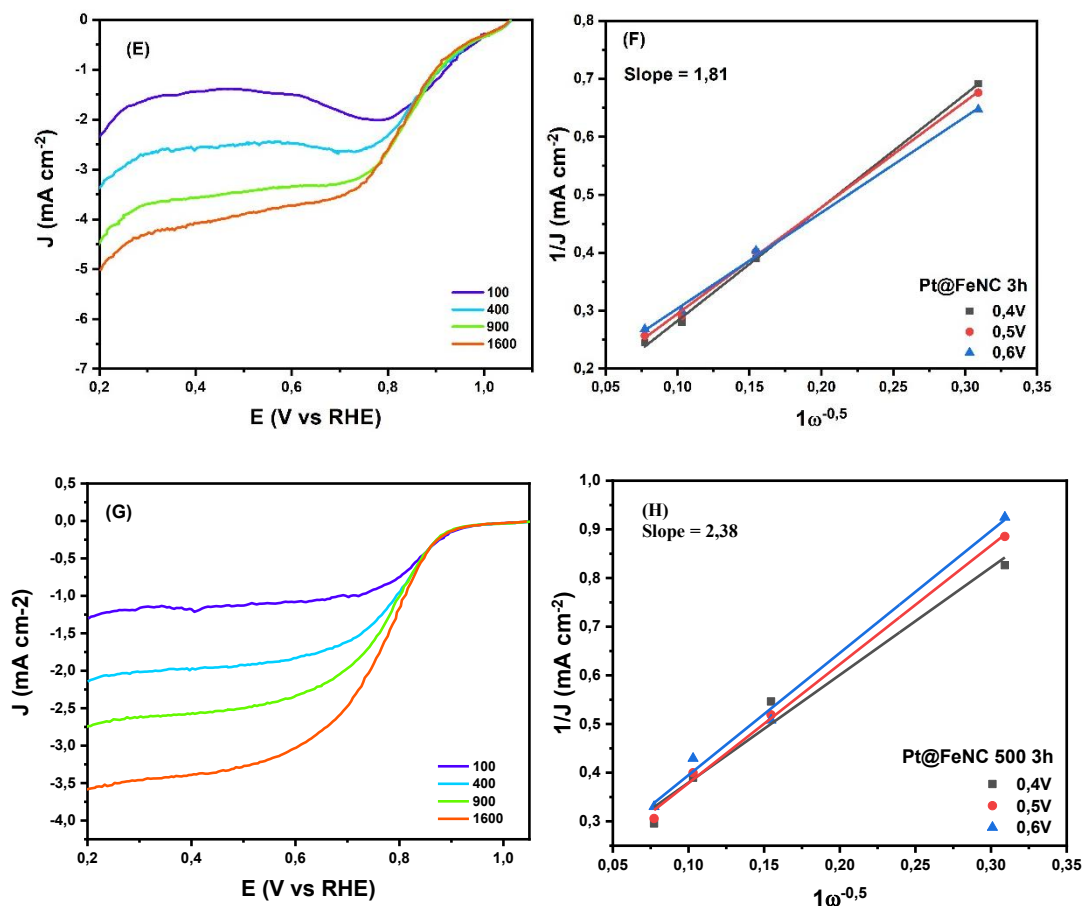
Katalis	E_0 (V)	$E_{1/2}$ (V)	J (mA cm^{-2})	Specific Activity at 0,85V (mA cm^{-2})	Mass Activity at 0,85V (mA cm^{-2})	N (e)
Pt/C	0,82	0,74	5,04	0,315	31,55	4,29
Pt@FeNC 1h	0,85	0,75	3,55	3,97	44,11	3,32
Pt@FeNC 2h	0,95	0,89	5,06	3,31	36,78	4,56

Pt@FeNC 3h	0,87	0,77	3,58	0,44	4,9	3,73
------------	------	------	------	------	-----	------

Sementara itu, pada waktu pemanasan 3 jam mengalami penurunan performa E_0 dari 2 jam yang semula 0,95V menjadi 0,87V yang menandakan *overpotential* yang dibutuhkan pada waktu 3 jam lebih besar untuk memulai reaksi ORR dibanding pada waktu pemanasan 2 jam, begitupun pada $E_{1/2}$. *Current density* pada waktu 3 jam mengalami penurunan yang signifikan yang semula pada 2 jam mendapatkan nilai 5,06 menjadi 3,58 mA cm^{-2} , hal tersebut menandakan bahwa kecepatan difusi oksigen 2 jam adalah yang paling optimal untuk menghasilkan arus listrik dibanding pada 3 jam. Hal tersebut dikonfirmasi pada pengujian XRD dan FTIR dimana pada waktu pemanasan 3 jam terbentuk fasa Fe_3O_4 yang lebih dominan dan gugus fungsi penunjang dari FeNC mengalami pelemahan intensitas yang menandakan FeNC mengalami dekomposisi menjadi Fe_3O_4 yang menurunkan performa dari ORR

Secara keseluruhan, hasil ini menunjukkan bahwa waktu pemanasan 2 jam merupakan kondisi optimum untuk katalis Pt@FeNC, karena mampu memberikan kombinasi terbaik antara potensial ORR, densitas arus difusi, mekanisme reaksi mendekati jalur 4-elektron, serta pemanfaatan Pt yang efisien. Tren ini konsisten dengan hasil karakterisasi sebelumnya (XRD, ECSA, dan stabilitas CV), dimana *holding time* yang terlalu singkat belum menghasilkan struktur aktif yang optimal, sedangkan pemanasan berlebih cenderung menurunkan performa transport massa dan kestabilan mekanisme ORR.

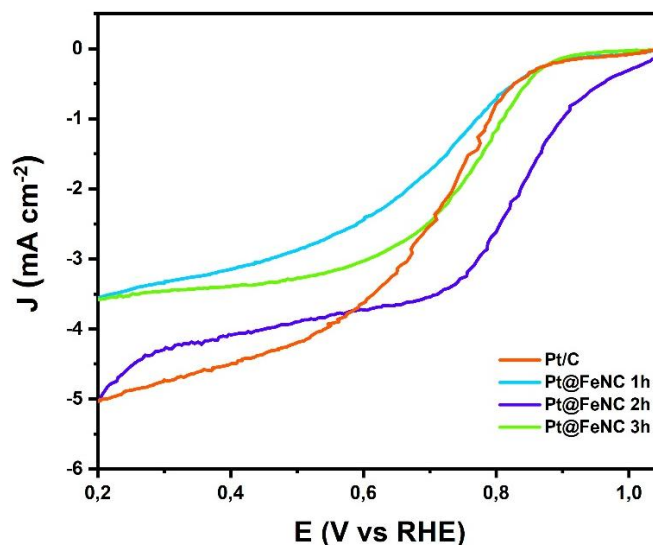




Gambar 4.19 Kurva LSV *Rotation-Rate-Dependent* dan Plot Koutecky-Levich. (A) Kurva LSV Pt/C komersial, (B) Plot Koutecky-Levich Pt/C, (C) Kurva LSV Pt@FeNC 1h, (D) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 1h, (E) Kurva LSV Pt@FeNC 2h, (F) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 2h (G) Kurva LSV Pt@FeNC 3h (H) Plot Koutecky-Levich Pt@FeNC 3h

Tabel 4.10 Hasil Perhitungan E_0 , $E_{1/2}$, *Current Density* (J), *Specific* dan *Mass Activity*, Juga *Number Electron* Yang Didapatkan Dari Pengujian LSV Variasi Waktu Pemanasan 1, 2 dan 3 Jam Pada Suhu 500°C

Katalis	E_0 (V)	$E_{1/2}$ (V)	J (mA cm ⁻²)	Specific Activity at 0,85V (mA cm ⁻²)	Mass Activity at 0,85V (mA cm ⁻²)	N (e)
Pt/C	0,82	0,74	5,04	0,315	31,55	4,29
Pt@FeNC 1h	0,85	0,75	3,55	3,97	44,11	3,32
Pt@FeNC 2h	0,95	0,89	5,06	3,31	36,78	4,56
Pt@FeNC 3h	0,87	0,77	3,58	0,44	4,9	3,73



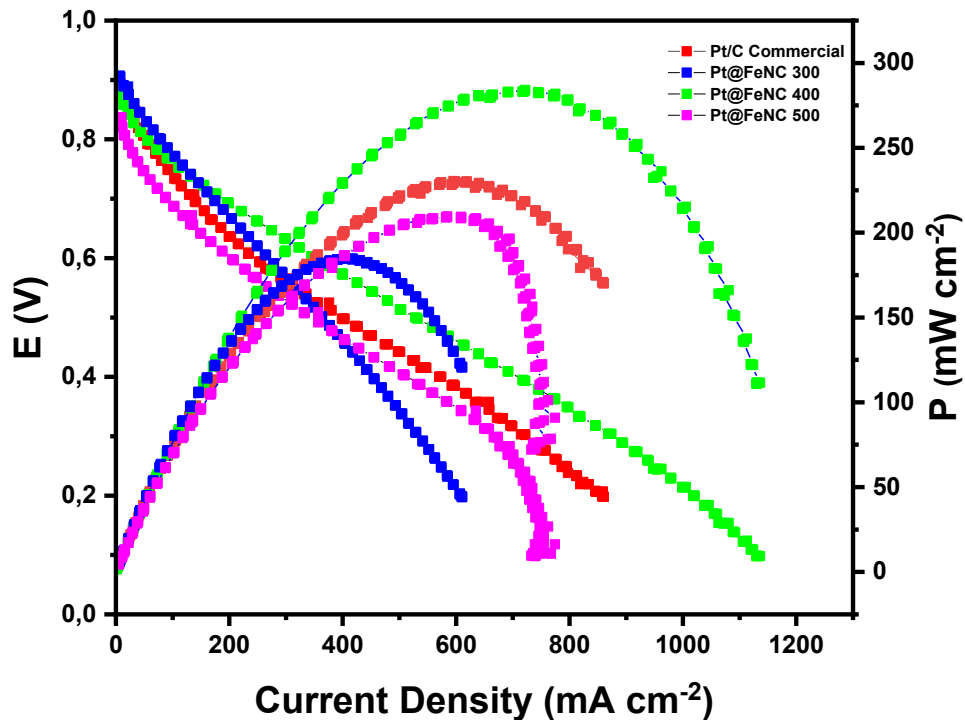
Gambar 4.20 Hasil Pengujian LSV Pada 1600 Rpm Dengan Larutan Asam HClO_4 1M dengan Lingkungan Gas Oksigen

