

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April 2024 sampai dengan November 2024. Penelitian ini dilaksanakan di Pusat Unggulan Riset *Fuel Cell* dan Hidrogen Universitas Sriwijaya. Karakterisasi SEM di Laboratorium Pusat Pengujian Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya, XRD dan XRF di Laboratorium Kimia Analisa dan Instrumetasi Pengujian (LKAIP) FMIPA UNSRI.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *Stack URFC*, *Spray Gun* (Ntools Crous 6), *Furnace* (Biobase), Neraca Analitik (AE-Adam), *Ultrasonic Homogenizer* (Sonicator Processor Cell Mixer 300W), Peralatan Gelas, *Power Supply* (Longwei 30V/10A), *Hot Presss* (MTI Corporation), instrumen *Fuel Cell Test Station WonAtech Smart-2*, dan instrumen Autolab Methrom PGSTAT 204, SEM (AxiaChemiSEM), XRD (Rigaku MiniFlex500), dan XRF (Elvatech Elvax Plus).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *Carbon Paper Avcarb P75T* (*AvCarb Material Solutions*), *Carbon Vulcan XC-72R* (*Cabot Corporation*), ammonium bikarbonat (NH_4HCO_3) (p.a.) (Merck KGaA), *Polytetrafluoroethylene* (PTFE) (Chemours), membran Nafion-212 (Chemours), *Nafion solution* (Chemours), 2-propanol (p.a.) (Merck KGaA), akuades, bubuk elektrokatalis Pt-Ru/C 40 wt% komersial (*FC Catalyst*), bubuk elektrokatalis Pt/C 40 wt% komersial (*FC Catalyst*).

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi *Gas Diffusion Layer* (GDL)

Carbon vulcan XC-72R ditimbang sebanyak 0,08 gram, lalu ditambahkan 2-propanol sebanyak 2 mL dan ammonium bikarbonat sebanyak 0,04 gram, sehingga didapatkan campuran dan dihomogenkan dengan *ultrasonic homogenizer*

selama 15 menit. Campuran tersebut ditambahkan PTFE sebanyak 0,04 gram, kemudian dihomogenkan lagi selama 5 menit. Campuran yang dihasilkan akan membentuk tinta karbon. Tinta tersebut dimasukkan dalam *spray gun* kemudian disemprotkan pada permukaan *Carbon Paper Avcarb P75T* dengan ukuran 5 cm × 5 cm, kemudian disintering pada suhu 350°C selama 3 jam sehingga menjadi *Gas Diffusion Layer* (GDL) untuk satu elektroda.

3.3.2 Preparasi Tinta Katalis untuk Elektroda Tiga Lapisan Katalis

3.3.2.1 Preparasi Tinta Katalis Lapisan Pertama

Massa katalis Pt/C 40 wt% dan Pt-Ru/C 40 wt% komersial untuk lapisan pertama pada elektroda dengan ukuran 5 cm × 5 cm sebanyak 0,034 gram (50% dari total massa katalis awal sebesar 0,068 gram) (Lampiran 3) ditambahkan dengan akuades dan diaduk hingga kalis. Setelah itu, ditambahkan 2-propanol sebagai pelarut sebanyak 2 mL, selanjutnya ditambahkan PTFE *emulsion* sebanyak 0,011 gram lalu dihomogenkan menggunakan *ultrasonic homogenizer* selama 15 menit, sehingga terbentuk tinta katalis sebagai tinta katalis lapisan pertama.

3.3.2.1 Preparasi Tinta Katalis Lapisan Kedua dan Ketiga

Massa katalis sisa 50% yang telah digunakan pada pembuatan tinta katalis lapisan pertama, yaitu 0,034 gram, digunakan sepenuhnya untuk membuat lapisan kedua. Massa katalis tersebut dicampurkan dengan 2-propanol sebanyak 2 mL, kemudian ditambahkan 0,021 gram nafion *solution*, lalu dihomogenkan menggunakan *ultrasonic homogenizer* selama 15 menit, sehingga terbentuk tinta katalis lapisan kedua. Sementara itu, lapisan ketiga berupa nafion *solution* sebanyak 0,017 gram.

