



UNIVERSITAS INDONESIA

**APLIKASI TEKNIK SPUTTERING Pt PADA PENGEMBANGAN
PEMFC MELALUI FABRIKASI *MEMBRANE ELECTRODE
ASSEMBLY* (MEA) DENGAN PENGARUH KONDISI
OPERASI PROSES SPUTTERING Pt**

SKRIPSI

**WAHYUDI
0405060695**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2009**



UNIVERSITAS INDONESIA

**APLIKASI TEKNIK SPUTTERING Pt PADA PENGEMBANGAN
PEMFC MELALUI FABRIKASI *MEMBRANE ELECTRODE
ASSEMBLY* (MEA) DENGAN PENGARUH KONDISI
OPERASI PROSES SPUTTERING Pt**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

WAHYUDI

0405060695

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JUNI 2009

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

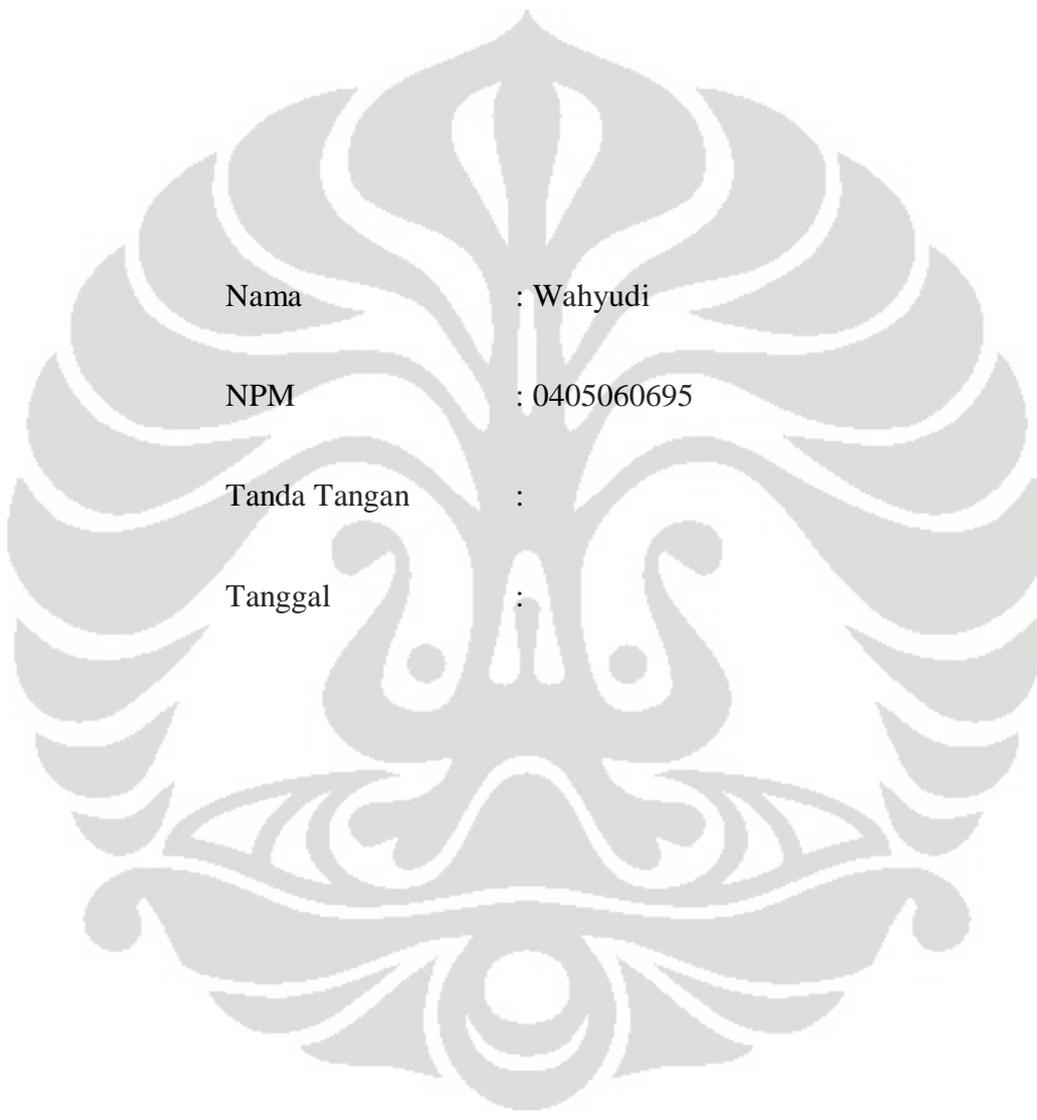
Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Wahyudi

NPM : 0405060695

Tanda Tangan :

Tanggal :



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Wahyudi
NPM : 0405060695
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Aplikasi Teknik *Sputtering* Pt Pada Pengembangan PEMFC Melalui Fabrikasi *Membrane Electrode Assembly* (MEA) Dengan Pengaruh Kondisi Operasi Proses *Sputtering* Pt

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA

Pembimbing : Dr. Verina J. Wargadalam

Penguji : Ir. Mahmud Sudibandriyo, MSc, PhD

Penguji : Dr. Ir. Asep Handaya Saputra, MEng

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 7 Juli 2009

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke Tuhan YME atas berkat dan rahmat-Nya saya dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya. Skripsi dengan judul **“Aplikasi Teknik Sputtering Pada Pengembangan PEMFC Melalui Fabrikasi Membrane Electrode Assembly (MEA) Dengan Pengaruh Kondisi Operasi Proses Sputtering”** disusun untuk melengkapi persyaratan untuk meraih gelar Sarjana Teknik di Departemen Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Selain itu, skripsi ini diharapkan dapat menambah pengetahuan pembaca tentang *sputtering* dan pengaruhnya terhadap kinerja *fuel cell*, selain itu semoga skripsi ini dapat menjadi masukan untuk pengembangan *fuel cell* di Indonesia. Dalam kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu selama proses penulisan skripsi ini, yaitu:

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo W. Purwanto, DEA. selaku pembimbing skripsi di Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia (DTK FTUI) atas bimbingan, ilmu, waktu, dan saran dalam pembuatan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Verina J. Wargadalam dan Bapak Ir. Bono Pranoto selaku pembimbing selama di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Tenaga Kelistrikan dan Energi Baru Terbarukan (P3TKEBT) atas bimbingan, ilmu, diskusi dan nasehatnya dalam pembuatan makalah skripsi ini.
3. Ibu Dianursanti selaku pembimbing akademik yang telah memberikan saran dan bimbingan selama kuliah.
4. Bapak Ir. Yuliusman, M.Eng selaku koordinator skripsi. Para dosen DTK FTUI yang telah membimbing dan memberikan ilmu yang sangat berguna.
5. Mama, Papa dan kakak – kakak di rumah yang telah memberikan kasih sayang, dukungan, dan doa.
6. Dianita atas perhatian, dukungan, serta semangat yang diberikan.
7. Dwi Yulianti, Endah, Febry, Shantya, Estu, Riska selaku team satu bimbingan, terima kasih atas bantuan dan kerjasamanya.

8. Teo, Andy, Adi, Rusydi, Doni, Fahrur, Beenk, Bule, Agung serta seluruh teman – teman GP 2005 atas dukungan dan persahabatanya.
9. Pak Slamet, Ibu Nenen, Pak Hariyanto, Mas Aman, Mbak Nur, Mbak Hesty, Mbak Lisa, Harun, dan Danu dari P3TKEBT Cipulir, Mbak Rini LIPI Serpong atas bantuannya selama penelitian
10. Jamal, Niken, Samsul atas bantuan dan diskusinya tentang *fuel cell*.
11. Kanga Jajat dan Mang Ijal, Mas Opik, Mas Sri, Mas Eko, Mas Mughni, Mas Her, Mbak Yanti, Mbak Ita, serta seluruh karyawan DTK UI atas bantuannya dalam administrasi dan perlengkapan skripsi.
12. Serta semua pihak yang telah mebantu penyusunan skripsi ini baik secara langsung ataupun tidak langsung.

Semoga Tuhan YME membalas kebaikan dan bantuan yang telah diberikan. Amin. Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam skripsi ini, oleh sebab itu kritik dan saran yang membangun tetap penulis harapkan untuk pengembangan penelitian dalam skripsi ini

Depok, Juli 2009

Wahyudi

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Wahyudi
NPM : 0405060695
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty-Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**Aplikasi Teknik Sputtering Pt Pada Pengembangan PEMFC Melalui
Fabrikasi *Membrane Electrode Assembly* (MEA) Dengan
Pengaruh Kondisi Operasi Proses *Sputtering Pt***

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2009

Yang menyatakan



(Wahyudi)

ABSTRAK

Salah satu solusi untuk kebutuhan energi yang semakin meningkat serta permasalahan lingkungan akibat hasil pembakaran bahan bakar fosil adalah penggunaan *fuel cell*. Tingginya biaya fabrikasi menjadi penghambat perkembangan *fuel cell*. Salah satu usaha yang dilakukan dengan menekan loading katalis menggunakan teknik *sputtering*.

Penelitian sebelumnya telah berhasil menekan loading katalis Pt mencapai 0.085 mg/cm^2 , dengan pendeposisian katalis pada *gas diffusion layer* (GDL). Pada penelitian bertujuan untuk mendapatkan kondisi operasi terbaik pada proses *sputtering*. Dengan loading yang sama akan divariasikan kondisi operasi *sputtering* yang meliputi daya RF, DC, dan tekanan *sputtering* dalam fabrikasi *Membrane Electrode Assembly* (MEA), dikarenakan kondisi ini merupakan parameter penting dalam proses *sputtering*. Propertis lapisan Pt yang terbentuk akan dianalisa menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM), *X-ray diffraction* (XRD) dan kinerja PEMFC akan diuji dengan *cyclic voltammetry* dan kurva polarisasi.

Berdasarkan hasil XRD, jenis kristal yang terdepresiasi adalah Pt [111], di mana ukuran kristal Pt naik dengan naiknya daya, dan akan mengecil dengan naiknya tekanan *sputtering* dikarenakan perbedaan energi ion yang dihasilkan. MEA yang difabrikasi pada 100 W daya RF dan tekanan *sputtering* 10 mTorr menghasilkan kinerja serta *Electrochemical Active Surface Area* (ECSA) yang paling tinggi dibandingkan dengan MEA yang difabrikasi pada 75, dan 125 pada 10 mTorr dengan daya RF, daya DC, serta pada tekanan 20 dan 30 mTorr pada 100 W RF. Pada kondisi ini dihasilkan *power density* maksimum sebesar 58.5 mW/cm^2 dan ECSA sebesar $13.6 \text{ m}^2/\text{g}$. Kondisi operasi yang terbaik pada daya 100 W RF, 10 mTorr.

Kata Kunci : PEMFC, MEA, *Sputtering*, ECSA

ABSTACT

One of the solution for the increasing needed of energy and environment problem cause the burning of fossil fuel are using fuel cell. Fabrication cost be a barrier of fuel cell development. One of ways with decrease catalyst loading use sputtering technique.

Previously research success to decrease the Pt catalyst loading until 0.085 mg/cm^2 , with deposition catalyst on the gas diffusion layer (GDL). Objective of this research to get the best sputtering operating conditions. At same Pt loading, and variation of the sputtering operating condition such as RF power, DC, and sputtering pressure in fabrication MEA, because these conditions are important parameters in the sputtering process. properties of Pt layer were studied using scanning electron microscopy (SEM), X- ray diffraction (XRD) and PEMFC performance will test with *cyclic voltammetry* and polarization curve.

Base on XDR results, the kind of crystal is Pt [111], where the size of Pt particles increase with the increase of power, and decrease with the increasing sputtering pressure, because the different of ion energy. MEA fabricated at 100 W RF power and 10 mTorr give the best performance and higer Electrochemical Active Surface Area (ECSA) than MEA that fabricated at 75 and 125 W 10 mTorr RF, DC power, and at 20, and 30 mTorr 100 W RF. at these conditions give maximum power density 58.5 mW/cm^2 and Electrochemical Active Surface Area (ECSA) $13.6 \text{ m}^2/\text{g}$.

Key Words: PEMFC, MEA, Sputtering, ECSA

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
ABSTACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
DAFTAR SINGKATAN	xv
DAFTAR SIMBOL	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 <i>Fuel Cell</i>	4
2.2 <i>Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC)</i>	4
2.3 Struktur PEMFC	5
2.3.1 Pelat Bipolar (<i>Bipolar Plate</i>)	6
2.3.2 <i>Membrane Electrode Assembly (MEA)</i>	7
2.3.3 Pelat Penutup (<i>End Plate</i>)	10
2.4 Kinerja <i>Fuel Cell</i>	10
2.4.1 <i>Activation Losses</i>	11
2.4.2 <i>Crossover Losses</i>	12
2.4.3 <i>Ohmic Losses</i>	13
2.4.4 <i>Mass Transport Losses</i>	13
2.4.5 <i>Overall Losses</i>	14
2.5 <i>Cyclic voltammetry (CV)</i>	15
2.6 <i>Sputtering</i>	16
2.6.1 Prinsip Kerja <i>Sputtering</i>	17
2.6.2 Jenis Sistem <i>Sputtering</i>	22
2.6.3 Keunggulan Metode <i>Sputtering</i> pada PEMFC	24
2.7 Karakterisasi	24
2.7.1 Karakterisasi XDR (<i>X-Ray Diffraction</i>)	25
2.7.2 Karakterisasi SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	25
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Rancangan Penelitian	26
3.2 Variabel Penelitian	29
3.3 Rincian Kegiatan Penelitian	30
3.3.1 Preparasi Membran	30