4.3 Hasil Pengujian *Single cell*

Pengujian *single cell* diambil dari beberapa katalis yang memiliki karakteristik yang baik secara pengujian yang telah dilakukan, diambil katalis Pt@FeNC pada suhu 300, 400 dan 500°C selama waktu pemanasan 2 jam dengan uji pada sistem *close cathode* menggunakan gas hidrogen dan oksigen yang memiliki kemurnian 99,99% dan tekanan gas sebesar 0,5 bar disertai waktu aktivasi selama 3 jam.

Performa *single cell* (**Gambar 4.21** dan **Tabel 4.11**) yang diperoleh dari variasi suhu sintesis menunjukkan keterkaitan yang kuat dengan seluruh hasil karakterisasi dan pengujian elektrokimia yang telah dilakukan. Katalis Pt@FeNC 400 menampilkan performa terbaik dengan OCV tertinggi (0,906 V) dan densitas daya maksimum 283,05 mW cm^{-2} , yang konsisten dengan hasil XRD yang menunjukkan peningkatan kristalinitas Pt, khususnya dominasi dan ketajaman puncak Pt (111). Orientasi kristal Pt (111) yang lebih teratur ini berkorelasi dengan kinetika reaksi yang lebih baik, sebagaimana tercermin pada kurva polarisasi yang lebih landai pada rentang densitas arus menengah–tinggi.

Pt@FeNC yang dipirolysis pada suhu 400°C selama 2 jam bisa memperoleh *power density* tinggi karena pada XRD pembacaan fasa Fe_3C dan Fe_2N berturut-turut sebanyak 43,6% dan 36,6%. Persentase fasa tersebut mengindikasikan bahwa fasa FeNC terbentuk secara optimal dengan fasa sampingan Fe_3O_4 yang kecil (11,9%). Didukung pada FTIR yang menunjukkan puncak Fe-N yang lebih terdefinisi dibanding suhu lain ditambah dengan gugus fungsi $-\text{C}\equiv\text{N}$ yang memiliki puncak tertinggi dibanding suhu lain juga pada gugus fungsi yang mendukung terbentuknya FeNC sehingga FeNC pada suhu 400°C secara optimal dapat memberikan performa ORR yang baik dengan didapatkannya nilai difusi oksigen maksimal pada *current density* yang didapat sebesar 5,8 mA cm^{-2} lebih tinggi dibanding suhu lain, menandakan bahwa difusi oksigen bisa lebih cepat mengalir menuju katalis sehingga dapat menghasilkan arus tertinggi dengan reduksi oksigen yang ideal ditandai diraihinya *number electron* sebesar 4,55 yang menandakan reduksi oksigen menghasilkan H_2O . ECSA pada Pt@FeNC 400°C selama 2 jam mendapatkan nilai tertinggi sebesar 47,95 $\text{m}^2 \text{mg}^{-1}_{\text{Pt}}$ sehingga dengan hasil tersebut mendukung bahwa suhu sintesis 400°C dengan waktu pemanasan selama 2 jam mengonfirmasi sebagai suasana paling optimal dalam proses *in-situ synthesis*.



Gambar 4.21 Kurva Hasil Pengujian Single Cel Pada Suhu Ruang dengan Aktivasi 3 jam

Secara keseluruhan, kesesuaian antara hasil FTIR, XRD, CV/ECSA, uji stabilitas, dan pengujian *single cell* menegaskan bahwa suhu sintesis 400 °C merupakan kondisi optimal dalam sistem Pt@FeNC. Kondisi ini menghasilkan keseimbangan terbaik antara struktur kimia, kristalinitas Pt (111), ketersediaan situs aktif, kestabilan elektrokimia, dan performa aktual pada aplikasi *fuel cell*.

Tabel 4.11 Perbandingan Hasil *Single cell* dari Berbagai Sampel

Katalis	Load (mg _{Pt} cm ⁻²)	OCV (V)	Max Power Density (mW cm ⁻²)
Pt/C	0,5	0,889	229,54
Pt@FeNC 300 2h	0,5	0,837	184,504
Pt@FeNC 400 2h	0,5	0,906	283,05
Pt@FeNC 500 2h	0,5	0,887	209,09

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun Kesimpulan yang didapat melalui penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1 Variasi temperatur dan *holding time* berpengaruh signifikan terhadap performa elektrokimia katalis Pt@FeNC. Katalis Pt@FeNC 400 performa terbaik dibanding suhu sintesis lain ditunjukkan dengan tingginya nilai ECSA juga difusi oksigen paling optimal dari suhu sintesis lain yang didukung dengan karakteristik optimal dari pengujian XRD dan FTIR. Pada variasi *holding time*, Pt@FeNC yang di pirolisis selama 2 jam memberikan kinerja ORR paling optimal dengan $E_0 = 0,91$ V, $E_{1/2} = 0,84$ V, $J = 5,09$ mA cm⁻², serta *mass activity* 31,78 mA mg_{Pt}⁻¹, menunjukkan kinetika reaksi yang lebih efisien dan pemanfaatan Pt yang optimal dibanding waktu pemanasan lain.
- 2 Stabilitas katalis meningkat seiring kenaikan temperatur sintesis, ditunjukkan oleh penurunan degradasi ECSA dari 56,82% pada Pt@FeNC 300 menjadi 18,82% pada Pt@FeNC 600, jauh lebih stabil dibandingkan Pt/C komersial (53,18%). Pada variasi *holding time*, Pt@FeNC 3 jam menunjukkan kestabilan kestabilan yang paling tinggi, dimana semakin tinggi suhu pemanasan maka stabilitas akan semakin baik walau performa ORR menurun.
- 3 Secara keseluruhan, kondisi temperatur 400 °C dan *holding time* 2 jam merupakan kondisi paling optimal, menghasilkan keseimbangan terbaik antara aktivitas ORR tinggi ($E_{1/2} = 0,84$ V; $J = 5,09$ mA cm⁻²), stabilitas ECSA yang baik (degradasi ~34%), fasa FeNC yang terbentuk tinggi dengan fasa sampingan yang rendah, perfoma ORR tinggi, serta performa *single cell* tertinggi (283,05 mW cm⁻²).

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan terkait penelitian berikutnya adalah :

- 1 mengoptimalkan komposisi prekursor melamin-Fe serta rasio Pt guna meningkatkan efisiensi pemanfaatan Pt, sehingga aktivitas ORR tinggi dapat dicapai dengan loading Pt yang lebih rendah.
- 2 mengevaluasi pengaruh variasi atmosfer kalsinasi (N₂, Ar, atau campuran H₂/N₂) terhadap pembentukan situs aktif Pt(111) dan stabilitas, karena kondisi atmosfer berpotensi memengaruhi pertumbuhan kristal dan interaksi Pt-Fe-N.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, A. F. Z., & Hamada, I. (2022). Interaction of water with nitrogen-doped graphene. *Physical Review B*, 105(7), 075416. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.105.075416>
- Alpaydin, G. U., Devrim, Y., & Colpan, C. O. (2019). Performance of an HT-PEMFC having a catalyst with graphene and multiwalled carbon nanotube support. *International Journal of Energy Research*, 43(8), 3578–3589. <https://doi.org/10.1002/er.4504>
- Antolini, E. (2009). Carbon supports for low-temperature fuel cell catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*, 88(1), 1–24. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2008.09.030>
- Asset, T., & Atanassov, P. (2020). Iron-Nitrogen-Carbon Catalysts for Proton Exchange Membrane Fuel Cells. *Joule*, 4(1), 33–44. <https://doi.org/10.1016/j.joule.2019.12.002>
- Berretti, E., Longhi, M., Atanassov, P., Sebastián, D., Lo Vecchio, C., Baglio, V., Serov, A., Marchionni, A., Vizza, F., Santoro, C., & Lavacchi, A. (2021). Platinum group metal-free Fe-based (FeNC) oxygen reduction electrocatalysts for direct alcohol fuel cells. *Current Opinion in Electrochemistry*, 29, 100756. <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2021.100756>
- Che Ramli, Z. A., Pasupuleti, J., Nik Zaiman, N. F. H., Tengku Saharuddin, T. S., Samidin, S., Wan Isahak, W. N. R., Sofiah, A. G. N., Kamarudin, S. K., & Tiong, S. K. (2024). Evaluating electrocatalytic activities of Pt, Pd, Au and Ag- based catalyst on PEMFC performance: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2024.04.177>
- Chisaka, M., Ishihara, A., Morioka, H., Nagai, T., Yin, S., Ohgi, Y., Matsuzawa, K., Mitsushima, S., & Ota, K. (2017). Zirconium Oxynitride-Catalyzed Oxygen Reduction Reaction at Polymer Electrolyte Fuel Cell Cathodes. *ACS Omega*, 2(2), 678–684. <https://doi.org/10.1021/acsomega.6b00555>