3.3.3 Preparasi Tinta Katalis untuk Elektroda Satu Lapisan Katalis

Preparasi tinta katalis Pt/C dan Pt-Ru/C dilakukan dengan cara serbuk katalis Pt-Ru/C dari perhitungan massa katalis (Lampiran 4) untuk elektroda dengan ukuran 5 cm × 5 cm sebanyak 0,068 gram ditambahkan dengan sedikit akuades dan diaduk hingga kalis. Setelah itu, ditambahkan 2-propanol sebagai pelarut sebanyak 3 mL, kemudian ditambahkan nafion *solution* sebanyak 0,042 gram, selanjutnya dihomogenkan menggunakan *ultrasonic homogenizer* selama 10 menit. Tahap terakhir, ditambahkan PTFE *emulsion* sebanyak 0,022 gram lalu dihomogenkan menggunakan *ultrasonic homogenizer* selama 5 menit sehingga

terbentuk tinta katalis untuk elektroda CCS dengan satu lapisan katalis.

3.3.4 Preparasi MEA dengan Metode CCS

Preparasi MEA dengan metode CCS terdiri dari tiga lapisan katalis dan satu lapisan katalis.

3.3.4.1 Preparasi MEA dengan Tiga Lapisan Katalis

Tinta katalis untuk lapisan pertama (baik untuk elektroda hidrogen maupun elektroda oksigen) disemprotkan di atas GDL dengan ukuran $5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ menggunakan *spray gun* dengan arah horizontal dan vertikal secara bergantian sampai tintanya habis, kemudian disintering pada suhu 350°C selama 3 jam (Hassan, N. *et al.*, 2022). Setelah itu, lapisan katalis kedua (baik untuk elektroda hidrogen maupun elektroda oksigen) disemprotkan di atas lapisan katalis pertama dan dikeringkan. Tahap terakhir, nafion *solution* (lapisan ketiga) disemprotkan pada lapisan katalis kedua dan selanjutnya disimpan dalam desikator dan dinamakan elektroda. Elektroda hidrogen (yang mengandung katalis Pt/C) dan elektroda oksigen (yang mengandung katalis Pt-Ru/C) ditempelkan pada kedua sisi membran Nafion-212 kemudian dipress pada penekanan panas dengan tekanan 2000 psi pada suhu 135°C selama 3 menit menghasilkan MEA.

3.3.4.2 Preparasi MEA dengan Satu Lapisan Katalis

Tinta katalis Pt/C dan Pt-Ru/C yang telah dibuat untuk metode satu lapisan katalis (Prosedur 3.3.3) disemprotkan ke permukaan GDL yang berukuran $5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ menggunakan *spray gun* dengan arah horizontal dan vertikal secara bergantian sampai tintanya habis, selanjutnya disintering pada suhu 350°C selama 3 jam. Selanjutnya, Elektroda hidrogen (yang mengandung katalis Pt/C) dan elektroda oksigen (yang mengandung katalis Pt-Ru/C) direkatkan pada kedua sisi membran Nafion-212 dan dilapisi dengan aluminium foil pada kedua sisi elektroda. Penekanan panas pada pembuatan MEA menggunakan *hot press* dilakukan pada suhu 135°C dengan tekanan 2.000 psi dalam waktu 3 menit.

3.3.5 Preparasi MEA dengan Metode CCM

Preparasi MEA dengan metode CCM menggunakan tiga lapisan katalis. Pertama, tinta katalis untuk lapisan kedua (baik untuk elektroda hidrogen maupun oksigen) disemprotkan pada kedua sisi membran Nafion-212 yang telah

disemprotkan nafion *solution* (lapisan ketiga) terlebih dahulu. Pada saat penyemprotan tinta, lapisan MEA diletakkan di atas pemanas untuk mengeringkan pelarut. Setelah itu, lapisan katalis pertama yang telah dibuat sebelumnya (prosedur 3.3.2) ditempelkan pada kedua sisi lapisan katalis kedua yang sudah ditempelkan pada kedua sisi membran Nafion-212. Selanjutnya, gabungan GDL dan lapisan katalis kedua pada membran dipress dengan penekanan panas pada tekanan 2000 psi, suhu 135°C selama 3 menit (Abdel-Motagali *et al.*, 2023 ; P. Li *et al.*, 2022).

3.3.6 Karakterisasi Elektroda

Karakterisasi elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C menggunakan metode CV untuk menentukan nilai ECSA dari elektroda, kemudian penentuan nilai konduktivitas listrik elektroda menggunakan metode EIS. Sementara itu, karakterisasi XRD juga dilakukan untuk mengidentifikasi fase kristal katalis pada elektroda (Morales S. *et al.*, 2021), sementara pemuatan katalis pada elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C ditentukan menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF) (Liu *et al.*, 2023).

