

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian telah dilaksanakan pada bulan Agustus 2021 sampai dengan bulan November 2021 bertempat di Laboratorium Pusat Unggulan Riset *Fuel Cell* dan Hidrogen Universitas Sriwijaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang telah digunakan dalam penelitian ini diantaranya alat-alat gelas, cawan cruss, *furnace*, *fuel cell test station WonAtech Smart-2*, pinset, penjepit membran, pencatat waktu, neraca, *hotplate/magnetic stirrer*, spatula, *spray gun*, dan oven. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi Pt-Black/C (Merck) dan Pt/C (Merck) adalah galvanostat PGSTAT204, Stek PEMFC dan alat *hot press*.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang telah digunakan diantaranya adalah isopropanol, membran nafion, *backing layer*, kertas karbon P75T CVSP, *Gas Diffusion Layer* (GDL), membran nafion-212, *Polytetrafluoroetylen* (PTFE), katalis Pt-Black/C, katalis Pt/C, akuades, ammonium karbonat dan larutan nafion.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembuatan *Gas Diffusion Layer* (GDL)

Karbon aktif vulcan XC-72R sebanyak 0,082 g diaktivasi dengan cara dipanaskan dalam oven pada suhu 115°C selama 2 jam. Karbon aktif tersebut kemudian ditambahkan dengan isopropanol sebanyak sekitar 2 mL dan ammonium bikarbonat sebanyak 0,04 g. Campuran yang dihasilkan tersebut diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit, kemudian ditambahkan larutan Teflon/PTFE sebanyak sebanyak 0,04 g kemudian diaduk kembali menggunakan *stirrer* selama 30 menit hingga terbentuk pasta karbon untuk *Micro Porous Layer* (MPL). Pasta tersebut dimasukkan dalam *Spray gun* kemudian diseprotkan di atas kertas karbon

dengan arah horizontal dan vertikal secara bergantian. MPL yang menempel pada kertas karbon dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 350°C selama 3 jam sehingga menjadi *Gas Diffusion Layer* (GDL).

3.3.2 Preparasi Tinta Katalis Pt-Black/C

Katalis Pt-Black/C sebanyak 0,11 g dibasahi dengan 4 tetes akuades kemudian ditambahkan isopropanol sebanyak 2,75 mL lalu diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit dan ditambahkan dengan larutan nafion sebanyak 0,19 g lalu larutan diaduk kembali selama 30 menit hingga terbentuk tinta katalis Pt-Black/C yang homogen. *Loading* katalis yang digunakan sebesar 0.5 mg/cm².

3.3.3 Preparasi Tinta Katalis Pt/C

Katalis Pt/C sebanyak 0,11 g dilarutkan dengan 4 tetes akuades menggunakan pipet tetes, lalu dilarutkan dengan menggunakan isopropanol sebanyak 2,75 mL lalu diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit dan ditambahkan dengan larutan nafion sebanyak 0,19 g lalu larutan diaduk kembali menggunakan *stirrer* selama 30 menit hingga terbentuk tinta katalis Pt/C yang homogen.

3.3.4 Pembuatan Membrane Electrode Assembly (MEA)

3.3.4.1 Pembuatan MEA Menggunakan Metode *Spraying*

Tinta katalis Pt-Black/C hasil preparasi katalis dimasukkan ke dalam *spray gun* dan dispray ke atas GDL (*Gas Diffusion Layer*) dengan ukuran 5x5 cm² dengan arah mendatar dan tegak lurus secara bergantian sampai tinta habis. Elektroda yang terbentuk kemudian dikeringkan dengan *furnace* pada 350°C selama 3 jam, sehingga terbentuk lapisan Pt-Black/C yang menempel pada GDL dan akan bertindak sebagai anoda. Selanjutnya, pada GDL lainnya, tinta katalis Pt/C disemprotkan ke GDL dengan arah mendatar dan tegak lurus, sampai tinta habis dan akan bertindak sebagai katoda. Elektroda yang terbentuk kemudian di keringkan dengan *furnace* pada 350 °C selama 3 jam. Kedua elektroda (katoda dan anoda) ditempelkan pada kedua sisi membran nafion-212 dan dipress pada temperatur 135°C selama 3 menit dengan tekanan 2000 psi, kemudian terbentuklah MEA.

3.3.4.2 Pembuatan MEA dengan Metode CCM

Membran nafion dengan ukuran 5x5 cm² sebanyak satu helai, sisi pertama disemprotkan dengan tinta Katalis Pt-Black/C (anoda) dan sisi kedua disemprotkan dengan tinta katalis Pt/C (katoda) menggunakan *spray gun* dengan arah sumbu x dan y secara bergantian dan merata. Selanjutnya membran yang sudah dilapisi katalis ditempelkan diantara dua buah *Gas Diffusion Layer* (GDL) menggunakan alat hotpress dengan tekanan 2000 psi pada suhu 135°C selama 3 menit. Pada tahap ini telah terbentuk MEA.