- Chung, H. T., Cullen, D. A., Higgins, D., Sneed, B. T., Holby, E. F., More, K. L., & Zelenay, P. (2017). Direct atomic-level insight into the active sites of a high-performance PGM-free ORR catalyst. *Science*, 357(6350), 479–484. <https://doi.org/10.1126/science.aan2255>
- Di Noto, V., Negro, E., Vezzú, K., Bertasi, F., & Nawn, G. (2015). Origins, developments, and perspectives of carbon nitride-based electrocatalysts for application in low-temperature FCs. *Electrochemical Society Interface*, 24(2), 59–64. <https://doi.org/10.1149/2.F05152if>
- Di-Yan Wang, Hung-Lung Chou, Ching-Che Cheng, Yu-Han Wu, Chin-Ming Tsai, Heng-Yi Lin, & Chia-Chun Chen. (2015). FePt nanodendrites with high-index facets as active electrocatalysts for oxygen reduction reaction—ScienceDirect. *Nano Energy*, 11, 631–639. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2014.11.040>
- Du, X. X., He, Y., Wang, X. X., & Wang, J. N. (2016). Fine-grained and fully ordered intermetallic PtFe catalysts with largely enhanced catalytic activity and durability. *Energy and Environmental Science*, 9(8), 2623–2632. <https://doi.org/10.1039/c6ee01204c>
- Duan, H., Hao, Q., & Xu, C. (2014). Nanoporous PtFe alloys as highly active and durable electrocatalysts for oxygen reduction reaction. *Journal of Power Sources*, 269, 589–596. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.07.026>
- Ferrandon, M., Kropf, A. J., Myers, D. J., Artyushkova, K., Kramm, U., Bogdanoff, P., Wu, G., Johnston, C. M., & Zelenay, P. (2012). Multitechnique Characterization of a Polyaniline–Iron–Carbon Oxygen Reduction Catalyst. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(30), 16001–16013. <https://doi.org/10.1021/jp302396g>
- Gao, X., Chen, J., Xu, R., Zhen, Z., Zeng, X., Chen, X., & Cui, L. (2024). Research progress and prospect of the materials of bipolar plates for proton exchange membrane fuel cells

- (PEMFCs. *Dalam International Journal of Hydrogen Energy*, 50, 711–743.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.09.005>
- Han, J., Lee, E., Park, E., Whang, Y., Kwon, Y., Kim, N., An, B.-S., Jung, N., & Park, G.-G. (2025). Carbon encapsulation dynamics for the solid-state synthesis of high-loading sub-3 nm PtNi alloy electrocatalysts. *Journal of Power Sources*, 653, 237787. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2025.237787>
- Hersbach, T. J. P., Ye, C., Garcia, A. C., & Koper, M. T. M. (2020). Tailoring the Electrocatalytic Activity and Selectivity of Pt(111) through Cathodic Corrosion. *ACS Catalysis*, 10(24), 15104–15113. <https://doi.org/10.1021/acscatal.0c04016>
- Holton, O. T., & Stevenson, J. W. (2013). The role of platinum in proton exchange membrane fuel cells. *Platinum Metals Review*, 57(ue 4), 259–271. <https://doi.org/10.1595/147106713X671222>
- IEA. (2025). *CO2 Emissions – Global Energy Review 2025 – Analysis*. IEA. <https://www.iea.org/reports/global-energy-review-2025/co2-emissions>
- Ishiki, N. A., Teixeira Santos, K., Bibent, N., Kumar, K., Reichmann, I., Ku, Y.-P., Asset, T., Dubau, L., Mermoux, M., Ge, H., Berthon-Fabry, S., Saveleva, V. A., Paidi, V. K., Glatzel, P., Zitolo, A., Mineva, T., Guesmi, H., Cherevko, S., Ticianelli, E. A., ... Jaouen, F. (2025). Evidence for the stabilization of FeN4 sites by Pt particles during acidic oxygen reduction. *Nature Communications*, 16(1), 6404. <https://doi.org/10.1038/s41467-025-61806-x>
- Jahnke, H., Schönborn, M., & Zimmermann, G. (1976). Organic dyestuffs as catalysts for fuel cells. *Topics in Current Chemistry*, 61, 133–181. <https://doi.org/10.1007/BFb0046059>
- Jaouen, F., Proietti, E., Lefèvre, M., Chenitz, R., Dodelet, J.-P., Wu, G., Chung, H. T., Johnston, C. M., & Zelenay, P. (2010). Recent advances in non-precious metal catalysis for

- oxygen-reduction reaction in polymer electrolyte fuel cells. *Energy & Environmental Science*, 4(1), 114–130. <https://doi.org/10.1039/C0EE00011F>
- Jung, W. S., & Lee, J. (2017). Induced changes of Pt/C in activity and durability through heat-treatment for oxygen reduction reaction in acidic medium. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(36), 22830–22840. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.07.209>
- Kabir, S., Artyushkova, K., Serov, A., & Atanassov, P. (2018). Role of Nitrogen Moieties in N-Doped 3D-Graphene Nanosheets for Oxygen Electoreduction in Acidic and Alkaline Media. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 10(14), 11623–11632. <https://doi.org/10.1021/acsami.7b18651>
- Karim, N. A., & Kamarudin, S. K. (2013). An overview on non-platinum cathode catalysts for direct methanol fuel cell. *Applied Energy*, 103, 212–220. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.09.031>
- Kim, J., Lee, Y., & Sun, S. (2010). Structurally Ordered FePt Nanoparticles and Their Enhanced Catalysis for Oxygen Reduction Reaction | Journal of the American Chemical Society. *Journal of the American Chemical Society*, 132(14), 4996–4997.
- Kosłowski, U. I., Abs-Wurmbach, I., Fiechter, S., & Bogdanoff, P. (2008). Nature of the Catalytic Centers of Porphyrin-Based Electrocatalysts for the ORR: A Correlation of Kinetic Current Density with the Site Density of Fe–N₄ Centers. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(39), 15356–15366. <https://doi.org/10.1021/jp802456e>
- Kosmala, T., Bibent, N., Sougrati, M. T., Dražić, G., Agnoli, S., Jaouen, F., & Granozzi, G. (2020). Stable, Active, and Methanol-Tolerant PGM-Free Surfaces in an Acidic Medium: Electron Tunneling at Play in Pt/FeNC Hybrid Catalysts for Direct Methanol Fuel Cell Cathodes. *ACS Catalysis*, 10(14), 7475–7485. <https://doi.org/10.1021/acscatal.0c01288>

- Kramm, U. I., Abs-Wurmbach, I., Herrmann-Geppert, I., Radnik, J., Fiechter, S., & Bogdanoff, P. (2010). Influence of the Electron-Density of FeN₄-Centers Towards the Catalytic Activity of Pyrolyzed FeTMPPCl-Based ORR-Electrocatalysts. *Journal of The Electrochemical Society*, 158(1), B69. <https://doi.org/10.1149/1.3499621>
- Kramm, U. I., Lefèvre, M., Larouche, N., Schmeisser, D., & Dodelet, J.-P. (2014). Correlations between Mass Activity and Physicochemical Properties of Fe/N/C Catalysts for the ORR in PEM Fuel Cell via ⁵⁷Fe Mössbauer Spectroscopy and Other Techniques. *Journal of the American Chemical Society*, 136(3), 978–985. <https://doi.org/10.1021/ja410076f>
- Kumar, M. H., Antony, A. M., Wang, S., Syed, A., & Patil, S. A. (2025). Revolutionizing carbon synthesis: N-doped porous biomass-derived carbons from melamine for multifaceted applications. *Advances in Colloid and Interface Science*, 345, 103628. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2025.103628>
- Lai, L., Potts, J. R., Zhan, D., Wang, L., Poh, C. K., Tang, C., Gong, H., Shen, Z., Lin, J., & Ruoff, R. S. (2012). Exploration of the active center structure of nitrogen-doped graphene-based catalysts for oxygen reduction reaction. *Energy & Environmental Science*, 5(7), 7936–7942. <https://doi.org/10.1039/C2EE21802J>
- Lee, W. H., Lee, D. W., & Kim, H. (2015). Development of Nitrogen-Doped Carbon Catalysts Using Melamine-Based Polymer as a Nitrogen Precursor for the Oxygen Reduction Reaction. *Journal of The Electrochemical Society*, 162(7), F744. <https://doi.org/10.1149/2.0571507jes>
- Lefèvre, M., Proietti, E., Jaouen, F., & Dodelet, J.-P. (2009). Iron-Based Catalysts with Improved Oxygen Reduction Activity in Polymer Electrolyte Fuel Cells. *Science*, 324(5923), 71–74. <https://doi.org/10.1126/science.1170051>