3.3.2 Pembuatan Tinta Katalis atau Nafion Karbon	31
3.3.3 Brush Coating Tinta ke GDL.....	32
3.3.4 <i>Sputtering</i> Katalis.....	32
3.3.5 Karakterisasi	34
3.3.6 Hot Pressing	34
3.3.7 Set up Sistem dan Uji Kinerja Fuel Cell (Uji Satu Sel)	35
3.3.8 Set up Sistem dan <i>Cyclic voltammetry</i> (Uji Setengah Sel).....	37
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1 Kecepatan Deposisi Pt dan Analisis Permukaan.....	38
4.1.1 Pengaruh daya RF	39
4.1.2 Pengaruh daya RF dan DC	42
4.1.3 Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i>	46
4.2 Pengaruh Parameter <i>Sputtering</i> Terhadap Uji Satu Dan Setengah Sel	50
4.2.1 Pengaruh Daya RF	50
4.2.1 Pengaruh Daya RF dan DC	56
4.2.3 Pengaruh Tekanan <i>sputtering</i>	59
4.3 Perbandingan dengan MEA Komersial (Electrochem) dan Penelitian Internasional.....	62
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	66
5.1 Kesimpulan	66
5.2 Saran	67
DAFTAR REFERENSI	68
LAMPIRAN	71
Lampiran 1. Perhitungan Loading katalis.....	71
Lampiran 2. Perhitungan Kurva Polarisasi.....	71
Lampiran 3, Perhitungan <i>Cyclic voltammetry</i>	72
Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal Pt	75
Lampiran 5. Data pengujian kinerja PEMFC	77
Lampiran 6. Data Hasil XRD.....	81

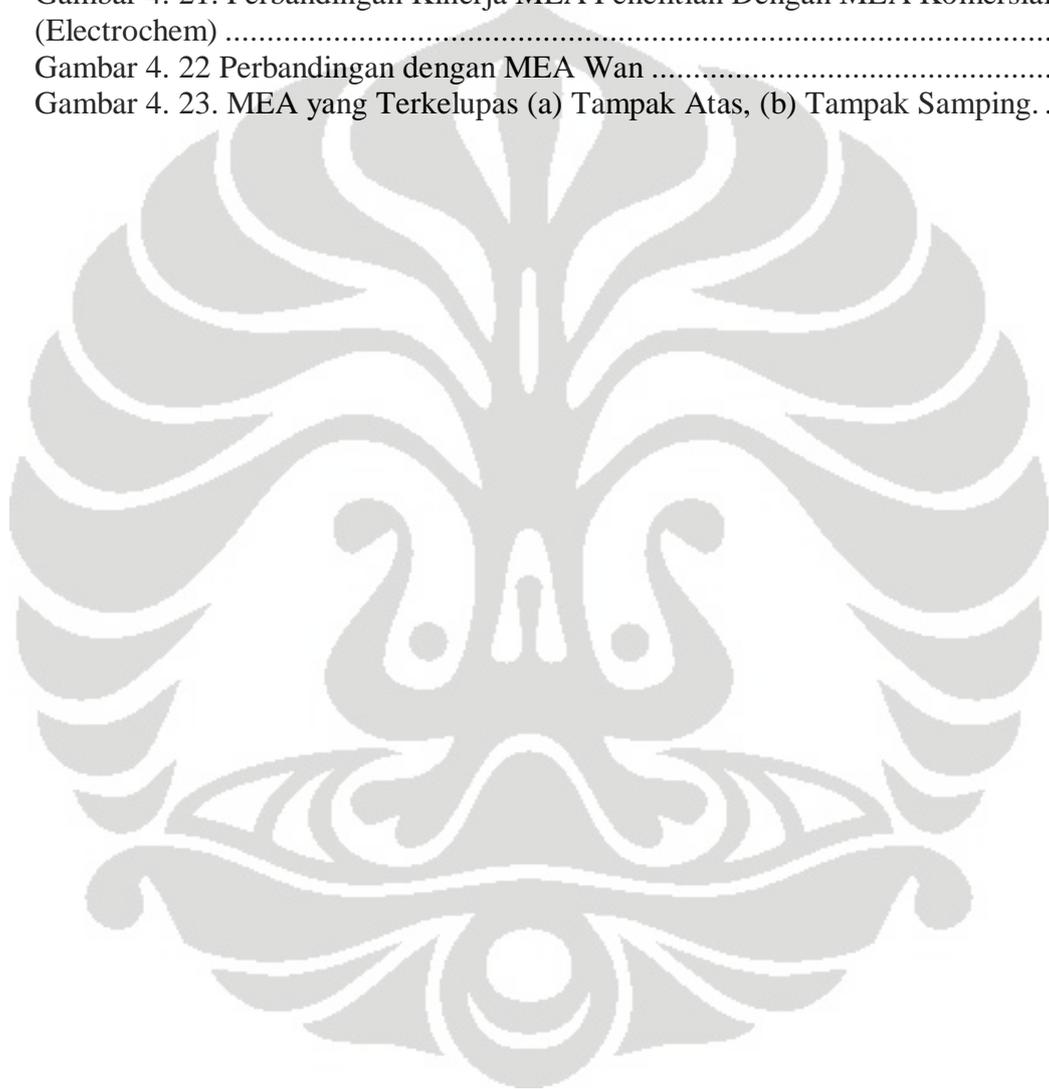
DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 Matriks Variabel Penelitian	29
Tabel 3. 2 Kode Sampel dan Keterangan Kondisi Operasi.....	29
Tabel 4. 1 Variasi Daya dan Tekanan <i>Sputtering</i> terhadap kecepatan deposisi.....	38
Tabel 4. 2. Pengaruh Daya RF pada Ukuran Kristal	41
Tabel 4. 3. Ukuran Kristal Pt [111] pada Daya RF dan DC.....	45
Tabel 4. 4. Ukuran kristal Pt Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i>	48
Tabel 4. 5. Nilai α MEA dengan Pengaruh Daya RF	51
Tabel 4. 6 Nilai Resistance MEA Pengaruh Daya RF	52
Tabel 4. 7. ECSA MEA Dengan Variasi Daya RF	54
Tabel 4. 8. Nilai α dan r MEA dengan Daya RF Dan DC.....	57
Tabel 4. 9. Nilai α dan r MEA Daya RF dan DC.....	60
Tabel 4. 10. Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i> terhadap ECSA	61
Tabel 4. 11 Daya MEA Penelitian dan MEA Electrochem.....	63

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur PEMFC [15].....	6
Gambar 2. 2 Struktur MEA [14].....	7
Gambar 2. 3. Model ORR pada Pt [16].....	8
Gambar 2. 4. Struktur Nafion [16].....	10
Gambar 2. 5. Kurva Polarisasi [17]	14
Gambar 2. 6. (a) <i>Cyclic voltammetry</i> PEMFC [18],	16
Gambar 2. 7 Prinsip Kerja <i>Sputtering</i> [22]	18
Gambar 2. 8. Proses <i>Sputtering</i> [22].....	19
Gambar 2. 9. Skema Tumbukan Ion <i>Sputtering</i> [24].....	20
Gambar 2. 10. Pengaruh Temperature dan Tekanan <i>Sputtering</i> Terhadap Struktur Film, (a) Tampak Atas, (b) Tampak Samping [27]	22
Gambar 2. 11 DC Diode <i>Sputtering</i> Sistem [22].....	22
Gambar 2. 12 RF Diode <i>Sputtering</i> Sistem [22]	23
Gambar 2. 13 Perbandingan <i>Loading</i> MEA Komersial dengan MEA Hasil <i>Sputtering</i> [5].....	24
Gambar 3. 1. Diagram Alir Penelitian	27
Gambar 3. 2 Prosedur Fabrikasi MEA.....	28
Gambar 3. 3. Proses Pencucian Membran Nafion.....	31
Gambar 3. 4 <i>Carbon Paper</i> yang Telah Di Coating NCi.....	32
Gambar 3. 5 Peralatan <i>Sputtering</i> Anatech [®] Hummer [®]	33
Gambar 3. 6 Alat <i>Hot Press</i> CARVER.....	34
Gambar 3. 7 Komponen PEMFC	36
Gambar 3. 8. (a) Skema Pengujian PEMFC [18], (b) Foto Fuel cell dan Sistem Pengujian.....	36
Gambar 3. 9 (a) Unit Pengujian <i>Cyclic voltammetry</i> (CV) [18], (b) Foto Alat Potensiostat Solatron.....	37
Gambar 4. 1. Susunan Spektra XRD Pada Pengaruh Daya RF.....	40
Gambar 4. 2 Perbesaran Puncak Pt [111] Pengaruh Daya RF	40
Gambar 4. 3. Sistem <i>Sputtering</i> (a) Daya RF, (b) Daya DC	43
Gambar 4. 4 Pengaruh Daya RF Dan DC Terhadap Susunan Spektra XRD	44
Gambar 4. 5 Perbesaran Puncak Pt [111] Daya RF dan DC	44
Gambar 4. 6. Pengaruh Tekanan Pada KEcepatan Deposisi [21]	46
Gambar 4. 7 Susunan Spektra XRD Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i>	47
Gambar 4. 8 Perbesaran Puncak Pt [111] Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i>	48
Gambar 4. 9. Pengaruh Daya RF Terhadap Kinerja PEMFC	50
Gambar 4. 10 Polarisasi Aktivasi Untuk Pengaruh Daya RF	51
Gambar 4. 11 Polarisasi Ohmik Pengaruh Daya RF	52
Gambar 4. 12. Pengaruh Daya RF Terhadap <i>Cyclic voltammetry</i> MEA	53
Gambar 4. 13. Foto SEM Hasil <i>Brush Coating</i> NCi Pada MEA, (a) MEA-75W RF, (b) MEA-100W RF, (c) MEA-125W RF (d) Tanpa Pt, Perbesaran 100.000 X.	55
Gambar 4. 14. Mapping Pt di Atas GDL	56
Gambar 4. 15. Pengaruh Jenis Daya RF dan DC Terhadap Kinerja PEMFC	56

Gambar 4. 16. Pengaruh Jenis Daya RF Dan DC Terhadap <i>Cyclic voltammetry</i> MEA.....	58
Gambar 4. 17. Foto SEM Hasil <i>Brush Coating</i> NCI pada MEA (a) MEA-100W RF (b) MEA-1—W DC, Perbesaran 100.000 X.....	58
Gambar 4. 18. Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i> Terhadap Kinerja PEMFC	59
Gambar 4. 19. Foto SEM Hasil <i>Brush Coating</i> NCI Pada MEA, (a) MEA-10mTorr, (b) MEA-20mTorr, (c) MEA-30mTorr, Perbesaran 100.000X	60
Gambar 4. 20. Pengaruh Tekanan <i>Sputtering</i> Terhadap <i>Cyclic voltammetry</i> MEA	61
Gambar 4. 21. Perbandingan Kinerja MEA Penelitian Dengan MEA Komersial (Electrochem)	62
Gambar 4. 22 Perbandingan dengan MEA Wan	63
Gambar 4. 23. MEA yang Terkelupas (a) Tampak Atas, (b) Tampak Samping... ..	64



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Loading katalis	71
Lampiran 2. Perhitungan Kurva Polarisasi	71
Lampiran 3, Perhitungan <i>Cyclic voltammetry</i>	72
Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal Pt.....	75
Lampiran 5. Data pengujian kinerja PEMFC	77
Lampiran 6. Data Hasil XRD	81

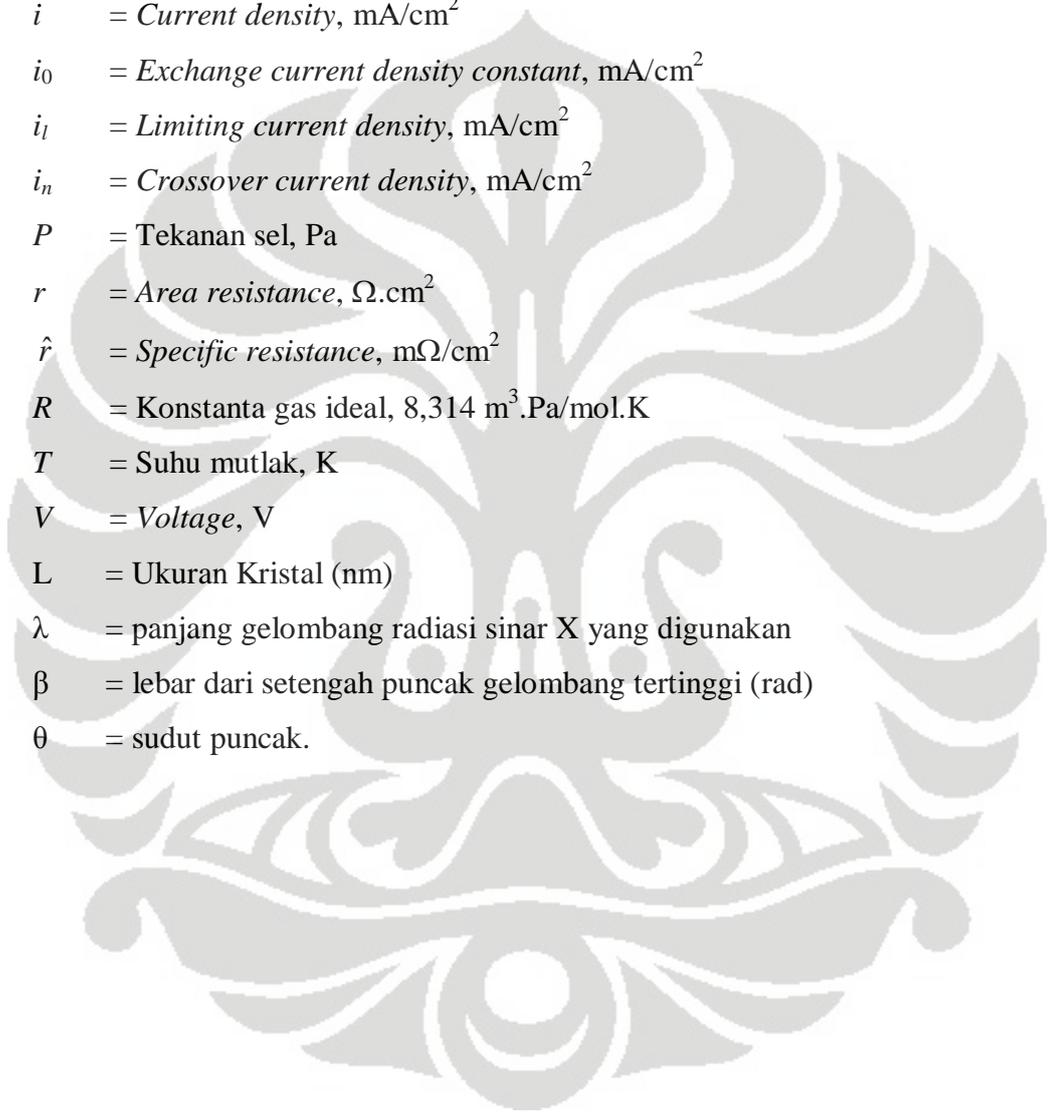


DAFTAR SINGKATAN



CC	= <i>Carbon Cloth</i>
CFP	= <i>Carbon Fiber Paper</i>
CV	= <i>Cyclic voltammetry</i>
ECSA	= <i>Electrochemical Active Surface Area</i>
EW	= <i>Equivalent Weight</i>
GDL	= <i>Gas Diffusion Layer</i>
MEA	= <i>Membrane Electrode Assembly</i>
mTorr	= <i>mili Torr</i>
NCi	= <i>Nafion Carbon Ink</i>
OCV	= <i>Open Circuit Voltage</i>
ORR	= <i>Oxygen Reduction Reaction</i>
P3TKEBT	= <i>Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Ketenagalistrikan dan Energi Baru Terbarukan</i>
PEM	= <i>Polymer Electrolyte Membrane</i>
PEMFC	= <i>Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell</i>
PTFE	= <i>Polytetrafluoro Ethane atau Teflon[®]</i>
RF	= <i>Radio Frequence</i>
SEM	= <i>Scanning Electron Microscopy</i>
XDR	= <i>X-Ray Diffraction</i>