3.3.6.1 Pengujian Sifat Elektrokimia Elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C dengan Satu dan Tiga Lapisan Katalis Menggunakan Metode CV.

Analisis dengan metode CV digunakan untuk menentukan nilai ECSA yaitu untuk menentukan luas permukaan aktif katalis. Sifat elektrokimia dari elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C dengan satu dan tiga lapisan katalis dianalisis secara kuantitatif menggunakan metode CV dengan mengukur tegangan dan arus menggunakan alat Potentiostat/Galvanostat Autolab PGSTAT204 Metrohm. Terdapat tiga jenis elektroda yang digunakan, yaitu elektroda pembanding berupa Ag/AgCl, elektroda pembantu berupa batang platinum, dan elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C sebagai elektroda kerja, serta menggunakan NaOH 1 M sebagai larutan elektrolit. Data diproses menggunakan software NOVA versi 2.1.6 dengan memilih metode CV dan diatur rentang tegangan untuk mendapatkan puncak anodik dan katodik.

3.3.6.2 Pengujian Konduktivitas Listrik Elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C dengan Satu dan Tiga Lapisan Katalis Menggunakan Metode EIS

Pengukuran konduktivitas listrik dilakukan menggunakan metode EIS dengan mengukur impedansi elektroda Pt/C dan Pt-Ru/C. Data diproses menggunakan *software* NOVA versi 2.1.6 dengan memilih metode EIS, sehingga

didapatkan kurva Nyquist, kemudian dilakukan proses *fitting* untuk mendapatkan nilai *polarization resistance* (R_p) dan *resistance of solution* (R_s), sehingga dapat menghitung nilai konduktivitas listrik dari elektroda tersebut.

3.3.7 Karakterisasi MEA

Karakterisasi MEA dilakukan menggunakan SEM pada penampang melintang (*cross-section*) untuk melihat struktur serta menentukan ketebalan lapisan katalis (CL) pada setiap MEA. Pengukuran dilakukan pada MEA dengan metode CCS yang memiliki tiga lapisan katalis dan satu lapisan katalis, serta MEA dengan metode CCM yang menggunakan satu lapisan katalis.

3.3.8 Uji Kinerja MEA dan URFC

MEA yang sudah dibuat kemudian diuji kinerja dan ketahanannya dalam *stack* URFC untuk mode *fuel cell* dengan cara mengukur nilai OCV dan nilai potensial sel pada kondisi beban bervariasi. Kinerja dari MEA pada mode *fuel cell* ditentukan berdasarkan diagram antara densitas arus terhadap tegangan (I-V) dan densitas arus terhadap densitas daya (I-P). Diagram ini dapat memberikan data nilai OCV, potensial sel, densitas arus dan densitas daya MEA pada URFC. Selain itu, kinerja MEA akan ditentukan berdasarkan daya tahan MEA terhadap lama pemakaian. Sementara itu, untuk mode elektroliser, kinerja MEA ditentukan berdasarkan laju produksi hidrogen pada kondisi arus yang bervariasi. Kinerja URFC ditentukan berdasarkan *Round Trip Efficiency* (RTE). RTE merupakan perbandingan antara energi dalam mode *fuel cell* terhadap energi dalam mode elektroliser.

3.3.9 Analisis Data

3.3.9.1 Analisis CV

Analisis data menggunakan metode CV dilakukan untuk menghitung nilai ECSA atau sisi aktif katalis pada suatu elektroda. Informasi yang diperoleh berupa kurva voltammogram. Elektroda yang dikarakterisasi akan memiliki puncak oksidasi dan puncak reduksi. Hal ini dilihat dari rentang nilai tegangan kemunculan puncak anodik dan katodik. Saat dilakukan *scanning* untuk mendapatkan kurva voltammogram, maka alat akan memberi respon berupa data yang ditampilkan pada

monitor. Data yang telah didapatkan kemudian diolah dan dihitung nilai ECSA menggunakan Persamaan 6.

$$ECSA = \frac{Q_H}{Q_c \times m} \dots \dots \dots (6)$$

Q_H adalah muatan rata-rata atau luas sampel (C), Q_c adalah konstanta katalis ($\mu\text{C.cm}^{-2}$), konstanta katalis Pt sebesar $2,1 \text{ C.m}^{-2}$, dan m adalah massa katalis (g) (Y. Li *et al.*, 2023). Q_H dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 7.

$$Q_H = \frac{Q_1 + Q_2}{2} \dots \dots \dots (7)$$

Q_1 dan Q_2 dapat dihitung menggunakan Persamaan 8.

$$Q_1 = \frac{I(A) \times \Delta_v}{v(V/s)} \dots \dots \dots (8)$$

dimana $\Delta_v = V_1 - V_0$, $I(A)$ adalah *peak height*, dan v adalah *scan rate*.