- Li, J., Ghoshal, S., Liang, W., Sougrati, M.-T., Jaouen, F., Halevi, B., McKinney, S., McCool, G., Ma, C., Yuan, X., Ma, Z.-F., Mukerjee, S., & Jia, Q. (2016). Structural and mechanistic basis for the high activity of Fe–N–C catalysts toward oxygen reduction. *Energy & Environmental Science*, 9(7), 2418–2432. <https://doi.org/10.1039/C6EE01160H>
- Li, J., Le, Q., & Nan, Z. (2025). Improvement Catalytic Efficiency of the Fenton-Like Reaction via the Interaction among Fe Species Encapsulated in N-Doped Carbon Materials. *Langmuir*, 41(11), 7684–7696. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.4c05366>
- Li, R., Li, X., Liu, Q., Yue, H., Meng, Y., & Tian, Y. (2025). Effect of Fe–N–C single atom/cluster catalyst on ORR of PEMFC. *International Journal of Hydrogen Energy*, 139, 718–729. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.05.294>
- Li, Z., Zou, J., Xi, X., Fan, P., Zhang, Y., Peng, Y., Banham, D., Yang, D., & Dong, A. (2022). Native Ligand Carbonization Renders Common Platinum Nanoparticles Highly Durable for Electrocatalytic Oxygen Reduction: Annealing Temperature Matters. *Advanced Materials*, 34(26), 2202743. <https://doi.org/10.1002/adma.202202743>
- Liao, W., Zhou, S., Wang, Z., Liu, F., Pan, H., Xie, T., & Wang, Q. (2021). Engineering Pt Nanoparticles onto Resin-Derived Iron and Nitrogen Co-Doped Porous Carbon Nanostructure Boosts Oxygen Reduction Catalysis. *ChemCatChem*, 13(23), 4925–4930. <https://doi.org/10.1002/cctc.202101096>
- Martinaiou, I., Monteverde Videla, A. H. A., Weidler, N., Kübler, M., Wallace, W. D. Z., Paul, S., Wagner, S., Shahraei, A., Stark, R. W., Specchia, S., & Kramm, U. I. (2020). Activity and degradation study of an Fe-N-C catalyst for ORR in Direct Methanol Fuel Cell (DMFC). *Applied Catalysis B: Environmental*, 262, 118217. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2019.118217>

- Matanovic, I., Artyushkova, K., & Atanassov, P. (2018). Understanding PGM-free catalysts by linking density functional theory calculations and structural analysis: Perspectives and challenges. *Current Opinion in Electrochemistry*, 9, 137–144. <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2018.03.009>
- Monini, V., Bonechi, M., Bazzicalupi, C., Bianchi, A., Gentilesca, P., Giurlani, W., Innocenti, M., Meoli, A., Maria Romano, G., & Savastano, M. (2024). Oxygen reduction reaction (ORR) in alkaline solution catalysed by an atomically precise catalyst based on a Pd(ii) complex supported on multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs). Electrochemical and structural considerations. *Dalton Transactions*, 53(6), 2487–2500. <https://doi.org/10.1039/D3DT03947A>
- Nair, A. S., & Imran Jafri, R. (2025). Melamine derived N-doped Carbon nanotubes: A durable catalyst support for Pt nanoparticles in proton exchange membrane fuel cell. *Journal of Applied Electrochemistry*, 55(4), 919–929. <https://doi.org/10.1007/s10800-024-02215-8>
- Negro, E., Nale, A., Vezzù, K., Pagot, G., Polizzi, S., Bertoncello, R., Ansaldo, A., Prato, M., Bonaccorso, F., Rutkowska, I. A., Kulesza, P. J., & Di Noto, V. (2018). Hierarchical oxygen reduction reaction electrocatalysts based on FeSn_{0.5} species embedded in carbon nitride-graphene based supports. *Electrochimica Acta*, 280, 149–162. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.05.126>
- O'Hayre, R., Cha, S. W., Collela, W., & B. Prinz, F. (2016). *Fuel Cell Fundamentals*.
- Okonkwo, P. C., Ben Belgacem, I., Emori, W., & Uzoma, P. C. (2021). Nafiondegradation mechanisms in proton exchange membrane fuel cell (PEMFC) system: A review. *Dalam International Journal of Hydrogen Energy*, 46(mor 55), 27956–27973. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.06.032>

- Osmieri, L., Escudero-Cid, R., Armandi, M., Ocón, P., Monteverde Videla, A. H. A., & Specchia, S. (2018). Effects of using two transition metals in the synthesis of non-noble electrocatalysts for oxygen reduction reaction in direct methanol fuel cell. *Electrochimica Acta*, 266, 220–232. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.02.036>
- Öztürk, A., & Bayrakçeken Yurtcan, A. (2021a). Preparation and characterization of melamine-
led nitrogen-doped carbon blacks at different pyrolysis temperatures. *Journal of Solid State Chemistry*, 296, 121972. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2021.121972>
- Öztürk, A., & Bayrakçeken Yurtcan, A. (2021b). Preparation and characterization of melamine-
led nitrogen-doped carbon blacks at different pyrolysis temperatures. *Journal of Solid State Chemistry*, 296, 121972. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2021.121972>
- Pang, H., Liu, G., Wang, X., Liu, S., Wang, J., Cui, J., Zhou, J., Zhou, Z., Pang, H., Liu, G., Wang, X., Liu, S., Wang, J., Cui, J., Zhou, J., & Zhou, Z. (2025). Alkali-Melting-Induced g-C₃N₄ Nitrogen Defect Construction and Band Structure Regulation: Efficient Photocatalytic Dye Degradation and Solar-Driven Applications. *Chemistry*, 7(5). <https://doi.org/10.3390/chemistry7050168>
- Park, E., Lee, E., Han, J., Whang, Y., Kwon, Y., Kim, N., An, B.-S., Jung, N., & Park, G.-G. (2025). Temperature-dependent carbon shell engineering for highly durable Pt@C catalysts in the oxygen reduction reaction. *Applied Surface Science*, 698, 163043. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2025.163043>
- Park, J. C., & Choi, C. H. (2017). Graphene-derived Fe/Co-N-C catalyst in direct methanol fuel cells: Effects of the methanol concentration and ionomer content on cell performance. *Journal of Power Sources*, 358, 76–84. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.05.018>
- Park, J.-Y., Kwak, D.-H., Ma, K.-B., Han, S.-B., Chai, G. S., Kim, S.-K., Peck, D.-H., Kim, C.-S., Kucernak, A., & Park, K.-W. (2018). Enhanced oxygen reduction reaction of Pt

- deposited Fe/N-doped bimodal porous carbon nanostructure catalysts. *Journal of Catalysis*, 359, 46–54. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2017.12.033>
- Pramadewandaru, R. K., Shim, J.-H., Lee, Y. W., & Hong, J. W. (2021). Highly Enhanced Electrocatalytic Performances with Dendritic Bimetallic Palladium-Based Nanocrystals. *Catalysts*, 11(11), 1337. <https://doi.org/10.3390/catal11111337>
- Ramaswamy, N., & Mukerjee, S. (2011). Influence of inner- and outer-sphere electron transfer mechanisms during electrocatalysis of oxygen reduction in alkaline media. *Journal of Physical Chemistry C*, 115(36), 18015–18026. <https://doi.org/10.1021/jp204680p>
- Ramaswamy, N., Tylus, U., Jia, Q., & Mukerjee, S. (2013). Activity descriptor identification for oxygen reduction on nonprecious electrocatalysts: Linking surface science to coordination chemistry. *Journal of the American Chemical Society*, 135(41), 15443–15449. <https://doi.org/10.1021/ja405149m>
- Revankar, S. T. (2019). Chemical Energy Storage. In *Dalam Storage and Hybridization of Nuclear Energy: Techno-economic Integration of Renewable and Nuclear Energy* (pp. 177–227). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813975-2.00006-5>
- Roy, D., Johnson, H. M., Hurlock, M. J., Roy, K., Zhang, Q., & Moreau, L. M. (2024). Exploring the Complex Chemistry and Degradation of Ascorbic Acid in Aqueous Nanoparticle Synthesis. *Angewandte Chemie International Edition*, 63(52), e202412542. <https://doi.org/10.1002/anie.202412542>
- Santoro, C., Serov, A., Artyushkova, K., & Atanassov, P. (2020). Platinum group metal-free oxygen reduction electrocatalysts used in neutral electrolytes for bioelectrochemical reactor applications. *Current Opinion in Electrochemistry*, 23, 106–113. <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2020.06.003>
- Sebastián, D., Serov, A., Matanovic, I., Artyushkova, K., Atanassov, P., Aricò, A. S., & Baglio, V. (2017). Insights on the extraordinary tolerance to alcohols of Fe-N-C cathode