DAFTAR SIMBOL



\AA	= Amstrom
α	= <i>Charge transfer coefficient, unitless</i>
ΔV	= Penurunan tegangan sel (<i>Overpotentials</i>), mV
F	= Konstanta Faraday, 96.500 Coulomb/mol
i	= <i>Current density, mA/cm²</i>
i_0	= <i>Exchange current density constant, mA/cm²</i>
i_l	= <i>Limiting current density, mA/cm²</i>
i_n	= <i>Crossover current density, mA/cm²</i>
P	= Tekanan sel, Pa
r	= <i>Area resistance, $\Omega \cdot \text{cm}^2$</i>
\hat{r}	= <i>Specific resistance, $\text{m}\Omega/\text{cm}^2$</i>
R	= Konstanta gas ideal, $8,314 \text{ m}^3 \cdot \text{Pa}/\text{mol} \cdot \text{K}$
T	= Suhu mutlak, K
V	= <i>Voltage, V</i>
L	= Ukuran Kristal (nm)
λ	= panjang gelombang radiasi sinar X yang digunakan
β	= lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi (rad)
θ	= sudut puncak.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan akan energi fosil dari tahun ke tahun terus meningkat, di Indonesia sendiri kebutuhan akan energi fosil sangat besar mencapai 52% dari kebutuhan energi nasional. Akan tetapi hal ini berbanding terbalik dengan jumlah cadangan minyak bumi yang telah ditemukan semakin menipis. Selain itu bahan bakar fosil menghasilkan zat – zat emisi seperti CO, CO₂, NO₂ di mana zat – zat ini dapat meningkatkan pemanasan global. Sel bahan bakar (*fuel cell*) dapat menjadi suatu solusi untuk permasalahan ini. *Fuel cell* adalah alat yang dapat mengkonversi energi dari bahan bakar menjadi energi listrik secara langsung [1]. Sehingga penggunaannya sedikit emisi dan dari bahan bakar yang dapat diperbaharui.

Salah satu tipe *fuel cell* adalah *Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell* (PEMFC), saat ini teknologi sel bahan bakar terutama tipe PEM yang dapat beroperasi pada suhu rendah 60 – 100°C, mengalami kemajuan yang cukup signifikan terutama untuk aplikasi peralatan bergerak seperti kendaraan bermotor dan peralatan *portabel* [2]. Tipe PEMFC yang berbahan bakar hidrogen memiliki keunggulan yaitu ramah lingkungan, dapat beroperasi pada suhu rendah, serta memiliki *power density* ideal yang tinggi yaitu 1,23V. Oleh karena itu, pengembangan PEMFC cukup potensial.

Akan tetapi saat ini biaya fabrikasi PEMFC masih sangat mahal, salah satu faktor biaya yang terbesar adalah fabrikasi *Membrane Electrode Assembly* (MEA) khususnya pada katalis yang digunakan. Salah satu usaha yang dapat dilakukan untuk menekan biaya adalah dengan mengurangi kandungan atau *loading* katalis pada MEA tanpa mengurangi kinerjanya. *Sputtering* adalah teknik *coating* katalis yang diharapkan dapat menurunkan *loading* hingga ke tingkat yang sangat rendah [3]. Sebagai perbandingan, *loading* katalis sebesar 0,014 mg/cm² menggunakan teknik *sputtering* setara dengan kinerja MEA konvensional dengan *loading* 0,4 mg/cm² [3]. Hal ini dikarenakan *sputtering* dapat menghasilkan lapisan katalis yang sangat merata pada permukaan substratnya.

Ada beberapa metode pada fabrikasi MEA dengan teknik *sputtering* yaitu coating katalis pada *Gas Diffusion Layer* (GDL) dan *coating* katalis pada membran (Nafion) [4]. Dihasilkan kinerja yang lebih baik pada MEA yang dicoating pada GDL, dikarenakan permukaan GDL yang tidak rata sehingga meningkatkan area aktif katalis.[5]

Penelitian yang dilakukan oleh Jamal dkk. [6] mengenai proses fabrikasi MEA dengan teknik *sputtering* mendapatkan deposisi yang optimum pada 40 nm dengan pengcoatingan pada substrat GDL. Pada proses *sputtering* menggunakan prinsip energi plasma untuk membombardir target (Pt) agar terlepas sehingga berbentuk atom – atom. Dalam proses ini besaran atom Pt yang terlepas dan kecepatan deposisi Pt pada substrat akan dipengaruhi oleh kondisi pada proses *sputtering*. [7]

Penelitian ini akan membahas bagaimana pengaruh kondisi operasi pada proses *sputtering* yaitu daya dan tekanan *sputtering* pada GDL terhadap *surface active area* untuk mendapatkan kinerja *fuel cell* yang terbaik. Serta melihat pengaruh kondisi operasi *sputtering* terhadap mikrostruktur lapisan film yang terbentuk saat proses *sputtering* dikarenakan karakter plasma dan pergerakan elektron sangat dipengaruhi kondisi operasi *sputtering*. [8]

1.2 Rumusan Masalah

Pada proses *sputtering* kondisi operasi sangat berpengaruh terhadap mikrostruktur lapisan film yang terbentuk, kinerja *fuel cell*, dan luasan aktif katalis. Oleh karena itu, perlu diketahui kondisi operasi yang terbaik saat proses *sputtering*.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan kondisi operasi (daya (W) dan tekanan *sputtering* (mTorr)) optimum pada sistem *sputtering* dan pengaruhnya terhadap morfologi, *surface active area* serta kinerja *fuel cell* yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

Ruang lingkup dari permasalahan yang akan dibahas adalah sebagai berikut:

1. Sel bahan bakar (*fuel cell*) yang dibuat dalam penelitian ini adalah *Polymer Electrolyte Membrane* (PEMFC) berbahan bakar H₂ dan O₂.
2. Fabrikasi *Membrane Electrode Assembly* (MEA) menggunakan metode *sputtering* katalis (Pt) pada GDL
3. Nafion Carbon Ink (NCi) / tinta nafion karbon dengan komposisi karbon, air, Nafion, EG adalah 1:2:4:1, di coatingkan dengan teknik brushing.
4. Kondisi operasi *fuel cell* tidak divariasikan yaitu temperatur fuel cell 25⁰C, tekanan H₂ dan O₂ 10 psia.
5. Parameter *sputtering* yang digunakan meliputi variasi daya *Radio Frequency* (RF), daya DC, dan tekanan *sputtering*

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan pada skripsi ini sebagai berikut :

BAB 1 : PENDAHULUAN

Menjelaskan latar belakang permasalahan, rumusan masalah, tujuan penelitian, ruang lingkup permasalahan, serta sistematika penulisan.

Bab 2 : TINJAUAN PUSTAKA

Menjelaskan prinsip dasar mengenai *fuel cell*, *polymer electrolyte fuel cell*, kinerja *fuel cell*, serta teknik *sputtering*.

BAB 3: METODOLOGI PENELITIAN

Menjelaskan rancangan keseluruhan dan detil prosedur penelitian.

BAB 4 : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan hasil yang didapat selama penelitian serta analisa terhadap hasil tersebut.

BAB 5 : KESIMPULAN DAN SARAN

Menjelaskan kesimpulan yang diperoleh dari pembahasan serta saran untuk penelitian selanjutnya.

BAB 2 **TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Fuel Cell

Fuel cell adalah alat yang digunakan untuk mengkonversikan energi kimia menjadi energi listrik, bahan bakar yang digunakan adalah hidrogen yang dapat berasal dari senyawa hidrokarbon seperti metanol [9].

Besarnya energi listrik tersebut dapat dideteksi dari besarnya potensial yang dihasilkan oleh sel. Perkiraan besar potensial sel yang mampu dihasilkan oleh *fuel cell* dapat ditinjau dari reaksi masing-masing elektrodanya.

Reaksi oksidasi-reduksi terjadi secara simultan pada elektroda. Hal inilah yang menyebabkan adanya perbedaan potensial di antara kedua elektroda tersebut [10]. Hubungan antara mekanisme reaksi setengah sel dengan potensial elektroda dapat dijelaskan dengan konsep *Electrochemical Double Layer (EDL)* atau *Charge Double Layer* [10].

Jika sebuah logam dicelupkan ke dalam suatu elektrolit, maka pada selang waktu tertentu, akan terbentuk dua lapisan muatan pada antar-muka logam-elektrolit. Lapisan muatan negatif terbentuk di permukaan logam dan lapisan positif terletak dalam elektrolit sejajar dengan permukaan logam dan lapisan muatan positif terletak dalam elektrolit sejajar dengan permukaan logam. Peristiwa tersebut berlangsung terus menerus sampai terjadi kesetimbangan sehingga logam tidak mengalami ionisasi lebih lanjut. Keadaan kesetimbangan itu disebut EDL.

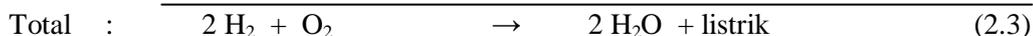
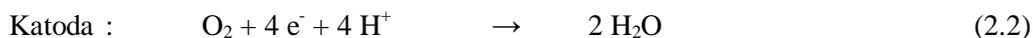
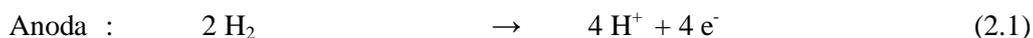
Terdapat beberapa jenis *fuel cell*. Perbedaan utama terletak pada elektrolitnya. Jenis *fuel cell* akan dibahas pada penelitian ini adalah elektrolit bertipe membran polimer [10].

2.2 Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC)

PEMFC adalah jenis *fuel cell* dengan membran elektrolit dari polimer dengan bahan bakar hidrogen. Hidrogen dioksidasi di anoda dan oksigen direduksi di katoda. Proton dilepaskan selama oksidasi hidrogen dan mengalir melalui PEM ke katoda. Karena membran tidak konduktif terhadap listrik, maka

elektron yang dilepaskan selama oksidasi hidrogen mengalir ke rangkaian luar sehingga tercipta arus listrik [11].

Pada PEMFC terjadi reaksi sebagai berikut :



Dikarenakan pada PEMFC menggunakan hidrogen akan tetapi penyimpanan dan infrastrukturnya menyulitkan penggunaan hidrogen sebagai bahan bakar. Untuk mengatasi hal tersebut dikembangkan produksi hidrogen secara *in situ* melalui *reforming* metanol, propana, gas alam, atau bahan bakar lain. Contohnya, metana dapat di-*steam reforming* untuk menghasilkan hidrogen:



Gas hasil *reforming* mempunyai kelemahan besar yaitu karbon monoksida (CO). CO meracuni Pt (*poisoning*) karena teradsorb sangat kuat pada permukaan katalis ini. Akibatnya oksidasi hidrogen terganggu. Kandungan CO 100 ppm dapat menurunkan kinerja *fuel cell* ke tingkat yang parah. Untuk mengurangi kandungan CO dapat digunakan reaksi *water gas shift*:



Walaupun digunakan reaktor *water gas shift* terbaru, kandungan CO masih lebih besar dari 2500 ppm. Pemrosesan lanjutan untuk menurunkan kadar CO sangat mahal.

Metanol juga dapat direforming secara langsung:

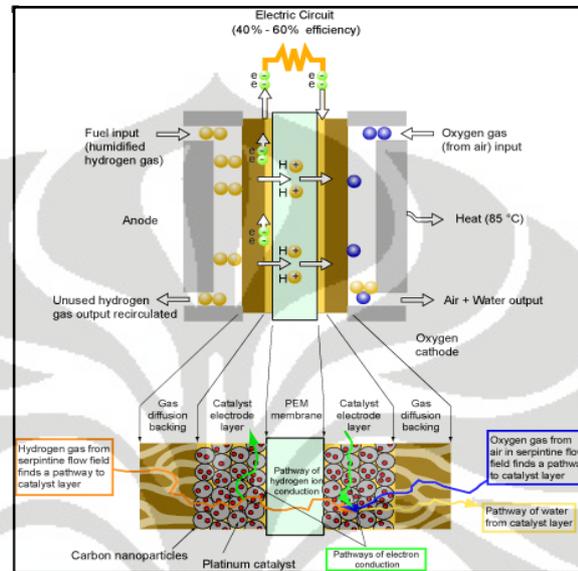


Walaupun *steam reforming* metanol tidak menghasilkan CO secara langsung, tetapi CO masih tetap ada dalam jumlah kecil karena reaksi *water gas shift* bersifat *reversible*.

2.3 Struktur PEMFC

Struktur dalam satu sel PEMFC tidak jauh berbeda dengan struktur *fuel cell* pada umumnya. Struktur PEMFC terdiri dari beberapa bagian penting, yaitu *cell stack* yang terdiri atas pelat bipolar (*bipolar plate*) dan pelat penutup (*end plate*). Pelat bipolar (elektroda) yang fabrikasinya dibuat lajur aliran (*flowfield*)

untuk gas atau cairan bahan bakar; MEA yang terdiri dari lapisan difusi gas (GDL) atau sering juga disebut *porous gas-backing layer*, lapisan katalis (*active layer*), dan membran, dan yang terakhir adalah pelat penutup (*endplate*) [10]. Struktur PEMFC lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 2. 1.