Data-data yang diperlukan di atas ditabulasikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Tabel *scan rate* terhadap *peak height*, *base start*, dan *base end*

No.	Scan Rate atau $v(V/s)$	Peak Height atau $I(A)$	Base Start atau $V_0(V)$	Base End atau $V_1(V)$
1.				
2.				

3.3.9.2 Analisis EIS

Analisis data yang dilakukan menggunakan metode EIS akan didapatkan kurva nyquist. Kurva nyquist menggambarkan hubungan antara impedansi real (sumbu x) dan impedansi imajiner (sumbu y) yang ada pada MEA. Secara langsung alat juga akan menggambarkan berupa rangkaian yang ada pada elektroda dan kemudian dilakukan *fitting* kurva nyquist. *Fitting* adalah proses penyesuaian rangkaian elektronik yang dimiliki oleh elektroda dengan hasil pembacaan alat. *Fitting* kurva nyquist dilakukan dengan menentukan 3 titik atau plot yaitu memplot titik awal, tengah, dan akhir pada pola busur setengah lingkaran yang terbentuk. Maka alat akan merespon dengan memberikan nilai R_p dan R_s . Data yang telah didapatkan kemudian diolah dan dihitung nilai konduktivitasnya menggunakan Persamaan 9.

$$\sigma = \frac{1}{Z_r} \times \frac{l}{A} \dots\dots\dots (9)$$

σ adalah konduktivitas listrik (S/cm), l adalah jarak antara dua elektroda (cm), Z_r adalah hambatan real total (ohm), dan A adalah luas permukaan sampel elektroda (cm²). Z_r dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 10.

$$Z_r = R_p + R_s \dots\dots\dots (10)$$

Data – data yang diperlukan di atas, ditabulasikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Parameter impedansi terhadap konduktivitas listrik

Parameter Impedansi		Konduktivitas Listrik (S/cm)
R_s	R_p	

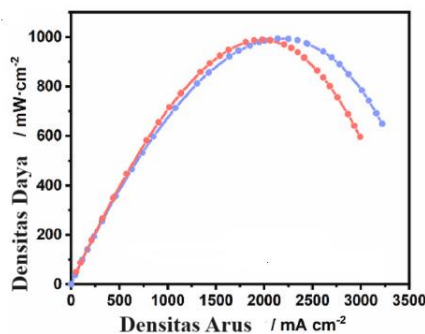
3.3.9.3 Analisis Kinerja MEA pada Mode *Fuel Cell*

Kinerja dari MEA untuk mode *fuel cell* ditentukan dari diagram antara potensial sel terhadap densitas arus (kurva polarisasi). Diagram ini akan memberikan nilai OCV dan perubahan tegangan terhadap beban yang dinyatakan dengan densitas arus yang harus dilewati. Tegangan semakin menurun apabila beban yang diberikan semakin besar, dimana tegangan diharapkan tidak menurun secara drastis dan dalam analisa kerja ini akan didapatkan besarnya beban dan tegangan yang dapat dihasilkan oleh MEA dengan katalis Pt/C dan Pt-Ru/C. Kurva polarisasi atau kurva I-V yang baik berbentuk landai yang artinya memiliki kemampuan untuk mempertahankan tegangan dengan semakin bertambahnya arus, sehingga kinerja dari URFC akan semakin meningkat. Selain kurva I-V, kinerja dari MEA dapat terlihat dari kurva I-P. Kurva I-P adalah kurva antara densitas daya terhadap densitas arus. Densitas daya adalah perkalian antara tegangan dengan densitas arus. Kinerja dari MEA berdasarkan kurva I-P, dilihat dari densitas daya optimum pada densitas arus tertentu. yang baik akan berbentuk parabola dengan membandingkan nilai densitas daya maksimum pada masing-masing MEA. Analisis data kinerja mode elektroliser ditentukan berdasarkan data laju produksi hidrogen pada arus yang bervariasi.