- catalysts in highly performing direct alcohol fuel cells. *Nano Energy*, *34*, 195–204. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2017.02.039>
- Shah, S. S. A., Najam, T., Cheng, C., Peng, L., Xiang, R., Zhang, L., Deng, J., Ding, W., & Wei, Z. (2018). Exploring Fe-Nx for Peroxide Reduction: Template-Free Synthesis of Fe-Nx Traumatized Mesoporous Carbon Nanotubes as an ORR Catalyst in Acidic and Alkaline Solutions. *Chemistry – A European Journal*, *24*(42), 10630–10635. <https://doi.org/10.1002/chem.201802453>
- Shao, M., Chang, Q., Dodelet, J.-P., & Chenitz, R. (2016). Recent Advances in Electrocatalysts for Oxygen Reduction Reaction. *Chemical Reviews*, *116*(6), 3594–3657. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.5b00462>
- Shibuya, R., Kondo, T., & Nakamura, J. (2018). Active Sites in Nitrogen-Doped Carbon Materials for Oxygen Reduction Reaction. In *Carbon-Based Metal-Free Catalysts* (pp. 227–249). John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9783527811458.vol1-ch8>
- Song, S. Q., Zhou, W. J., Li, W. Z., Sun, G., Xin, Q., Kontou, S., & Tsiakaras, P. (2004). Direct methanol fuel cells: Methanol crossover and its influence on single DMFC performance. *Ionics*, *10*(5), 458–462. <https://doi.org/10.1007/BF02378008>
- Sui, S., Wang, X., Zhou, X., Su, Y., Riffat, S., & Liu, C. -jun. (2017). A comprehensive review of PT electrocatalysts for the oxygen reduction reaction: Nanostructure, activity, mechanism and carbon support in PEM fuel cells. *Journal of Materials Chemistry A*, *5*(5), 1808–1825. <https://doi.org/10.1039/c6ta08580f>
- Sun, X., Zhu, P., Tang, L., Wang, P., Li, N., Wang, Q., Lou, Y.-R., Zhang, Y., & Li, P. (2025). Cu single-atom embedded g-C₃N₄ nanosheets rehabilitate multidrug-resistant bacteria infected diabetic wounds via photoswitchable cascade reaction. *Nature Communications*, *16*(1), 9198. <https://doi.org/10.1038/s41467-025-64242-z>

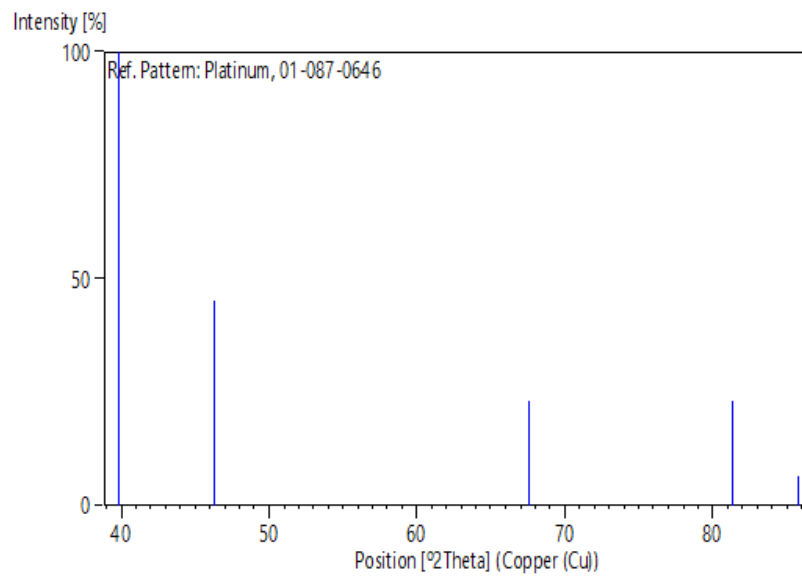
- Sun, Y., Leng, X., Jin, X., Chen, F., Huang, L., Yang, J., Zhang, H., Duan, H., & Cao, B. (2025). Low-Loading Pt nanoparticles supported by Fe-N-C rich in FeNX sites with strong electronic interaction for high oxygen reduction performance. *Applied Surface Science*, 710, 163941. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2025.163941>
- Verde, Y., Alonson, G., Ramos, V., Zhang, H., Jacobson, A. J., & Keer, A. (2004). Pt/C obtained from carbon with different treatments and (NH₄)₂PtCl₆ as a Pt precursor. *Applied Catalysis A: General*, 277(1–2), 201–207. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2004.09.013>
- Wang, K., Wang, Y., Geng, S., Wang, Y., & Song, S. (2022). High-Temperature Confinement Synthesis of Supported Pt–Ni Nanoparticles for Efficiently Catalyzing Oxygen Reduction Reaction. *Advanced Functional Materials*, 32(22), 2113399. <https://doi.org/10.1002/adfm.202113399>
- Workman, M. J., Serov, A., Tsui, L., Atanassov, P., & Artyushkova, K. (2017). Fe–N–C Catalyst Graphitic Layer Structure and Fuel Cell Performance. *ACS Energy Letters*, 2(7), 1489–1493. <https://doi.org/10.1021/acseenergylett.7b00391>
- Wu, G., More, K. L., Johnston, C. M., & Zelenay, P. (2011). High-Performance Electrocatalysts for Oxygen Reduction Derived from Polyaniline, Iron, and Cobalt. *Science*, 332(6028), 443–447. <https://doi.org/10.1126/science.1200832>
- Xue, N., Yin, J., Xue, X., Zhu, H., & Yin, J. (2024). Boosting the ORR activity in PEM fuel cells: Tailored electron-withdrawing properties of Fe-based catalysts via optimizing fluorine doping. *Journal of Materials Chemistry A*, 12(45), 31630–31637. <https://doi.org/10.1039/D4TA05798H>
- Yarar Kaplan, B., Haghmoradi, N., Biçer, E., Merino, C., & Alkan Gürsel, S. (2018). High performance electrocatalysts supported on graphene based hybrids for polymer

- electrolyte membrane fuel cells. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43(52), 23221–23230. <https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2018.10.222>
- Zagal, J. H., & Bedioui, F. (2016). *Electrochemistry of N4 Macrocyclic Metal Complexes* (Second, Vol. 1). Springer.
- Zhang, D., Ding, R., Shi, S., & He, Y. (2023). “Efficient four-electron transfer platinum-based oxygen reduction catalysts: A mini review.” *International Journal of Hydrogen Energy*, 48(78), 30391–30406.
- Zhao, Z., Zhan, L., Guo, P., Dai, Y., Shen, L., Zhang, Y., Wang, G., Wang, Z., & Zhao, L. (2025). Recent advances in atomically dispersed M–N–C coupled Pt-based oxygen reduction catalysts. *Sustainable Energy & Fuels*, 9(1), 10–27. <https://doi.org/10.1039/D4SE01397B>
- Zhaojun, Y., Dr. Lu, S., Xuyang, X., Dr. Run, S., Prof. Geoffrey I. N., W., & Prof. Tierui, Z. (2020). Hollow PtFe Alloy Nanoparticles Derived from Pt-Fe₃O₄ Dimers through a Silica-Protection Reduction Strategy as Efficient Oxygen Reduction Electrocatalysts. *Chemistry - A European Journal*, 26(18), 4090–4096.
- Zhou, Z., Zhang, H.-J., Feng, X., Ma, Z., Ma, Z.-F., & Xue, Y. (2024). Progress of Pt and iron-group transition metal alloy catalysts with high ORR activity for PEMFCs. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 959, 118165. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2024.118165>
- Zitolo, A., Goellner, V., Armel, V., Sougrati, M.-T., Mineva, T., Stievano, L., Fonda, E., & Jaouen, F. (2015). Identification of catalytic sites for oxygen reduction in iron- and nitrogen-doped graphene materials. *Nature Materials*, 14(9), 937–942. <https://doi.org/10.1038/nmat4367>

LAMPIRAN

Lampiran 1: Hasil Pengujian XRD

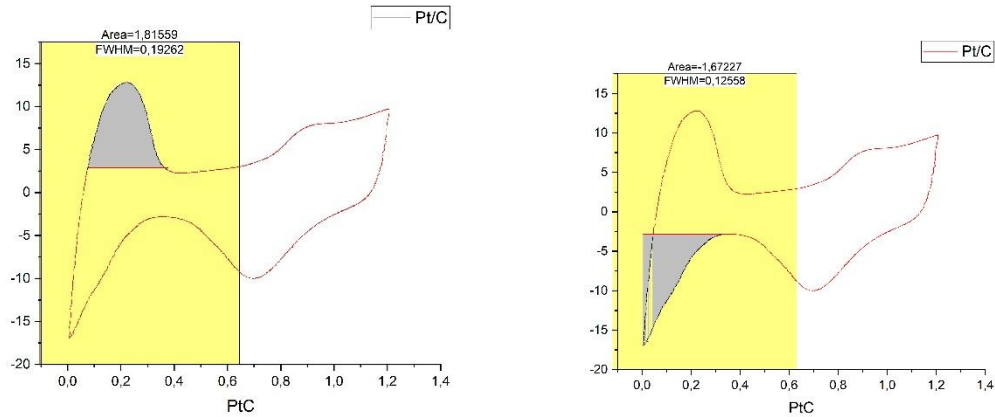
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
1	Pt/C	111	40,08	1,48	0,03	5,64	6,41
		020	46,55	1,48	0,03	5,77	
		022	67,75	1,48	0,03	6,38	
		131	81,34	1,48	0,03	6,99	
		222	86,03	1,48	0,03	7,25	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
2	Pt@FeNC 300	111	39,65	1,82	0,03	4,58	5,22
		020	46,28	1,82	0,03	4,69	
		022	67,90	1,82	0,03	5,20	
		131	81,71	1,82	0,03	5,70	
		222	86,14	1,82	0,03	5,90	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
3	Pt@FeNC 400	111	39,81	1,26	0,02	6,63	7,52
		020	46,42	1,26	0,02	6,78	
		022	67,17	1,26	0,02	7,48	
		131	81,12	1,26	0,02	8,20	
		222	85,68	1,26	0,02	8,50	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
4	Pt@FeNC 500	111	39,95	1,82	0,03	4,59	5,25
		020	46,85	1,82	0,03	4,70	
		022	68,79	1,82	0,03	5,23	
		131	82,90	1,82	0,03	5,76	
		222	87,30	1,82	0,03	5,97	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
5	Pt@FeNC 600	111	41,40	1,60	0,03	5,25	5,86
		020	48,47	1,60	0,03	5,38	
		022	71,57	1,60	0,03	6,05	
		131	86,71	1,60	0,03	6,75	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
6	Pt@FeNC 1h	111	39,95	2,21	0,04	3,78	4,31
		020	46,56	2,21	0,04	3,86	
		022	68,49	2,21	0,04	4,29	
		131	82,17	2,21	0,04	4,71	
		222	87,03	2,21	0,04	4,91	
No	Nama Sampel	HKL	2 θ (o)	FWHM (o)	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Rata Rata Ukuran Kristal (nm)
7	Pt@FeNC 3h	111	40,38	1,74	0,03	4,82	5,49
		020	46,72	1,74	0,03	4,92	
		022	68,63	1,74	0,03	5,47	
		131	82,60	1,74	0,03	6,02	
		222	87,03	1,74	0,03	6,24	