Gambar 2. 1 Struktur PEMFC [15]

Bagian penting pada PEMFC yang mengkonversikan reaktan menjadi listrik terdapat di MEA. MEA pada umumnya terdiri dari lima lapisan yaitu elektoda-anoda-membran-katoda-elektroda. Di elektroda terdapat lapisan katalis serta lapisan difusi gas (GDL) [11]

2.3.1 Pelat Bipolar (*Bipolar Plate*)

Kebanyakan dari *fuel cell*, terdiri dari suatu struktur pelat (*stack structure*) yang tersusun atas beberapa pelat bipolar, yang juga sering disebut pelat pemisah atau pelat lajur aliran (*flow field plate*).

Pelat bipolar memiliki beberapa fungsi diantaranya [12,13] :

1. Untuk mendistribusikan bahan bakar dan oksigen dalam sel (*flowfield*)
2. Sebagai fasilitas manajemen air
3. Untuk membawa arus menjauhi sel (*current collector*)
4. Sebagai fasilitas manajemen panas.

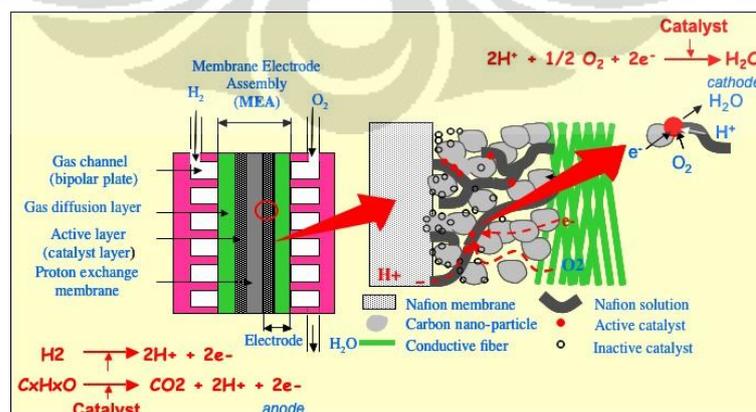
Kriteria sifat fisik dari pelat bipolar yaitu: baik secara konduktivitas listrik

dan panas, *gas-tightness*, kuat secara mekanis dan baik secara stabilitas kimia terhadap kondisi oksidasi dan reduksi serta faktor keekonomisannya [12]

Fungsi pertama dari pelat ini adalah sebagai kolektor arus listrik (*current collector*) di mana sisi yang satu dari pelat bipolar berhadapan dengan anoda dan sisi yang lain dengan katoda. Voltase total dari suatu *fuel cell* ditentukan dari jumlah satuan sel dan densitas arus. Fungsi kedua dari pelat ini adalah menyediakan suatu area aktif (*active area*) atau lajur aliran (*flowfield*) reaktan yang berada pada sisi yang bersentuhan dengan lapisan difusi gas (GDL). Geometri lajur aliran bisa saja berbeda antara anoda dan katoda. Arah aliran pun bisa sama bisa juga berbeda: *co-flow*, *counter-flow* atau *crossflow*. Setiap lajur dan arah aliran memberikan pengaruh terhadap kinerja *fuel cell*, terutama dalam hal manajemen air dan distribusi gas ke elektroda.

2.3.2 Membrane Electrode Assembly (MEA)

Suatu MEA terdiri dari sebuah membran dan dua buah elektroda, yang masing-masing berada pada sisi-sisinya. Elektroda berisi dengan partikel-partikel katalis. Peranan katalis (sering juga disebut dengan elektrokatalis) sangat penting dalam *fuel cell* bertemperatur rendah. Partikel-partikel katalis harus dapat berkontak dengan konduktor elektronik dan protonik. Secara tradisional, MEA telah dikembangkan dan dibuat dengan penggabungan secara impregnasi antara lapisan-berpori difusi gas (porous gas diffusion layer, GDL) dengan katalis. Susunan MEA ini disebut dengan MEA dengan lima lapisan (GDL-katalis anoda-membran-katalis katoda-GDL). [10,12]



Gambar 2. 2 Struktur MEA [14]

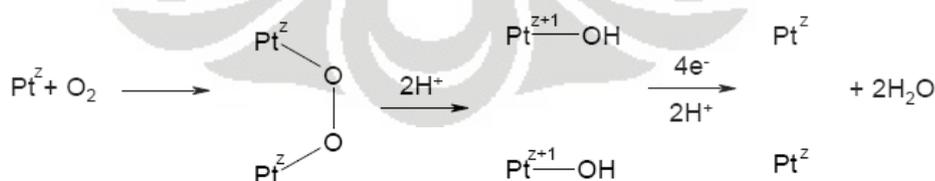
2.3.2.1 Elektroda PEMFC

Elektroda PEMFC adalah struktur tiga dimensi yang kompleks yang mengandung sejumlah bahan yang berbeda dalam campuran homogen. Banyak perkembangan pada elektroda ini. Umumnya lapisan setebal 50 μm yang mengandung Pt tersupport karbon diikat dengan menambahkan nafion atau PTFE yang kemudian dilapiskan ke GDL. GDL umumnya *Carbon Fiber Paper* (CFP) atau *Carbon Cloth* (CC) yang dapat mengumpulkan arus sekaligus melewatkan gas. GDL umumnya di-*treatment* agar menghasilkan keseimbangan air yang baik.

Penambahan nafion ke lapisan katalis dapat dilakukan dengan mencampurkannya dengan katalis atau melapiskannya setelah terbentuk lapisan katalis pada elektroda. Tujuan utamanya adalah sebagai medium untuk menghantarkan proton dalam lapisan katalis, karena hanya katalis Pt yang mempunyai kontak secara ionik dengan membran yang dapat aktif untuk reaksi reduksi-oksidasi. PTFE hanya berfungsi sebagai pengikat dan penambah sifat hidrofobik. Katalis dan nafion umumnya dicampur bersamaan dengan air dan alkohol membentuk semacam tinta. Tinta inilah yang kemudian dilapiskan ke GDL menggunakan berbagai macam metode, seperti *spray coating*, *brush coating*, atau *screen printing*. [15].

2.3.2.2 Katalis Katoda

Reaksi reduksi oksigen atau *Oxygen Reduction Reaction* (ORR) adalah reaksi yang terdiri dari banyak reaksi elementer. Banyak model dikembangkan untuk reaksi ini. Salah satunya adalah *Bridge Model*:



Gambar 2. 3. Model ORR pada Pt [16]

Dari model pada Gambar 2. 3 diketahui bahwa yang paling krusial adalah ukuran dan jarak antar kristal Pt. Kompleksnya jalur reaksi membuat ORR berjalan lambat. Salah satu parameternya adalah nilai *exchange current density*.

Exchange current density ORR 10^5 kali lebih rendah dari oksidasi hidrogen. Perbedaan inilah yang membuat kinerja *fuel cell* sangat bergantung pada aktivitas katoda. Oleh sebab itu pengembangan elektroda PEMFC umumnya dilakukan pada katoda.

Untuk meningkatkan aktivitas katoda maka utilisasi atau penggunaan katalis harus ditingkatkan. Hal ini tidak saja meningkatkan kinerja tetapi juga mengurangi *loading* Pt. Salah satu metode untuk meningkatkan utilisasi katalis adalah menggunakan karbon sebagai *support* katalis Pt. Jenis karbon yang paling cocok sebagai *support* katalis adalah *carbon black*. Banyak jenis *carbon black* komersial yang telah dipelajari untuk *fuel cell* dan yang paling umum digunakan adalah *Vulcan XC72*.

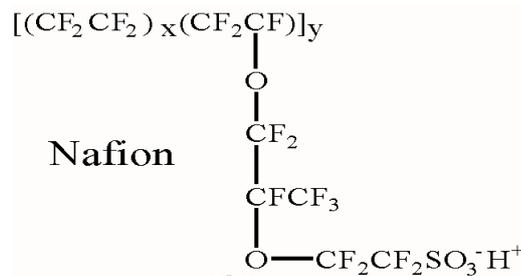
Cara lain untuk meningkatkan utilisasi katalis adalah dengan menambahkan polimer konduktor proton seperti nafion karena katalis Pt yang kontak dengan membran dapat bekerja lebih efektif. Larutan nafion dapat ditambahkan ke elektroda atau saat preparasi tinta katalis. Nafion dapat meningkatkan konduktivitas ionik lapisan katalis.

2.3.2.3 Katalis Anoda

Reaksi yang terjadi pada anoda adalah hidrogen berubah menjadi ion hidrogen positif (proton) dan menarik elektron. Katalis Pt yang digunakan untuk mempercepat kinetika reaksi. Pada *fuel cell* katalis yang digunakan biasanya adalah Pt, akan tetapi harga katalis ini sangat mahal dan mudah teracun oleh CO yang menyebabkan luas permukaan Pt semakin kecil. Oleh karena itu diperlukan logam kedua atau ketiga untuk mengabsorb CO. Saat ini perkembangan teknologi katalis telah membuat campuran Pt dengan logam – logam lain seperti : Ru, Re, Rh, Os, Mo, Pb, Bi, Sn [6].

2.3.2.4 Membran

PEMFC menggunakan elektrolit dari membran berbahan polimer (PEM). PEM berfungsi sebagai pembatas antara anoda dan katoda serta sebagai elektrolit. Yang umum digunakan saat ini adalah Nafion[®], membran *perfluorosulfonic acid* yang dikembangkan oleh DuPont. Strukturnya ditunjukkan oleh Gambar 2. 4



Gambar 2. 4. Struktur Nafion [16]

Nilai x dan y bervariasi dengan variasi *Equivalent Weight* (EW). EW berkisar 900-1400, umumnya 1100. Karena struktur nafion mirip dengan Teflon[®] maka kekuatan mekanisnya bagus, tidak larut oleh air, dan stabil secara termal dan kimia.

Konduktivitas nafion bergantung pada tingkat hidrasinya. Dalam keadaan kering nafion merupakan konduktor ion yang buruk. Tetapi dengan bertambahnya kandungan air, konduktivitasnya meningkat tajam. Karena itu gas umumnya dihumidifikasi sebelum masuk ke PEMFC. Sifat ini membatasi suhu operasi *fuel cell* yang menggunakan nafion, yaitu hanya sampai 100°C karena di atas suhu ini air selalu menguap dan hilang dari membran. Tetapi jika terlalu banyak air juga kurang baik karena dapat menyumbat aliran. Oleh karena itu jumlah air harus dikontrol.

2.3.3 Pelat Penutup (*End Plate*)

Pelat penutup pada sel PEMFC berjumlah dua buah yang terdapat pada sisi anoda dan sisi katoda. Pelat ini berfungsi sebagai penjepit kedua elektroda atau mengencangkan sel PEMFC. Ukuran dari pelat ini sama dengan pelat bipolar, tetapi pelat ini tidak memiliki *active area* [10].

2.4 Kinerja *Fuel Cell*

Kinerja *fuel cell* biasanya ditentukan melalui kurva polarisasi atau kurva V-I, di mana voltase sel merupakan fungsi dari densitas arus. Umumnya makin tinggi voltase sel untuk suatu densitas arus tertentu maka menunjukkan kinerja

yang lebih baik. Informasi mengenai penyebab turunnya kinerja sel juga dapat diperoleh dari kurva polarisasi[17].

Kurva polarisasi menunjukkan informasi mengenai penurunan tegangan yang disebabkan oleh aktivasi, resistensi, dan konsentrasi. *Kinetic losses* dan *fuel crossover* atau *internal current losses* umumnya ditandai dengan penurunan tajam voltase di daerah densitas arus rendah. *Ohmic losses* umumnya berupa garis lurus di daerah densitas arus menengah. *Mass transport losses* dapat diamati pada penurunan tiba-tiba yang terjadi di daerah densitas arus tinggi.

2.4.1 Activation Losses

Activation losses atau polarisasi aktivasi pada dasarnya menunjukkan penurunan volt yang terjadi untuk memaksa agar reaksi dapat berlangsung, yang meliputi pemecahan hidrogen di anoda menjadi proton dan elektron, proton yang bergerak menembus elektrolit, hingga kemudian bergabung dengan oksigen serta elektron di katoda. Penurunan tegangan ini umumnya disebut dengan *overpotential* (ΔV), yang merupakan beda tegangan antara dua terminal. Melalui eksperimen, Tafel dapat mendeskripsikan penurunan ini secara matematis. Tafel menunjukkan korelasi langsung antara densitas arus dan voltase yang dihasilkan pada daerah arus rendah. Plot yang dihasilkan berbentuk logaritma natural untuk memudahkan analisa. Persamaannya adalah sebagai berikut:

$$\Delta V = A \ln \left(\frac{i}{i_0} \right) \quad (2.7)$$

Untuk plot ke kurva, persamaan (2.7) dapat diubah menjadi:

$$\Delta V = A \ln i - A \ln i_0 \quad (2.8)$$

Konstanta A makin besar untuk reaksi yang makin lambat, sedangkan konstanta i_0 makin besar untuk reaksi yang makin cepat. Nilai i_0 disebut dengan *exchange current*. i_0 adalah nilai pada plot tafel saat arus mulai bergerak menjauhi nol.

Telah ada percobaan yang dilakukan untuk menentukan nilai A secara teoritis. Berikut persamaan yang disederhanakan untuk *fuel cell* hidrogen.

$$A = \frac{RT}{2\alpha F} \quad (2.9)$$

di mana: R = konstanta gas ideal

T = suhu (Kelvin atau Rankine)

F = konstanta Faraday

α = *charge transfer coefficient*

Nilai α menjelaskan proporsi energi listrik yang berkaitan dengan perubahan laju reaksi elektrokimia. Nilainya berbeda untuk material yang satu dengan yang lain. Karena itu secara keseluruhan nilai α merupakan fungsi dari sifat-sifat bahan. Untuk bahan yang biasa digunakan, nilai α berada dalam rentang yang kecil; biasanya $\alpha=0,5$ untuk anoda, dan $\alpha=0,1 - 0,5$ untuk katoda. Berdasarkan volt yang diprediksi oleh persamaan tafel, maka eksperimen dengan material yang berbeda tidak akan memberikan efek yang besar.