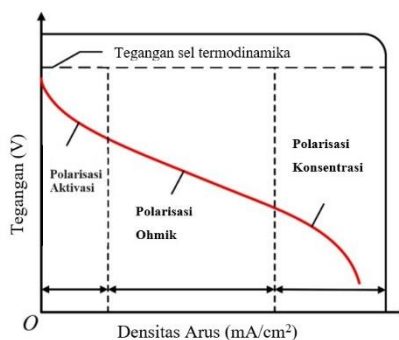
Tabel 5. Data penentuan kinerja MEA berdasarkan kurva I-V dan I-P

No.	Tegangan (V)	Densitas Arus (mA/cm^2)	Densitas Daya (mW/cm^2)
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			

Bentuk umum kurva I-P yang dihasilkan adalah

**Gambar 11.** Bentuk umum kurva I-P

Bentuk umum kurva I-V yang dihasilkan adalah

**Gambar 12.** Bentuk umum kurva I-V

3.3.9.4 Analisis Kinerja MEA pada Laju Produksi Hidrogen

Elektrolisis adalah salah satu metode yang paling matang dan umum diterima untuk produksi hidrogen. Metode ini menggunakan arus listrik untuk memecah molekul air menjadi gas hidrogen dan oksigen. Dalam proses elektrolisis, dua elektroda mengalirkan arus listrik melalui sel elektrolisis. Elektroda ini terdiri dari elektroda bermuatan positif (anoda) dan elektroda bermuatan negatif (katoda). Saat arus mengalir melalui sel, hal ini menyebabkan molekul air terpecah menjadi unsur-unsurnya, yaitu gas hidrogen, yang terkumpul di katoda, dan gas oksigen, yang terkumpul di anoda (Alabbadi & AlZahrani, 2024). Laju produksi hidrogen merujuk pada jumlah hidrogen yang dihasilkan per satuan waktu, yang dapat diukur

menggunakan akuades sebagai media pengganti volume gas. Sistem ini bekerja dengan mengalirkan hidrogen ke gelas ukur berkapasitas 250 mL yang terbalik dan berisi akuades, di mana gas hidrogen menggantikan air di dalam gelas tersebut. Volume hidrogen yang terkumpul dicatat, bersamaan dengan waktu yang dibutuhkan untuk mengisinya, sehingga laju produksi dapat dihitung menggunakan rumus :

$$Q_{H_2} = \frac{\Delta V}{\Delta t} \dots\dots\dots (11)$$

Keterangan:

Q_{H_2} = laju produksi hidrogen (mL/s)

V = volume hidrogen yang dihasilkan (mL)

Δt = selang waktu (s)

3.3.9.5 Analisis Nilai *Round Trip Efficiency* (RTE)

RTE merupakan kriteria yang banyak digunakan untuk mengevaluasi kinerja perangkat konversi dan penyimpanan energi pada sistem URFC, yang didefinisikan sebagai persentase jumlah energi yang dapat diperoleh kembali (pengosongan) relatif terhadap energi yang disimpan (pengisian) (Wang *et al.*, 2023).

Nilai RTE dapat dihitung menggunakan Persamaan 11.

$$RTE = \frac{E_{FC}}{E_{EC}} \times 100\% = \frac{P_{FC}}{P_{EC}} \times 100\% = \frac{V_{FC}}{V_{EC}} \times 100\% \dots\dots\dots (12)$$

E_{FC} adalah energi listrik yang dihasilkan oleh URFC saat beroperasi sebagai pemroses bahan bakar (*fuel cell*), sedangkan E_{EC} adalah energi listrik yang diperlukan untuk menghasilkan hidrogen dan oksigen dari air saat URFC beroperasi sebagai elektrolisis (Hassan, N. *et al.*, 2022). P_{FC} dan P_{EC} adalah kepadatan daya pada densitas arus yang sama, V_{FC} dan V_{EC} adalah tegangan operasi pada densitas arus yang sama (Qiao *et al.*, 2022).

Tabel 6. Analisis data kinerja URFC

No	Mode <i>Fuel Cell</i>			Mode Elektrolisis			E_{FC} (J)	E_{EC} (J)	RTE (%)
	V	I	T	V	I	T			
1.									
2.									
3.									
4.									
5.									