Reference : ICDD 01-087-0646

Lampiran 2: Hasil Perhitungan ECSA pada *Cyclic Voltammogram*

A. Pt/C Komersial



$$Q_h = \frac{A \times \text{Area WE}}{v} = \frac{0,181559 + 1,67227}{2} \times 0,196 \text{ mA.V} = 6,832 \cdot 10^{-3} \text{ C}$$

$$mg_{pt} \text{ at WE} = \text{powder mass} \times \text{Pt load} \times \frac{\text{deposited ink at WE (mL)}}{\text{total ink volume (mL)}}$$

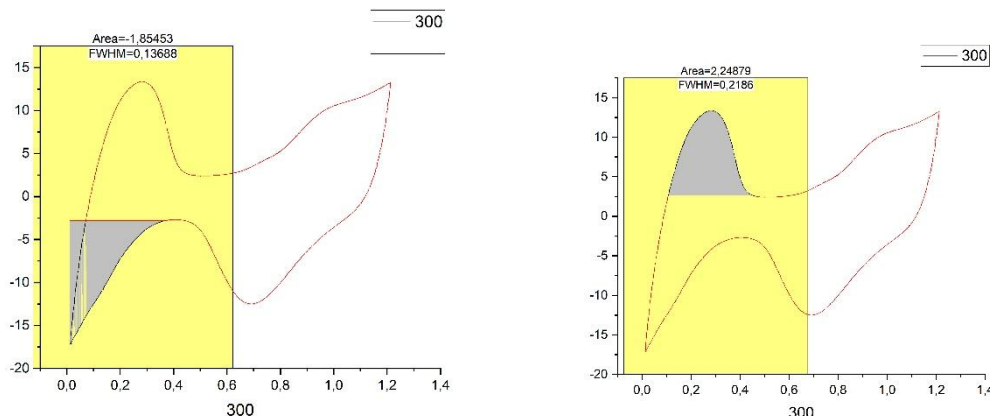
$$mg_{pt} \text{ at WE} = 2,5 \text{ mg} \times 0,4 \times \frac{0,02 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} = 0,01 \text{ mg}_{pt}$$

$$ECSA = \frac{Q_h}{\sigma_{H-ad} \cdot g_{pt}} = \frac{6,664 \cdot 10^{-3} \text{ C}}{210 \cdot 10^{-6} \text{ C} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot 0,01 \text{ mg}_{pt}} = 382799,1048 \text{ cm}^2/\text{mg}_{pt}$$

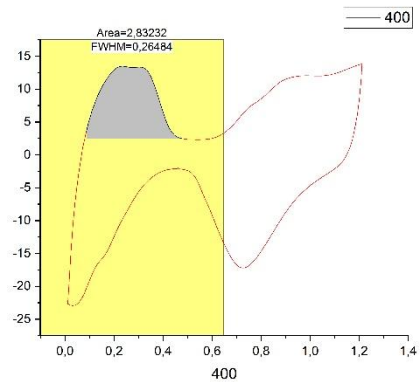
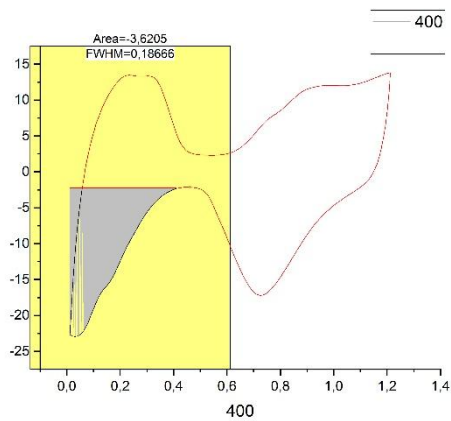
$$ECSA = 38,45 \text{ m}^2/\text{g}_{pt}$$

B. Pt@FeNC

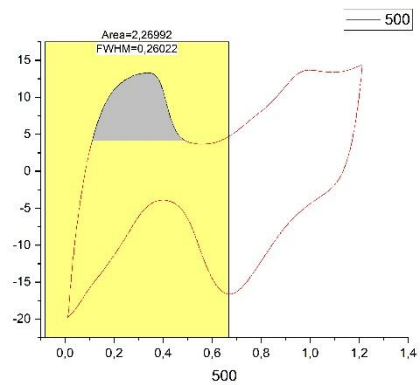
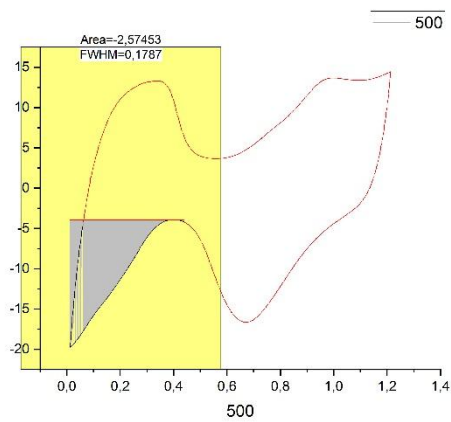
1. Pt@FeNC 300



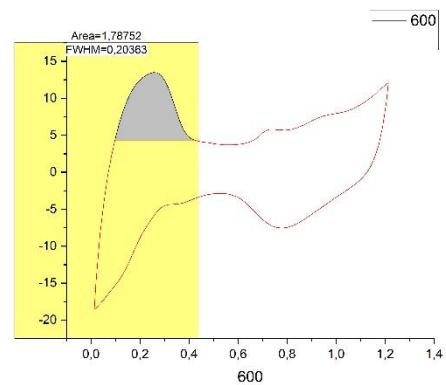
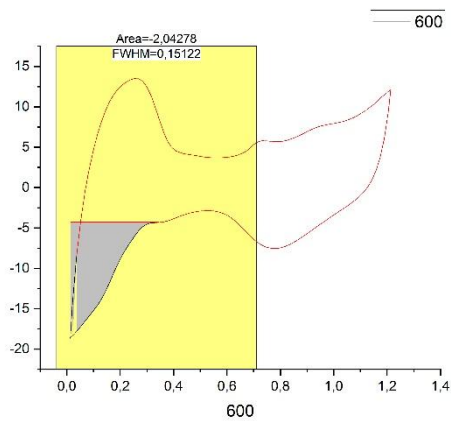
2. Pt@FeNC 400



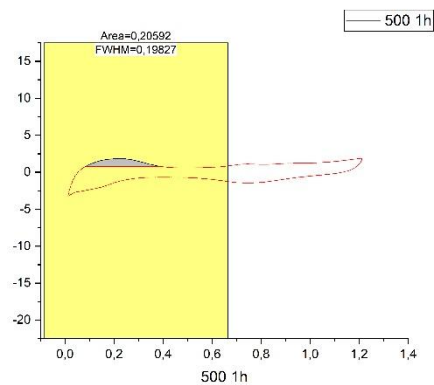
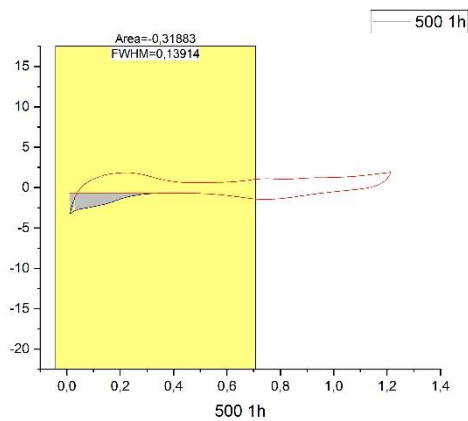
3. Pt@FeNC 500



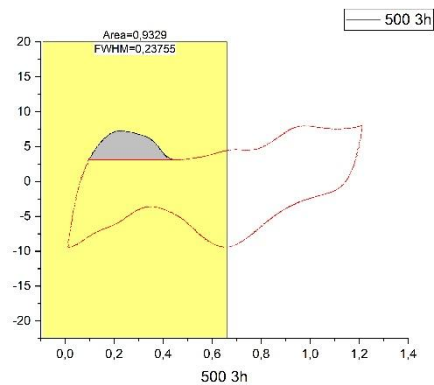
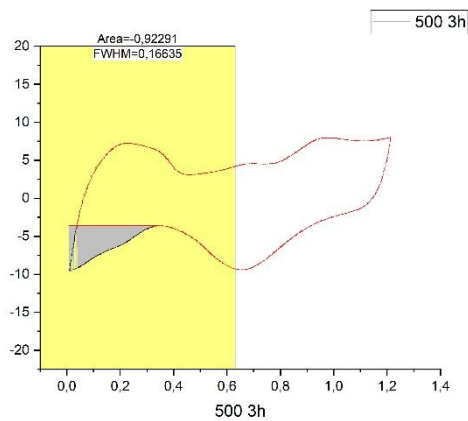
4. Pt@FeNC 600