Berdasarkan persamaan (2.7), maka variabel yang dapat diubah untuk meningkatkan kinerja adalah nilai i_0 . Nilai *exchange current density constant* sangat bervariasi dengan rentang yang besar, sampai orde 4. Karena itu akan memberikan pengaruh yang signifikan pada kinerja *fuel cell* di arus rendah. Nilai i_0 rendah sekitar $0,01 \text{ mA/cm}^2$ sedangkan nilainya yang tinggi sekitar 100 mA/cm^2 .

2.4.2 Crossover Losses

Crossover terdiri dari *crossover* bahan bakar dan *crossover* elektron. *Open Circuit Voltage* (OCV) adalah voltase sel sebelum dibebani. Nilai ini biasanya lebih rendah $0,3 \text{ V}$ dari nilai teoritis. Rendahnya voltase awal ini berhubungan dengan *fuel crossover*, yaitu fenomena bahan bakar yang menembus membran, serta *internal current*, fenomena elektron yang menembus membran. Dua jenis penyebab turunnya tegangan ini digolongkan dalam satu kelompok karena menghasilkan akibat yang sama. Keduanya disebabkan oleh ketidaksempurnaan elektrolit sebagai penghantar proton. Idealnya suatu elektrolit hanya menghantarkan proton dan tidak menghantarkan yang lain. Tetapi pada kenyataannya ada juga bahan bakar serta elektron yang bisa lewat. Untuk memodelkan fenomena ini, persamaan (2.7) dimodifikasi mejadi:

$$\Delta V = A \ln \left(\frac{i + i_n}{i_0} \right) \quad (2.10)$$

Dengan i_n adalah arus karena *crossover* bahan bakar atau elektron yang setara dengan *short circuit*.

2.4.3 Ohmic Losses

Ohmic losses atau penurunan tegangan karena adanya hambatan terjadi pada semua peralatan elektronik, tidak terkecuali untuk *fuel cell*. Penurunan tegangan ini terjadi karena adanya tahanan pada elektron yang mengalir dalam *bipolar plate*. Persamaan Ohm biasanya dibuat dalam bentuk *current density* dan *area resistance*. Ini memudahkan evaluasi kinerja *fuel cell* karena sebagian besar kinerjanya dihubungkan dengan *current density*.

$$V = ir \quad (2.11)$$

di mana: i = *current density*

r = *area specific resistance*

Untuk mengurangi besarnya tahanan ohmik maka harus dibuat elektroda dengan konduktivitas listrik yang tinggi, atau mengurangi jarak yang harus ditempuh oleh elektron karena tahanan sebanding dengan jarak. Cara lain untuk mengurangi tahanan adalah dengan membuat *bipolar plate* dengan desain yang baik, yang mempunyai konduktivitas tinggi serta tidak tebal. Yang terakhir untuk mengurangi hambatan adalah dengan membuat elektroda yang tipis, sehingga memberikan jarak yang lebih kecil bagi proton sebelum akhirnya bertemu dengan oksigen dan elektron.

2.4.4 Mass Transport Losses

Penurunan tegangan yang disebabkan oleh masalah transfer massa atau konsentrasi berhubungan langsung dengan masalah tekanan. Jika hidrogen dikonsumsi dalam laju yang sangat besar di anoda maka tekanan parsial hidrogen akan jatuh sehingga menurunkan laju reaksi. Hal yang sama terjadi pada oksigen di katoda. Penurunan tegangan karena perubahan tekanan dapat disederhanakan dalam persamaan matematika sebagai berikut:

$$\Delta V = \frac{RT}{2F} \ln \left(\frac{P_2}{P_1} \right) \quad (2.12)$$

Untuk menghubungkan persamaan ini dengan *current density*, maka harus didefinisikan *limiting current density*, i_l , sebagai kondisi di mana tidak ada lagi bahan bakar yang dapat digunakan untuk meningkatkan *current density*, sehingga kelebihan atau *excess* tekanan hidrogen menjadi nol. Jika kita mendefinisikan tekanan ini sebagai P_1 , jika *current density* diturunkan maka tekanan akan turun secara linear, sehingga diperoleh hubungan:

$$P_2 = P_1 \left(\frac{i_l - i}{i_l} \right) \quad (2.13)$$

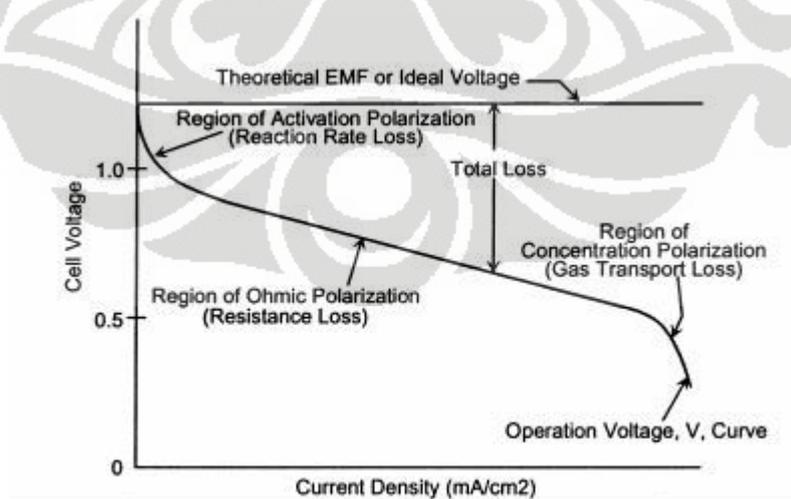
Jika disubstitusikan ke persamaan sebelumnya maka akan diperoleh hubungan:

$$\Delta V = \frac{RT}{2F} \ln \left(1 - \frac{i}{i_l} \right) \quad (2.14)$$

Persamaan (2.14) menunjukkan bahwa penurunan tegangan ditentukan oleh *limiting current density*.

2.4.5 Overall Losses

Jika semua penyebab penurunan tegangan yaitu *activation*, *crossover*, *ohmic*, dan *mass transfer losses* digabungkan maka diperoleh grafik operasional *fuel cell*. Grafik yang ditunjukkan pada Gambar 2. 5 menunjukkan kinerja *fuel cell* pada kondisi yang standar.



Gambar 2. 5. Kurva Polarisasi [17]

Plotnya secara keseluruhan ditunjukkan pada persamaan berikut:

$$\Delta V = E - (i - i_n) - A \ln \left(\frac{i + i_n}{i_0} \right) + B \ln \left(1 - \frac{i + i_n}{i_l} \right) \quad (2.15)$$

2.5 Cyclic voltammetry (CV)

Cyclic voltammetry (CV) adalah metode yang umum digunakan untuk mendiagnosa karakteristik dari lapisan elektrokatalis. Pada PEMFC lapisan elektrokatalis terdiri dari campuran katalis Pt support karbon dan nafion. Karbon support bertujuan untuk meningkatkan konduktivitas dan meningkatkan dispersi katalis Pt. aktivitas elektrokimia pada sebuah elektrode tergantung pada ikatan dan formula dari 3 fasa (carbon, nafion, Pt) [18].

Dalam pengujian elektrokatalis pada fuel cell ada 2 cara yaitu *ex situ* dan *in situ voltammetry experiments*. *ex situ* (uji setengah sell) yaitu pengujian elektrode menggunakan 3 elektrode standar dengan larutan asam (0.5 M H₂SO₄) digunakan untuk mensimulasikan proton conducting pada PEMFC. Sedangkan *in situ* eksperimen menggunakan konfigurasi 2 elektrode di mana salah satu dari elektrode fuel cell pseudo – reference electrode dan yang satu lagi sebagai counter electrode. Anode fuel cell adalah sebagai counter electrode / reference electrode (CE/RE). Saat melakukan pengujian *in situ cyclic voltammetry*, katode fuel cell (working electrode) dialiri dengan nitrogen (N₂) sedangkan anode fuel cell (CE/RE) dialiri hidrogen (H₂). Pada proses ini reaksi yang penting reduksi elektrokimia pada proton (H⁺) dan deposisi atom hidrogen pada permukaan katalis.



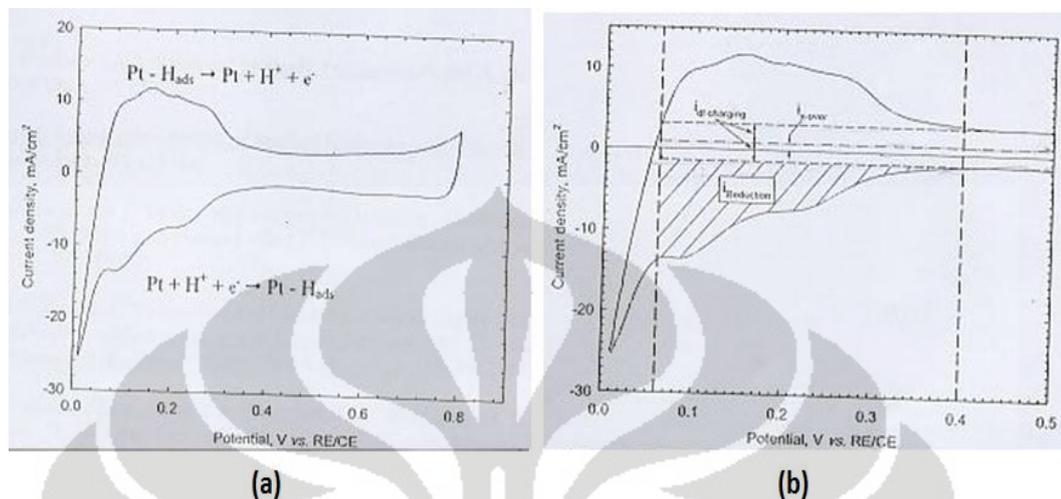
Nilai adsorpsi atom hidrogen (q (C/cm²)) pada reaksi di atas dapat ditentukan pada CV scan. *Electrochemical Active Surface Area* (ECSA) dari katalis Pt didapatkan dari persamaan berikut :

$$ECSA = \frac{q}{\Gamma \cdot L} \quad (2.17)$$

Di mana : $\Gamma = 210 \mu\text{C}/\text{cm}^2 \text{ Pt}$, $L = \text{Pt Loading}$ ($\text{gr Pt}/\text{cm}^2$), $ECSA$ ($\text{cm}^2 \text{ Pt}/\text{gr Pt}$)

Secara umum nilai ECA adalah rasio dari spesifik area denagn Pt yang digunakan pada fabrikasi MEA ($\text{cm}^2 \text{ Pt}/\text{gr Pt}$) adalah fraksi katalis yang secara

elektrokimia memungkinkan untuk bereaksi di electrode. Hasil CV scan seperti pada Gambar 2. 6 di bawah ini :



Gambar 2. 6. (a) *Cyclic voltammetry* PEMFC [18],
(b) *Cyclic voltammetry* Daerah Adsorpsi H₂

Gambar 2. 6 (a) menunjukkan penggabungan dari hydrogen adsorption dan desorption peak, selama uji CV potensial pada working electrode berjalan pertama pada anode untuk oksidasi adsorben hydrogen (H_{ads}) menjadi H⁺ dan selanjutnya pada katode untuk mengurangi (mengonsumsi) H⁺ kembali menjadi (H_{ads}) . Daerah yang dibentuk oleh peak – peak tersebut dapat digunakan untuk menentukan Electrochemically Active Surface Area (ECSA). Pada gambar di bawah ini daerah yang diarsir merupakan daerah adsorption hydrogen. Batasan baseline dalam perhitungan luas daerah yang diarsir yaitu pada sumbu X daerah antara 0.4V – 0.05V seperti pada Gambar 2. 6 (b).

2.6 Sputtering

Terdapat beberapa metode dalam proses *coating* pada fabrikasi MEA yaitu *brush coating*, *spray coating* dan *print coating* terhadap tinta katalis yang mengandung campuran elektrolit, karbon, katalis. Campuran tersebut merupakan perpaduan dari katalis, karbon, dan elektrolit (biasanya Nafion®) yang memungkinkan terjadinya difusi gas, difusi air, transport elektron dan proton dari dan ke bagian katalis secara efektif [19]. Proses *coating* dilakukan diatas kertas

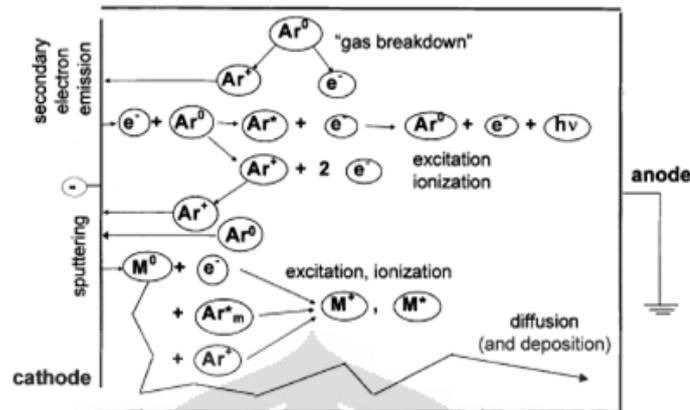
karbon baik pada sisi katoda maupun anoda yang selanjutnya akan dilakukan *hot press* sehingga menjadi MEA lima lapis (elektoda-anoda-membran-katoda-elektroda).

Selain metode *coating* di atas, ada juga metode lain yaitu *sputtering* atau *Sputter Deposition*. Salah satu kelebihan dari metode ini adalah dapat membuat MEA dengan *loading* katalis rendah [19]. *Sputtering* telah lama dikembangkan untuk pelapisan elektroda pada sel bahan bakar. Witham *et al* [20] mendapatkan kinerja katalis DMFC sampai dua kali lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan metode berbasis tinta katalis. Dengan penggunaan metode *sputtering* dapat meningkatkan kinerja dari sel bahan bakar itu sendiri. Selain itu metode ini dapat mengurangi *loading* katalis yang digunakan saat *coating*, hal ini dibuktikan oleh Srinivasan *et al.* yang melakukan pelapisan suatu film tipis 50 nm ke permukaan GDL untuk mengurangi *loading* katalis sampai sepersepuluhnya tanpa pengurangan kinerja dari sel bahan bakar tersebut. Metode *sputtering* juga dapat menghasilkan *coating* dengan tingkat keseragaman yang tinggi.

2.6.1 Prinsip Kerja *Sputtering*

Sputtering atau *Sputter Deposition* merupakan suatu proses di mana material untuk *coating* dikeluarkan / dilepaskan dari permukaannya melalui perubahan momentum [21]. Perubahan momentum dilakukan dengan membombardir permukaan dengan partikel berenergi tinggi. Partikel berenergi tinggi ini biasanya berupa ion positif dari gas berat yang inert atau reaktif terhadap material *coating* (biasanya gas Argon).