3.4 Karakterisasi MEA

Proses karakterisasi MEA meliputi pengukuran aktivitas katalitik permukaan MEA dengan menggunakan metode CV dan pengukuran konduktivitas elektrik MEA dengan menggunakan metode EIS.

3.4.1 Karakterisasi Menggunakan Metode *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengukuran CV dilakukan pada potensiostat/galvanostat autolab Metrohm PGSTAT204N dengan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, palladium sebagai elektroda pembantu dan elektroda Pt-Black/C dan Pt/C sebagai elektroda kerja, sedangkan elektrolit yang digunakan adalah NaOH 1 M. Pengukuran CV akan diperoleh kurva voltammogram, sehingga dapat ditentukan nilai *Electrochemical Surface Area* (ECSA) melalui persamaan:

$$ECSA = \frac{Q_h}{\text{konstanta} \times \text{loading katalis}}$$

Keterangan:

- Q_h = muatan adsorpsi H⁺ (C)
- Konstanta reduksi Pt = 210 μC/cm²
- Loading = 0,5 (g/cm²)

Tabel perhitungan nilai ECSA sebagai berikut:

Tabel 1. Perhitungan nilai ECSA

Elektroda	ECSA (cm ² /g)	
	Metode CCM	Metode <i>spraying</i>
Pt-Black/C
Pt/C

3.4.2 Karakterisasi Menggunakan Metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Perhitungan konduktivitas elektrik dilakukan dengan metode EIS dengan mengukur impedansi elektroda. Nilai konduktivitas elektrik didapatkan melalui persamaan:

$$\sigma = \frac{1}{Z_r} \times \frac{l}{A}$$

Dimana σ adalah konduktivitas elektrik (S/m), Z_r (Ω) = $R_s + R_p$ (nilai R_s serta R_p didapatkan dari fitting kurva Nyquist), l adalah tebal elektroda (cm), I adalah kuat arus listrik (A) dan A adalah luas elektroda (cm²).

3.5 Pengujian Kinerja MEA

Pengujian kinerja dilakukan dengan menggunakan instrumen *Fuel Cell Test Station WonAtech Smart-2* yang dihubungkan ke stack PEMFC. Stack PEMFC telah berisi MEA yang direkatkan pada gasket, plat bipolar dan plat penutup. Plat memiliki dua sisi yang ditempatkan sebagai anoda dan katoda. Pada anoda dihubungkan dengan gas hidrogen dan katoda dihubungkan dengan gas oksigen. Masing-masing gas tersebut dialirkan dengan laju alir 200 mL/menit. Pengukuran nilai *Open Circuit Voltage* (OCV), densitas arus terhadap tegangan (I-V) dan densitas arus terhadap densitas daya (I-P) dilakukan menggunakan peralatan WonAtech Smart 2.

3.6 Analisis Data

3.6.1 *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengukuran CV dilakukan untuk menunjukkan terbentuknya puncak anodik (kurva atas) dan puncak katodik (kurva bawah) pada kurva voltammogram yang

dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi redoks (reduksi-oksidasi) dan aktivitas katalitik pada proses pembuatan MEA serta dapat menentukan nilai ECSA. Besarnya nilai ECSA yang dihasilkan kedua MEA akan dibandingkan. Semakin besar nilai ECSA MEA, maka kinerja MEA yang dihasilkan akan semakin baik.

3.6.2 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

EIS digunakan untuk mengkarakterisasi kinerja *fuel cell* dan mengukur nilai konduktivitas elektrik pada elektroda yang dilapisi katalis Pt-*Black/C* dan Pt/C. Karakterisasi ini berfungsi untuk mendeteksi kemampuan elektroda yang telah dilapisi katalis dalam menghantarkan listrik serta dapat mengetahui sifat ketahanan terhadap korosi pada elektroda dari kurva yang dihasilkan. Semakin besar lengkungan yang dihasilkan maka elektroda tersebut memiliki ketahanan terhadap korosi yang semakin tinggi (Bojang and Wu, 2020).

3.7 Analisis Kerja MEA

Kinerja MEA ditentukan dari diagram antara potensial sel terhadap densitas arus. Diagram ini akan memberikan nilai OCV, diagram antara densitas arus terhadap tegangan (I-V), densitas arus terhadap densitas daya (I-P) dengan variasi arus. Sehingga dapat diketahui perbandingan kinerja antara MEA berbasis katalis Pt-*Black/C* dan Pt/C yang dibuat dengan metode pelapisan katalis menggunakan CCM dan *spraying* berdasarkan nilai OCV dan daya listrik optimum. Semakin besar nilai OCV dan arus maka kinerja MEA akan semakin baik.