5. Pt@FeNC 1h



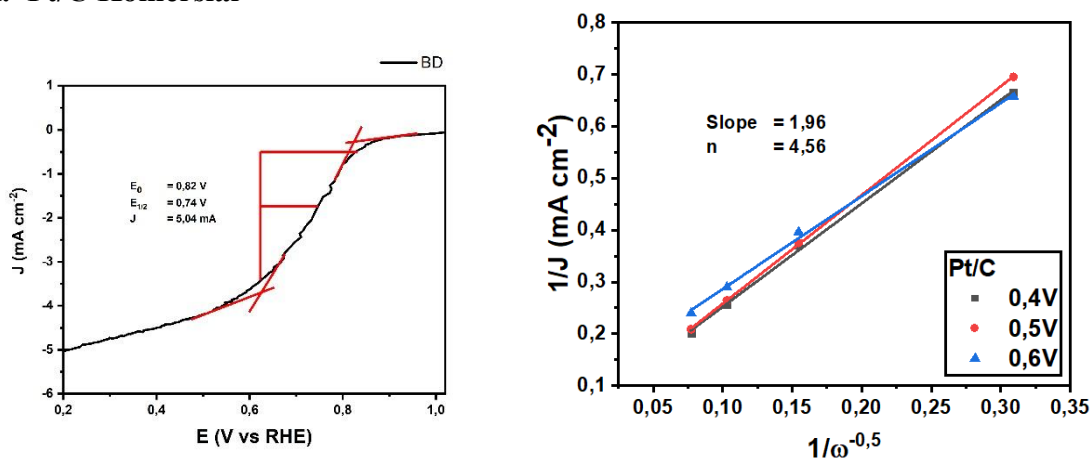
6. Pt@FeNC 3h



Sample	Variasi	Qh (C)	Qs (C)	ECSA (cm ² /gr)	ECSA (m ² /gr)
Pt/C	Default	0,00683296	0,00021	382799,1048	38,49990997
Pt@FeNC	300	0,00803855	0,00021	450338,9469	45,03389469
	400	0,01262528	0,00021	707298,346	70,7298346
	500 1h	0,00101479	0,00021	56851,16706	5,685116706
	500 2h	0,00987638	0,00021	553298,7061	55,32987061
	500 3h	0,00644026	0,00021	360799,1563	36,07991563
	600	0,00750055	0,00021	420199,0174	42,01990174

Lampiran 3: Hasil Perhitungan E_0 , $E_{1/2}$, J , n , dan Koutecky-Levich pada LSV

A. Pt/C Komersial



1. Mass Activity

$$mg_{pt} \text{ at WE} = \text{powder mass} \times \text{Pt load} \times \frac{\text{deposited ink at WE (mL)}}{\text{total ink volume (mL)}}$$

$$mg_{pt} \text{ at WE} = 2,5 \text{ mg} \times 0,4 \times \frac{0,02 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} = 0,01 \text{ mg}_{pt}$$

$$\text{Mass Activity} = \frac{\text{Activity (mA)}}{\text{Pt Mass (mg}_{pt})} = \frac{0,45877 \text{ mA}}{0,01 \text{ mg}_{pt}} = 45,878 \text{ mA/mg}_{pt}$$

2. Koutecky-Levich Number Electron

$$\text{Koutecky - Levich} = \frac{1/J \text{ (mA cm}^{-2}\text{)}}{1/\omega^{1/2}}$$

$$\omega = 2\pi N$$

$$100 \text{ rpm} \left(\frac{1}{\omega^{1/2}}\right) = \frac{1}{\left(2 \times 3,14 \times \frac{100}{60}\right)^{1/2}} = 0,309$$

$$400 \text{ rpm} \left(\frac{1}{\omega^{1/2}}\right) = \frac{1}{\left(2 \times 3,14 \times \frac{400}{60}\right)^{1/2}} = 0,154$$

$$900 \text{ rpm} \left(\frac{1}{\omega^{1/2}}\right) = \frac{1}{\left(2 \times 3,14 \times \frac{900}{60}\right)^{1/2}} = 0,103$$

$$1600 \text{ rpm} \left(\frac{1}{\omega^{1/2}}\right) = \frac{1}{\left(2 \times 3,14 \times \frac{1600}{60}\right)^{1/2}} = 0,077$$

$$2500 \text{ rpm} \left(\frac{1}{\omega^{1/2}}\right) = \frac{1}{\left(2 \times 3,14 \times \frac{2500}{60}\right)^{1/2}} = 0,061$$

$1/\omega^{1/2}$

J

$1/J$

Slope

0,309	1,439	0,694	2,09
0,154	2,662	0,376	
0,103	3,784	0,264	
0,077	4,791	0,208	

Equation	$y = a + b \cdot x$
Plot	1/J
Weight	No Weighting
Intercept	$0,04881 \pm 0,0028$
Slope	$2,09366 \pm 0,0152$

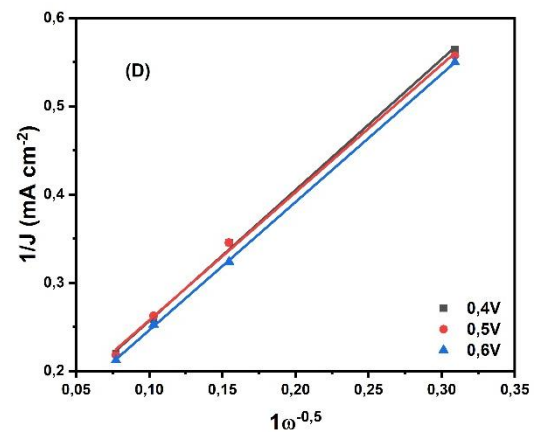
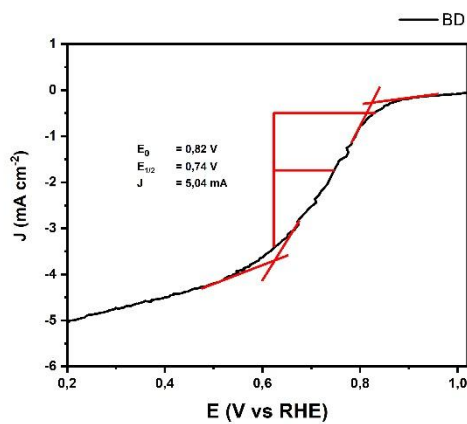
$$2,09 = \frac{1}{B}$$

$$B = 0,4784$$

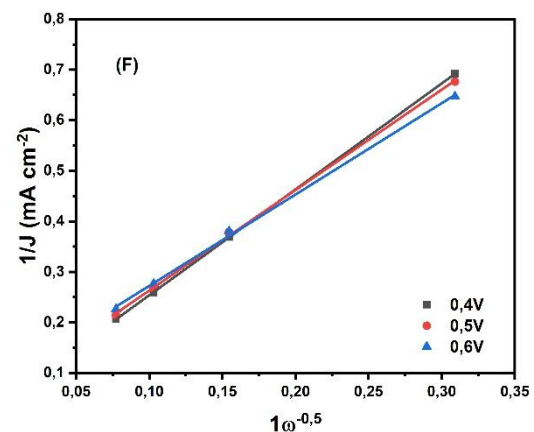
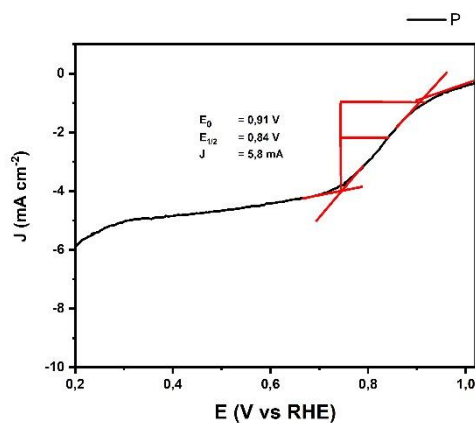
$$n = \frac{0,4784}{0,62 \times 0,00126 \times 96485 \times 2,15122^{-1/6} \times 0,00069^{2/3}}$$

$$n = 4,25$$

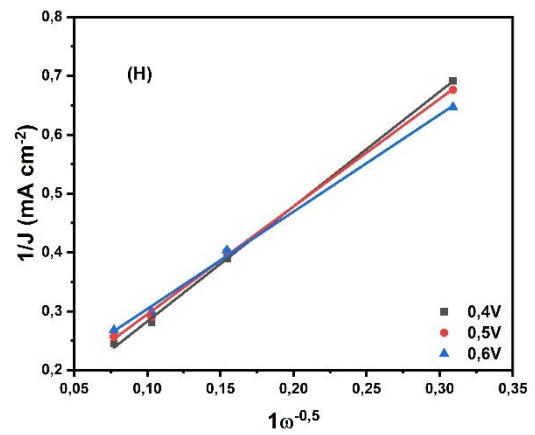
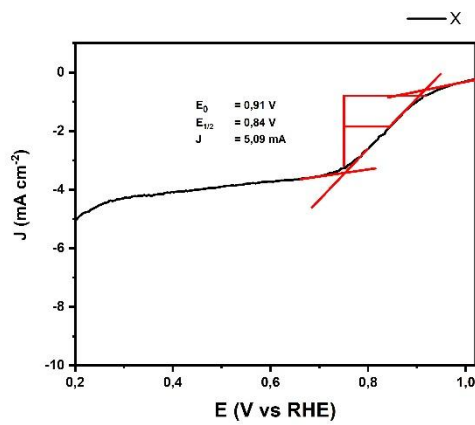
B. Pt@FeNC 300