Ion positif dari gas berat adalah plasma, fasa keempat dari material. Material yang di *sputtering* dikeluarkan dari permukaannya dalam bentuk atom individu. Material yang akan di-*sputtering* adalah material yang akan di-*coating*, yang disebut sebagai target. Permukaan yang akan di-*coating* diletakkan di depan target. Proses perubahan fasa material *coating* secara mekanik bukan fisika atau kimia[22]. Secara keseluruhan proses *sputtering* pada chamber dapat diilustrasikan seperti pada Gambar 2. 7



Gambar 2. 7 Prinsip Kerja *Sputtering* [22]

Pada saat *sputtering* terjadi 4 proses utama yaitu [22] :

2.6.1.1 Pembentukan Plasma

Fenomena plasma pertama kali ditemukan oleh Sir William Crookes dari percobaan tegangan tinggi. Pada proses plasma, tekanan berhubungan dengan jumlah densitas partikel per meter kubik sesuai dengan persamaan gas sempurna[23].

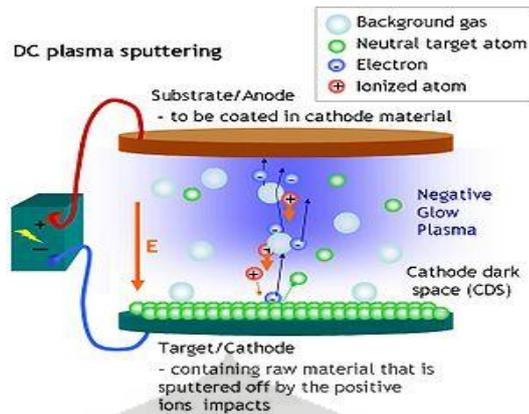
$$P = nkT \quad (2.18)$$

di mana : n = densitas partikel / cm^3

k = konstanta Boltzmann

T = temperatur.

Dengan berkurangnya tekanan di dalam chamber (vessel), jumlah densitas partikel secara proporsional akan berkurang sesuai dengan persamaan di atas. Proses untuk membuat chamber ini menjadi vakum dengan menggunakan pompa vakum untuk mencapai tekanan antara 10^{-6} - 10^{-10} Torr. Ilustrasi proses *sputtering* seperti pada gambar berikut ini.

Gambar 2. 8. Proses *Sputtering* [22]

Pada planar diode *sputtering* terdiri dari 2 piringan yang berhadapan yang disebut target dan substrat. Pada sistem ini variasi power (RF atau DC) yang disupply memungkinkan untuk pembentukan plasma. Pada sistem DC *sputtering* perbedaan potensial mencapai ratusan volts antara target dan substrat, perbedaan volts ini disebut dengan *electric field*, dengan persamaan :

$$E = \frac{V}{d} \quad (2.19)$$

Di mana : V : voltage, d : jarak antara target dan substrat

Sebuah electron bebas akan bergerak didaerah electric field. Elektron dan atom gas *sputtering* (Ar) akan bertumbukan sehingga terjadi ionisasi. Ion ini akan bergerak mengarah ke anode untuk menumbuk target. Untuk menjaga kestabilan plasma ada 4 proses penting yaitu : ionisasi, eksitasi, relaksasi, dan rekombinasi. Dikarenakna gas yang biasa digunakan untuk proses *sputtering* yaitu argon (Ar), secara umum elektron menyebabkan ionisasi seperti pada persamaan berikut:



Dari persamaan di atas dapat dilihat bahwa setiap elektron akan menghasilkan 2 elektron dan 1 ion (Ar^+). Proses ini dinamakan ionisasi. Proses yang kedua yaitu eksitasi, eksitasi adalah proses pergerakan elektron menuju ke energi yang lebih tinggi, di mana proses ini terjadi sangat singkat untuk rekombinasi dan pembentukan foton.

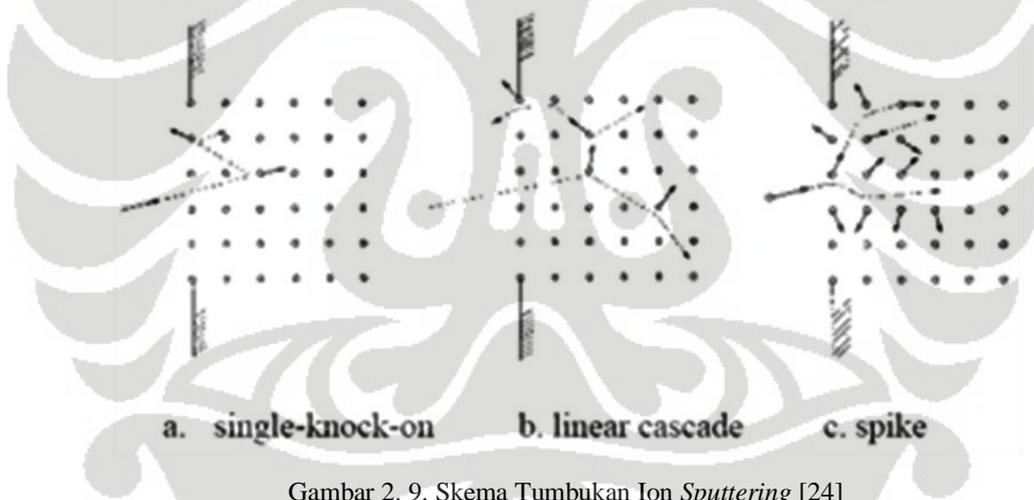


Pada tahap relaksasi terjadi jika elektron berpindah dari keadaan tereksitasi ke keadaan dasarnya. Pada proses ini fungsi dari plasma untuk membentuk glow

discharges. Fasa rekombinasi terjadi jika ion dan elektron dalam plasma di rekombinasi menjadi molekul netral.

2.6.1.2 Tumbukan Ion

Pada proses *sputtering* terjadi transfer momentum yang menyebabkan atom target terlepas. Peter Sigmund menyatakan bahwa pada energi kinetik yang rendah (subthreshold region), di mana $E = 0 - 50$ eV, ion ini tidak memiliki cukup energi untuk melepaskan atom target. Pada energi menengah (knock-on *sputtering* regime) di mana $E = 50 - 1000$ eV, ion menumbuk dan melepaskan atom target. Dan pada energi tinggi yaitu di mana $E = 1 - 50$ keV, tumbukan ion akan masuk hingga ke dalam target. Pada energi sangat tinggi, $E > 50$ keV, ion masuk lebih dalam dari pada sebelumnya sampai ke bulk target. Gambar di bawah ini mengilustrasikan skema dari tumbukan ion saat *sputtering*.



Gambar 2. 9. Skema Tumbukan Ion *Sputtering* [24]

Pada proses *sputtering* ion yang berada dekat tepi plasma akan bergerak melewati *electrical cathode sheath* menuju katode negatif, seperti pada Gambar 2. 7.

2.6.1.3 Transfer Atom

Mekasime perpindahan atom pada proses *sputtering* dipengaruhi tekanan *sputtering*. Sputtered atom bergerak dengan jarak antara katode dan anode (d) memiliki kemungkinan untuk bertumbukan dengan atom gas, dikenal dengan tumbukan cross section. Jarak rata – rata molekul gas dapat berjerak sebelum

Universitas Indonesia

bertumbukan dengan molekul gas lain disebut dengan “mean free path” (l), seperti pada persamaan berikut :

$$l = \frac{1}{\sqrt{2}\pi d^2 n} \quad (2.22)$$

Di mana :

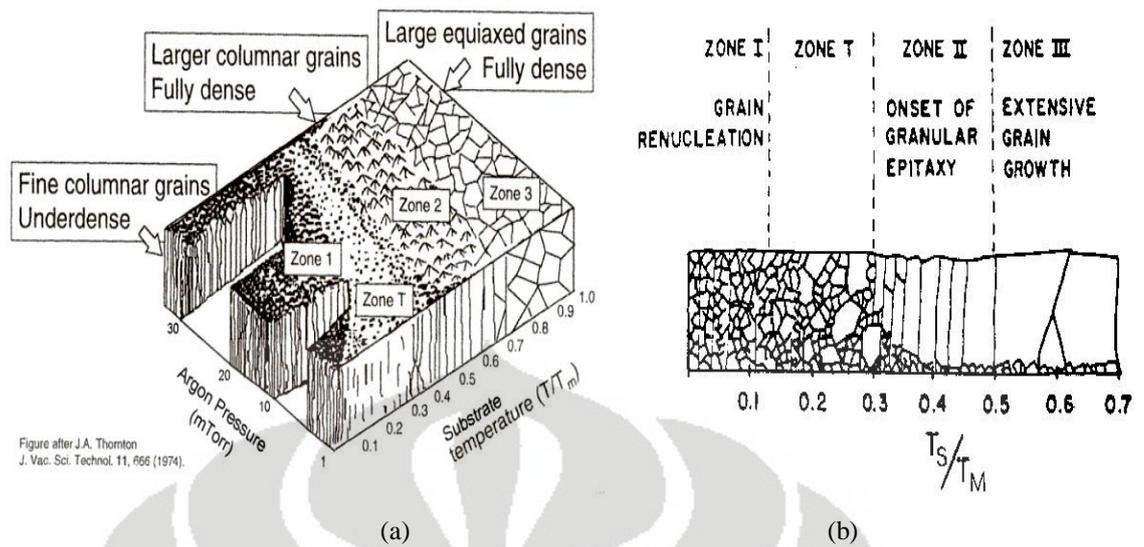
n = konsentrasi molekul (molekul/m³)

d = diameter molekul (m)

Pada tekanan *sputtering* 10^{-2} Torr, mean free path mencapai 5 mm [25]. Pada tekanan rendah sputtered partikel akan bertumbukan dan mencapai substrat dengan energi kinetiknya, besarnya energi ini akan mempengaruhi hasil *sputtering* pada substrat. Pada tekanan tinggi (mean free path yang pendek), sputtered atoms bertumbukan dengan gas atom dan terjadi transfer energi, sehingga akan mengurangi energi dari sputter atom dengan meningkatnya tekanan [26]

2.6.1.4 Pertumbuhan lapisan film

Proses pada lapisan tipis berawal dari sputter partikel yang mencapai permukaan substrat dan terjadi penyerapan secara fisika. Pada awalnya partikel ini suhunya tidak sama dengan substrat, sehingga partikel akan bergerak dan berinteraksi dengan spesies lain. Pergerakan atom mencapai substrat tergantung pada energi yang dimiliki atom serta suhu substrat. Pada penelitian yang dilakukan oleh Movchan dan Demchishin tentang pengaruh temperature dan tekanan terhadap struktur film, seperti pada Gambar 2. 10.



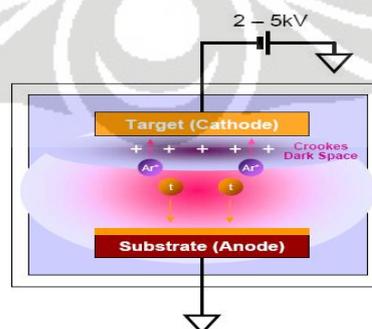
Gambar 2. 10. Pengaruh Temperature dan Tekanan *Sputtering* Terhadap Struktur Film, (a) Tampak Atas, (b) Tampak Samping [27]

2.6.2 Jenis Sistem *Sputtering*

Terdapat beberapa jenis sistem *sputtering* yang digunakan untuk menghasilkan lapisan tipis (thin layer). Walaupun sistem nya berbeda akan tetapi ada kesamaan mekanisme dalam membentuk lapisan tipis [22]. Jenis – jenis sistem *sputtering* sebagai berikut :

2.6.2.1 DC Diode *Sputtering*

Pada DC diode *sputtering*, posisi target dan substrat diletakkan sejajar. Di mana target berfungsi sebagai katode dan substrat sebagai anode. Skematik DC diode *sputtering* diilustrasikan seperti Gambar 2. 11



Gambar 2. 11 DC Diode *Sputtering* Sistem [22]

DC diode *sputtering* hanya digunakan untuk jenis target yang merupakan konduktor. Saat proses *sputtering* berlangsung terjadi satu daerah gelap (CrookesDark Space), seperti pada Gambar 2. 11. Daerah gelap ini dikarenakan pada katode elektron bergerak lebih cepat dibandingkan ion karena massanya yang lebih ringan. Selain itu pada daerah gelap ini terjadi :

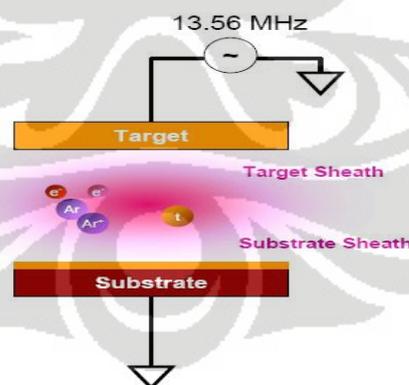
1. Ion positif terbentuk dekat katode, sehingga meningkatkan potensial plasma.
2. Terjadi lebih banyak ionisasi karena kemungkinan tumbukan dengan elektron berenergi tinggi lebih besar, sehingga lebih banyak ion Ar^+ yang menumbuk target.

Hal ini yang menyebabkan deposisi pada sistem DC akan lebih cepat.

2.6.2.2 RF Diode Sputtering

Secara umum sistem RF sama dengan sistem DC, yang membedakan hanya pada sumber listrik yang diberikan. Pada proses *sputtering* dengan daya RF menggunakan frekuensi yang tinggi (sekitar 13.56MHz) untuk mengionisasi Ar menjadi Ar^+ . Kelebihan dari sistem RF ini adalah dapat digunakan untuk target dari bahan dielektrik contohnya keramik, grafit. Skema RF diode *sputtering* dapat dilihat pada Gambar 2.