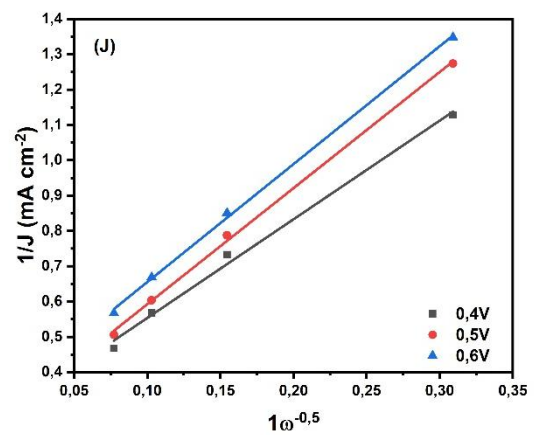
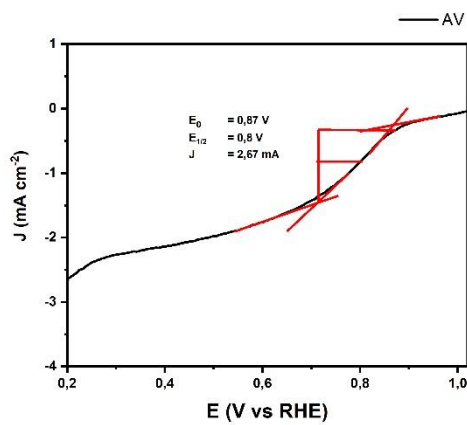
C. Pt@FeNC 400



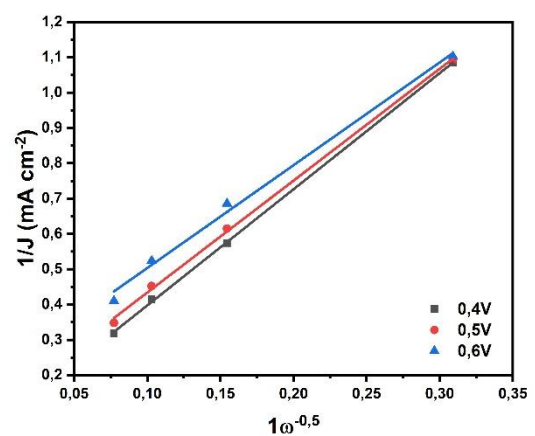
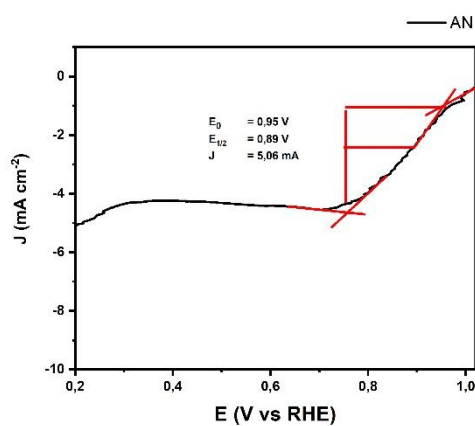
D. Pt@FeNC 500



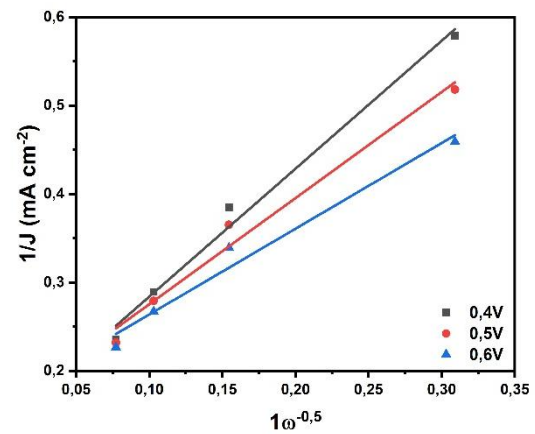
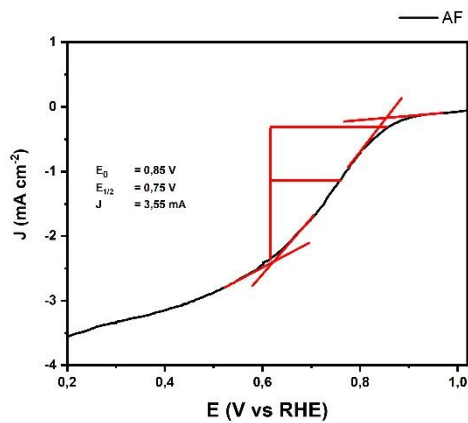
E. Pt@FeNC 600



F. Pt@FeNC 1h



G. Pt@FeNC 3h



Katalis	E_0 (V)	$E_{1/2}$ (V)	J (mA cm ⁻²)	Specific Activity at 0,85V (mA cm ⁻²)	Mass Activity at 0,85V (mA cm ⁻²)	N (e)
Pt/C	0,82	0,74	5,04	0,315	31,55	4,29
Pt@FeNC 300	0,97	0,9	5,92	2,11	23,44	7,24
Pt@FeNC 400	0,91	0,84	5,8	2,32	25,78	4,55
Pt@FeNC 500	0,91	0,84	5,09	2,86	31,78	4,93
Pt@FeNC 600	0,87	0,8	2,67	3,06	34	2,85
Pt@FeNC 1h	0,95	0,89	5,06	3,97	44,11	3,31
Pt@FeNC 2h	0,91	0,84	5,09	2,86	31,78	4,93
Pt@FeNC 3h	0,85	0,75	3,55	3,31	36,78	7,63

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam penulisan laporan penelitian tugas akhir. Penulis mendapatkan dukungan dari berbagai pihak, hal ini membuat penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada pihak – pihak yang telah memberikan dukungan dan bantuan, diantaranya :

1. Bapak Sutarsis, S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing 1 dan Bapak Yusuf Pradesar, S.T., M.T., M.Sc., Ph.D. sebagai Dosen Pembimbing 2 yang selalu memberikan bimbingan, saran, masukan dan motivasi untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Prof. Agung Purniawan, Dr., S.T., M.Eng. telah menjadi dosen wali Penulis Selama masa perkuliahan selama 4 tahun di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknik Industri dan Rekayasa Sistem.
3. Yayasan Harapan Rabbani, Kedua orang tua, adik saya, dan keluarga yang selalu memberikan dukungan, finansial, motivasi dan doa yang selalu dipanjatkan selama penyelenggaraan Tugas Akhir ini.
4. Seluruh Dosen dan Karyawan Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS ITS
5. Salma Rahmah Ramadhan, anak jamilahnya umi yang sudah memberikan dukungan dan harapan sejak di Pindad.
6. Teman forda cirebon yang telah banyak membantu dalam penyusunan dan diskusi tugas akhir ini.
7. Rekan Tim Tugas Akhir Laboratorium Fuel Cell yaitu Asyqar Yusuf Ibrahim, juga tim riset laboratorium Fuel Cell yaitu Johan Fausta, Tata Bayu dan Fahrul Ardian, Ryan, Kelana, Reni, Alya, dan Hidan.
8. Rekan-rekan seperjuangan MT24 yang telah menemani hari-hari perkuliahan bersama-sama.

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

Surabaya, 17 Januari 2026
Penulis

Hikmatiar Muslim Al Haq

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Hikmatiar Muslim Al Haq, biasa dikenal sebagai Hikmat. Penulis lahir di Kota Cianjur pada tanggal 27 Februari 2004, anak pertama dari 4 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal, yaitu di SDN 1 Pamengkang selama 6 tahun, SMP Al Islam Islamic Boarding School selama 3 tahun, dan SMA Al Islam Islamic Boarding School selama 3 tahun dengan mengambil program Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (IPA). Kemudian, penulis melanjutkan studi S1 Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) pada tahun 2022 sampai sekarang. Penulis pernah aktif menjabat sebagai Koordinator Asisten Pemilihan Material, PT. Pelindo 2025, Koordinator Asisten Analisis Kegagalan, PGN Saka 2025, Asisten Riset dan Pengembangan, LPDP 2023-2026, Staff Pendidikan, Graha Yatim dan Dhu'afa

2022-2026 dan Waketum LKKI Ash-Haabul Kahfi 2024-2025. Pelatihan yang pernah diikuti, antara lain Pelatihan Karya Tulis Ilmiah Tingkat Dasar (PKTI TD) BEM ITS, Pelatihan Keterampilan Mahasiswa Tingkat Dasar (LKMW TD) HMMT FTIRS ITS, Latihan Keterampilan Manajemen Mahasiswa Pra Tingkat Dasar (LKMM Pra-TD) BEM FTIRS ITS, Latihan Keterampilan Manajemen Mahasiswa Tingkat Dasar (LKMM TD) HMMT FTIRS ITS. Untuk semua informasi dan masukan terkait dapat menghubungi penulis melalui email hikmatiarislam@gmail.com

(Halaman ini sengaja dikosongkan)