12

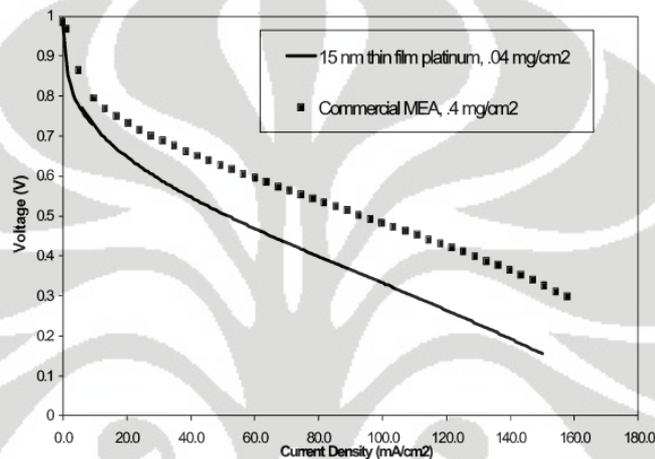


Gambar 2. 12 RF Diode *Sputtering* Sistem [22]

Dikarenakan menggunakan sumber RF, akan terjadi fenomena di mana potensial dari target akan berubah ubah, sehingga pada terbentuknya 2 daerah gelap (dark spaces) yaitu target sheath dan substrat sheath seperti pada Gambar 2. 12

2.6.3 Keunggulan Metode *Sputtering* pada PEMFC

Salah satu keunggulan metode *sputtering* adalah dapat mengurangi *loading* katalis sampai sepersepuluh kali *loading* katalis jika menggunakan metode *spay* saat *coating*. Dengan berkurangnya *loading* katalis ini hanya sedikit mengurangi kinerja dari *fuel cell* tersebut. [5] Hal ini dapat diperhatikan pada gambar di bawah ini.



Gambar 2. 13 Perbandingan *Loading* MEA Komersial dengan MEA Hasil *Sputtering* [5]

Dengan *loading* katalis yang 10 kali lebih rendah dengan metode *sputtering* dapat menghasilkan daya sekitar $300\text{mW}/\text{cm}^2$ dibandingkan dengan MEA komersial dengan *loading* $0.4\text{ mg}/\text{cm}^2$. Sehingga metode *sputtering* cukup baik untuk menghasilkan MEA dengan hasil *coating* yang lebih merata dan dengan *loading* katalis yang lebih sedikit.

2.7 Karakterisasi

Dalam penelitian ini digunakan karakterisasi XRD dan SEM untuk mengetahui struktur kristal dan morfologi hasil *sputtering* dan *coating* NCI pada GDL, dikarenakan dalam proses *sputtering* pengaruh kondisi operasi akan mempengaruhi pembentukan lapisan film.

2.7.1 Karakterisasi XDR (*X-Ray Diffraction*)

Tujuan dari karakterisasi XRD adalah untuk menganalisa struktur kristal Pt yang terbentuk dan pengaruhnya terhadap variabel penelitian. Prinsip kerja XRD adalah difraksi sinar X berdasarkan difraksi yang disebabkan oleh adanya hubungan fasa tertentu antara 2 gerakan gelombang atau lebih sehingga paduan gelombang tersebut saling menguatkan. Atom – atom dalam zat padat dapat menghamburkan sinar X. Ketika sinar X jatuh pada kristal maka akan terjadi hamburan ke segala arah. Hamburan sinar X bersifat koheren sehingga saling menguatkan atau saling melemahkan.

Menurut Bragg, di dalam kristal terdapat atom – atom yang dapat dipandang sebagai unsur yang dapat membentuk susunan bidang datar. Masing – masing bidang memiliki jarak karakteristik antara bidang – bidang komponennya. Dari hasil XRD dapat ditentukan ukuran kristal dengan persamaan Scherrer.

$$L = \frac{0,9 \lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (2.23)$$

di mana :

L = Ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X yang digunakan

β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi (rad)

θ = sudut puncak.

2.7.2 Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui struktur permukaan (morfologi), porositas, serta ketebalan suatu specimen. Prinsip dasar proses ini adalah dengan menembakkan electron ke permukaan specimen yang ingin dianalisis. Penembakan electron tersebut menghasilkan sinyal berupa transmisi electron yang akan memberikan kondisi gambar dari daerah specimen yang ditembakkan.

Bentuk transmisi electron tersebut ada menyebar sehingga mampu menghasilkan gambar yang terang, dan ada juga yang penyebarannya tidak elastic sehingga menghasilkan gambar yang gelap.

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

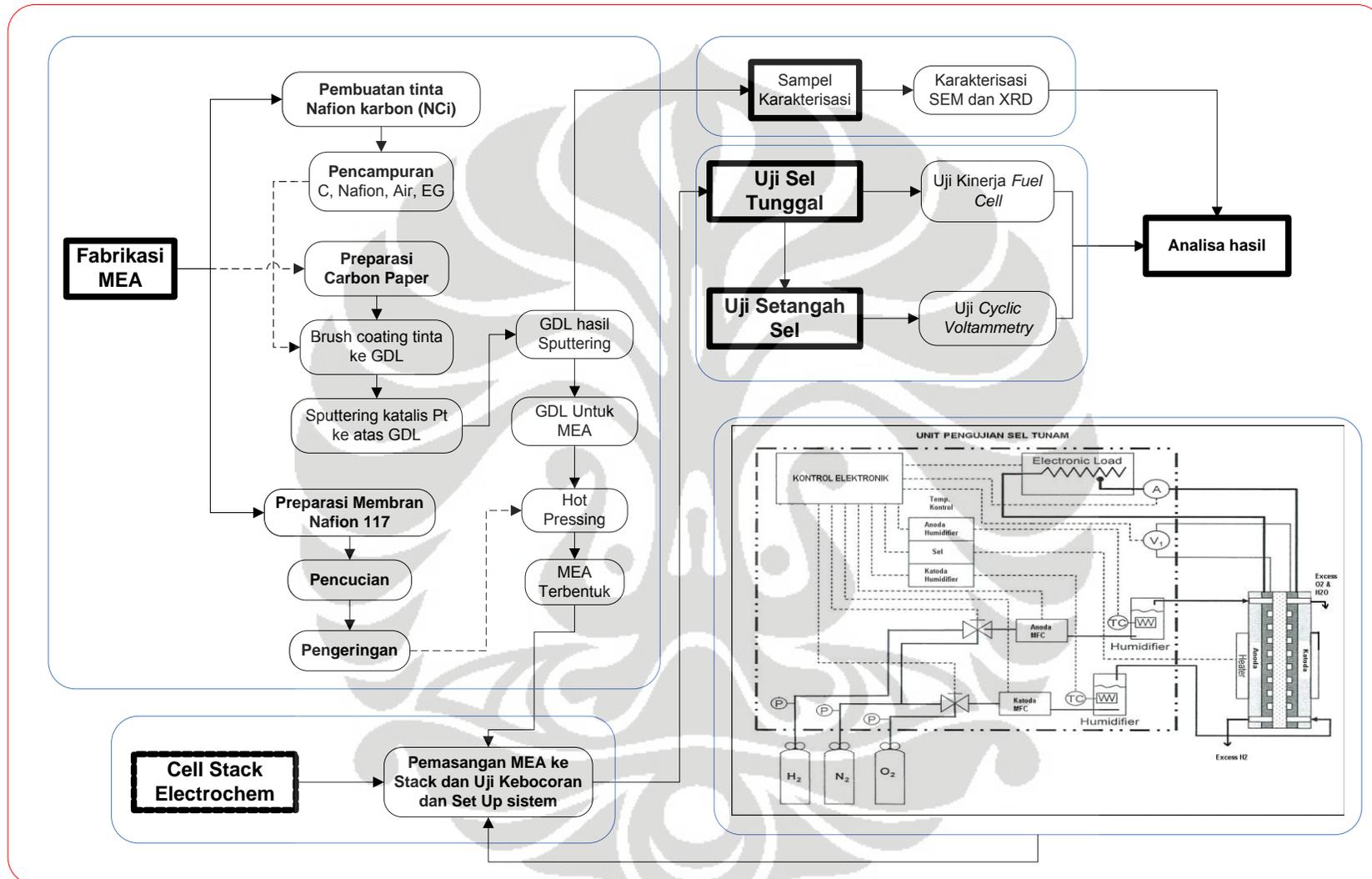
3.1 Rancangan Penelitian

Pada penelitian ini akan dianalisa tentang pengaruh kondisi operasi proses sputtering (daya RF, DC, dan tekanan sputtering) terhadap properties lapisan Pt yang terbentuk, luas aktif katalis, dan kinerja MEA.

Untuk tiap langkah pada tahap di atas, dilakukan fabrikasi dan pengujian MEA untuk *fuel cell*. Fabrikasi MEA sendiri terdiri dari beberapa tahap, yaitu pencucian membran, pembuatan tinta nafion karbon (NCi), *coating* tinta nafion karbon, *sputtering* katalis, serta *hot pressing*. Sedangkan pengujian MEA terdiri dari uji setengah sell dengan *Cyclic voltammetry* dan uji satu sel. Hasil *sputtering* akan di karakterisasi dengan SEM dan XDR..

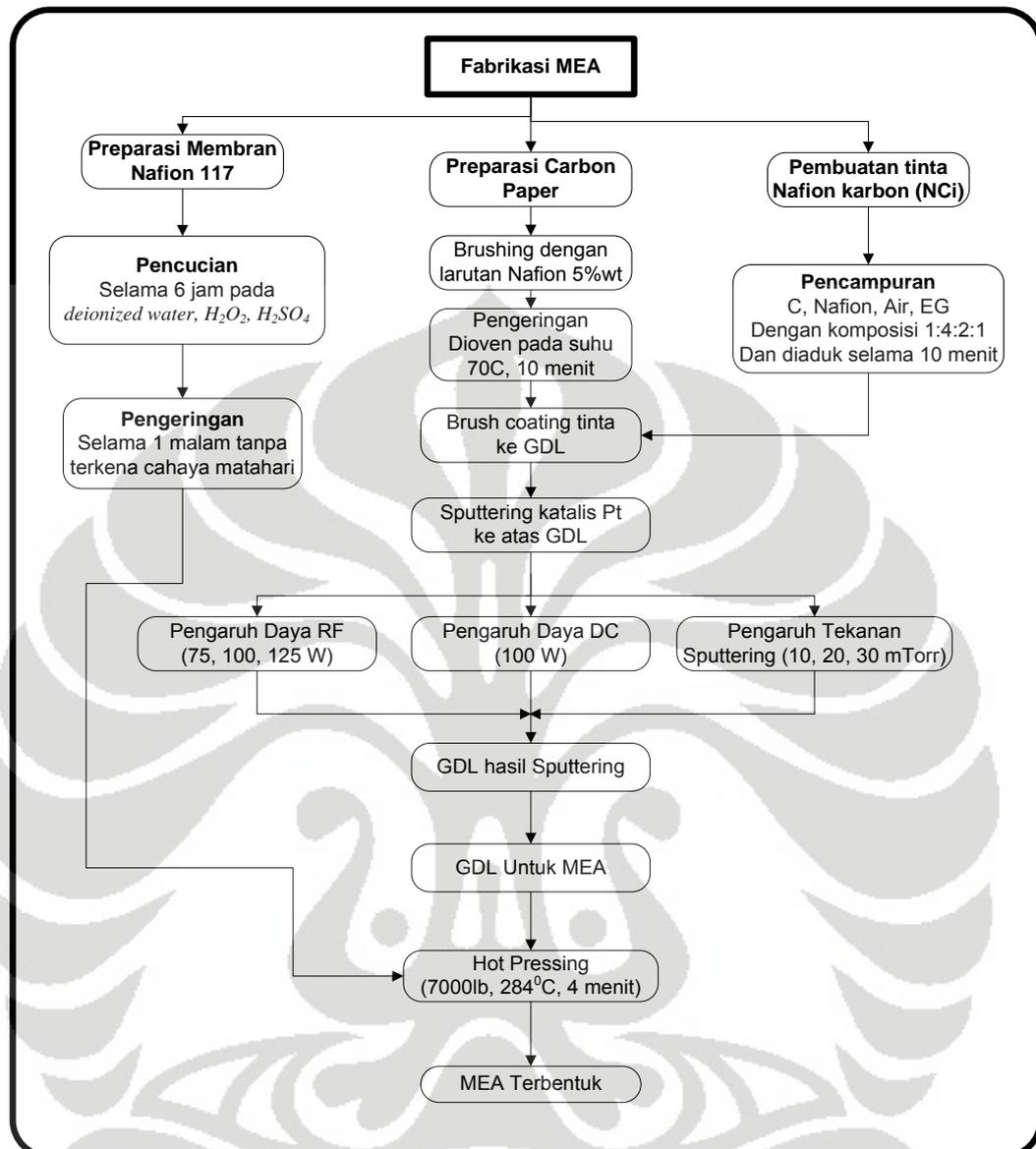
Fabrikasi MEA dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengemangan Teknologi Ketenagalistrikan dan Energi Baru Terbarukan (P3TKEBT) Departemen ESDM.

Ringkasan dari semua kegiatan yang akan dilakukan terangkum dalam Gambar 3. 1 dan prosedur fabrikasi MEA terangkum pada Gambar 3. 1



Gambar 3. 1. Diagram Alir Penelitian

Prosedur fabrikasi MEA dapat dilihat pada Gambar 3. 1 di bawah ini.



Gambar 3. 2 Prosedur Fabrikasi MEA

3.2 Variabel Penelitian

Pada penelitian ini yang menjadi variabel bebas adalah voltase RF dan DC serta tekanan *sputtering* pada proses *sputtering*. Matriks variabel penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 3. 1.

Tabel 3. 1 Matriks Variabel Penelitian

Jenis Daya		Tekanan <i>sputtering</i>		
RF (W)	DC (W)	10 mTorr	20 mTorr	30 mTorr
75				
100	100	RF 100W	RF 100W	RF 100W
125				

Pertama dilakukan variasi pada daya RF, dengan variasi 75, 100, dan 125 W, setelah itu dilakukan analisa morfologi dengan SEM, analisa kristalinitas dengan XRD dan uji kinerja, setelah didapatkan sampel yang memiliki kinerja yang paling optimal pada suatu nilai daya, lalu dilakukan fabrikasi MEA pada daya tersebut dengan arus DC. Pada langkah ini dilakukan pada tekanan *sputtering* 10 mTorr. Untuk selanjutnya dilakukan pada tekanan *sputtering* 20 dan 30 mTorr, sehingga didapatkan pengaruh tekanan dan daya. Pada penelitian ini ketebalan *sputtering* menggunakan hasil penelitian sebelumnya yaitu 40 nm (*loading* 0.085 mg/cm²)

Sampel akan diberikan kode sesuai dengan kondisi operasinya dengan tujuan untuk memudahkan pembedaan sampel, adapun kode tiap sampel dapat dilihat pada Tabel 3. 2

Tabel 3. 2 Kode Sampel dan Keterangan Kondisi Operasi

Kode Sampel	Keterangan kondisi operasi
MEA-75W RF	75 W daya RF, 10 mTorr
MEA-100W RF	100 W daya RF, 10 mTorr
MEA-125W RF	125 W daya RF, 10 mTorr
MEA-100W DC	100 W daya DC, 10 mTorr
MEA-20mTorr	100 W RF, 20 mTorr
MEA-30mTorr	100 W RF, 30 mTorr

3.3 Rincian Kegiatan Penelitian

Berikut rincian prosedur tiap tahap penelitian yang digambarkan pada Gambar 3. 2

3.3.1 Preparasi Membran

Alat dan bahan

1. *Beaker glass*
2. *Cutter*
3. Penjepit dan statif
4. *Hot Plate*
5. Membran nafion (DuPont Nafion PFSA *Membranes*) 117
6. Hidrogen peroksida 3% (Merck)
7. Asam sulfat 3% (Merck)
8. *Deionized water* (DI)

Prosedur

1. Memanaskan 500 ml hidrogen peroksida, 500 ml asam sulfat, dan 4 × 500ml *deionized water* masing-masing dalam *beaker glass* sampai bersuhu 80°C - 90°C. Jaga agar suhu tetap.
2. Memotong membran sesuai ukuran yang diinginkan dengan melebihkan 15%. Jangan sentuh bagian tengah membran.
3. Merendam membran dalam *deionized water* pertama selama satu jam. Untuk semua perendaman, pastikan membran tidak menempel ke bagian dinding *beaker glass*.
4. Memindahkan membran secara hati-hati menggunakan penjepit ke dalam *beaker glass* berisi hidrogen peroksida. Rendam selama satu jam.
5. Mengulangi prosedur 3 dan 4 dengan urutan selanjutnya: asam sulfat, *deionized water* ke dua, *deionized water* ke tiga, dan *deionized water* ke empat.
6. Mengangkat membran dari bilasan terakhir dan meletakkannya di alas kaca. Simpan di tempat yang terlindung dari debu tetapi memungkinkan membran untuk kering.
7. Membiarkan membran kering selama satu malam.



Gambar 3. 3. Proses Pencucian Membran Nafion

3.3.2 Pembuatan Tinta Katalis atau Nafion Karbon

Alat dan bahan

1. Timbangan digital
2. *Magnetic stirrer*
3. Cawan petri
4. *Beaker glass*
5. Spatula
6. *Carbon powder*
(*Carbon Vulcan XC-72R*)
7. Larutan Nafion 5% wt
8. *Deionzed water*

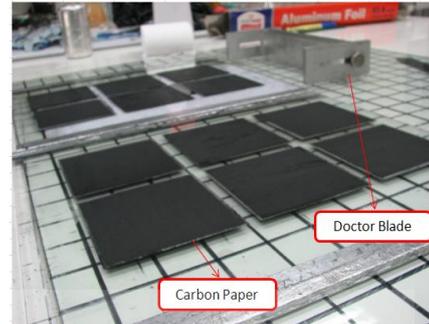
Prosedur

1. Menghitung kebutuhan katalis untuk tinta katalis atau *carbon powder* untuk tinta nafion karbon, larutan nafion 5%, dan *deionized water* berdasarkan *loading*.
2. Mencampurkan semua bahan dalam beker glass 50 ml dengan urutan katalis-air-larutan nafion, dan menutupi beaker glass dengan plastik laminating agar nafion tidak habis menguap.
3. Mengaduk campuran di atas menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit.
4. Menyimpan tinta yang telah siap digunakan

3.3.3 Brush Coating Tinta ke GDL

Alat dan bahan

1. *Cutter*
2. Kuas kecil
3. *Doctor blade*
4. Oven atau *furnace*
5. *Carbon paper*
6. Tinta katalis atau nafion



Gambar 3. 4 *Carbon Paper* yang Telah Di Coating NCI

Prosedur :

1. Memotong *carbon paper* sesuai ukuran yang dibutuhkan dengan melebihkan 0.5 cm di setiap sisinya.
2. Untuk PEMFC, menguaskan emulsi nafion pada GDL menggunakan kuas kecil kemudian mengeringkannya dalam oven selama 5 menit.
3. Menguaskan tinta pada GDL yang telah kering.
4. Meratakan kuasan tinta menggunakan *doctor blade* yang telah diset ketinggiannya.
5. Mengeringkan elektroda di dalam oven dengan suhu 70°C selama satu jam.
6. Menyimpan elektroda di tempat yang bebas debu.

3.3.4 Sputtering Katalis

Alat dan bahan

1. *Sputtering apparatus* Anatech[®] Hummer[®]
2. GDL atau membran yang telah dipreparasi
3. Gas argon



Gambar 3. 5 Peralatan *Sputtering* Anatech® Hummer®

Prosedur

1. Meletakkan elektroda di dasar *sputtering chamber* dan menutup chamber dengan rapat.
2. Menyalakan *vacuum pump*.
3. Membuka aliran gas argon setelah tekanan mencapai 10 mTorr.
4. Melakukan prosedur *precleaning*, yaitu dengan menyalakan plasma RF selama 2 menit.
5. Mengatur semua parameter *sputtering*, meliputi daya dan ketebalan katalis yang diinginkan.
6. Menyalakan *plasma gun*, dan membiarkan proses berlangsung sampai ketebalan tercapai.
7. Setelah proses selesai, berturut-turut matikan saklar *plasma gun*, *switch DC/RF*, pompa vakum, dan aliran gas.
8. Menunggu sampai tekanan *chamber* mencapai kondisi atmosferik.
9. Membuka *chamber* dan mengambil *substrat* yang telah ter-*coating*.

3.3.5 Karakterisasi

Tahap ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perubahan parameter *sputtering* terhadap morfologi dan kristalinitas dari hasil *sputtering*. Analisa yang dilakukan yaitu:

3.3.5.1 SEM

Analisa SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari elektroda hasil *sputtering*, perbesaran SEM yang digunakan mencapai 100.000 kali. Analisa SEM dilakukan dengan alat JEOL JSM-6390A di Departemen Metalurgi LIPI Serpong.

3.3.5.2 XRD

XRD bertujuan untuk melihat pengaruh variabel penelitian terhadap kristalinitas hasil *sputtering*. Analisa XRD dilakukan di Departemen Metalurgi FT UI.

3.3.6 Hot Pressing

Alat dan bahan

1. Alat *hot press*
2. Elektroda
3. Membran nafion yang telah dipreparasi



Gambar 3. 6 Alat *Hot Press* CARVER

Prosedur

1. Menyusun membran serta elektroda anoda dan katoda dengan susunan elektroda anoda-membran-elektroda katoda.
2. Menekan lapisan MEA pada 7000 lb dan pemanasan pada suhu 120°C selama 4 menit.
3. Mendinginkan MEA setelah di-*hot press* dan MEA siap digunakan.

3.3.7 Set up Sistem dan Uji Kinerja Fuel Cell (Uji Satu Sel)

Alat dan bahan

1. *Cell stack Fuel Cell* (Electrochem)
2. MEA yang telah difabrikasi
3. Kunci pas
4. *DC Electronic load*
5. Air sabun
6. Kuas kecil
7. Udara tekan, gas H₂, O₂, dan N₂

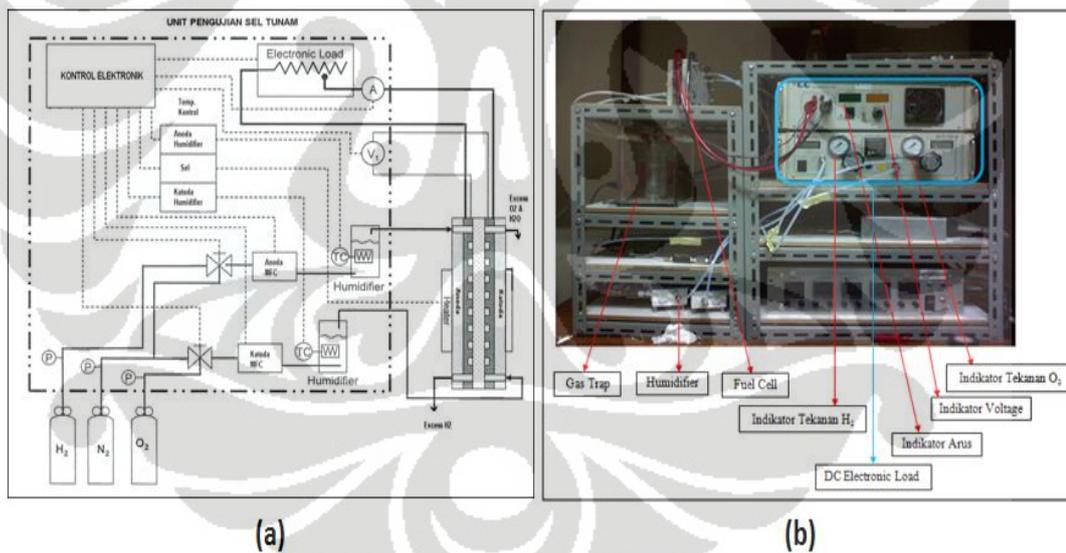
Prosedur

1. Merangkai seluruh sistem *fuel cell*.
2. Melakukan tes kebocoran unit dan sistem *fuel cell* dengan cara mengalirkan N₂.
3. Menguaskan air sabun di setiap celah pada sambungan antara pelat bipolar serta pada tiap sambungan antar peralatan pada sistem.
4. Jika terjadi gelembung sabun, maka menandakan adanya kebocoran pada sistem.
5. Setelah kebocoran tidak terjadi, alirkan bahan bakar pada anoda dan oksigen atau udara tekan pada katoda.
6. Menjalankan *fuel cell* selama 6 jam.
7. Mengambil data volt dan arus menggunakan *DC electronic load*.



Gambar 3. 7 Komponen PEMFC

Skema pengujian kinerja fuel cell yang tunjukkan pada Gambar 3. 8



Gambar 3. 8. (a) Skema Pengujian PEMFC [18], (b) Foto Fuel cell dan Sistem Pengujian

3.3.8 Set up Sistem dan *Cyclic voltammetry* (Uji Setengah Sel)

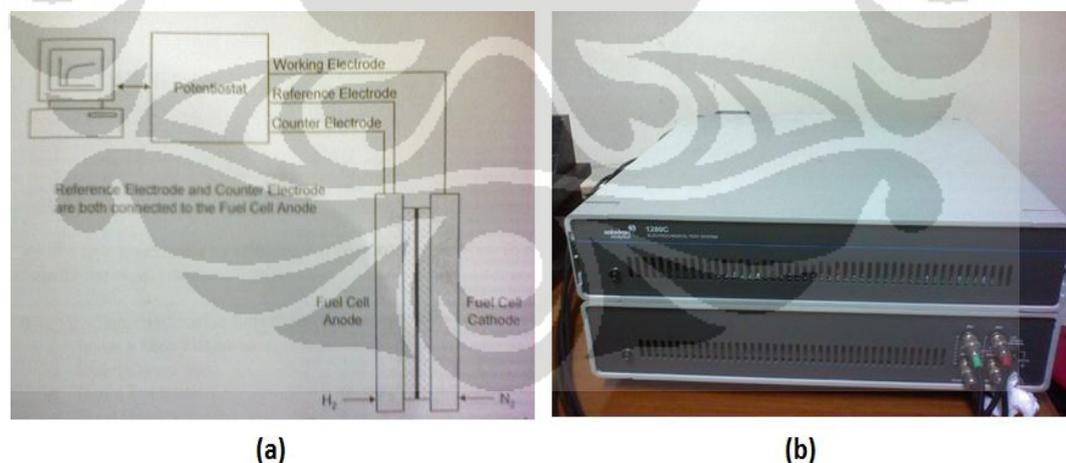
Alat dan bahan

1. *Fuel Cell*
2. Kabel penghubung
3. Potensiostat (Solatron 1280C)
4. Udara tekan, gas H₂ dan N₂

Prosedur

1. Mengalirkan gas N₂ pada kedua elektroda selama 30 menit agar sisa reaktan terbuang dari sel.
2. Setelah 30 menit alirkan N₂ ke sisi katoda sebagai working electrode dan H₂ ke sisi anode sebagai counter electrode.
3. Sambungkan anode ke katode agar terjadi short circuit untuk memastikan semua oksigen yang tersisa di katode habis.
4. Melepaskan semua sambungan dari DC *electronic load*.
5. Menyalakan program CorrWare dan CorrView, dan mengambil data *Cyclic voltammetry*.

Skema pengujian *cyclic voltammetry* seperti pada Gambar 3. 9



Gambar 3. 9 (a) Unit Pengujian *Cyclic voltammetry* (CV) [18], (b) Foto Alat Potensiostat Solatron

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Kecepatan Deposisi Pt dan Analisis Permukaan

Kecepatan deposisi berhubungan dengan *sputtering* yield (S), di mana *sputtering* yield ini dipengaruhi oleh jenis material target, ion energi, dan sudut tembakan ion [22]. Pada penelitian ini material target sama sepanjang penelitian yaitu Pt, dan sudut tembakan ion sama pada 90°. Sedangkan variabel yang divariasikan yaitu ion energi yang berhubungan dengan parameter *sputtering* (daya dan tekanan *sputtering*).

Pada penelitian ini divariasikan daya dan tekanan *sputtering*, pertama dilakukan variasi terhadap daya RF pada 75, 100, dan 125 W dengan tekanan *sputtering* 10 mTorr, dengan tujuan untuk mendapatkan pengaruh variasi daya RF. Kedua, daya DC 100 W pada 10 mTorr, bertujuan untuk mendapatkan pengaruh daya DC dibandingkan dengan daya RF pada daya 100 W. Dan yang ketiga dilakukan variasi tekanan *sputtering* pada 20 dan 30 mTorr dengan daya RF 100 W, bertujuan untuk mendapatkan pengaruh tekanan *sputtering*.

Hasil kecepatan deposisi *sputtering* dari variabel di atas dapat dilihat pada

Tabel 4. 1 di bawah ini :

Tabel 4. 1 Variasi Daya dan Tekanan *Sputtering* terhadap kecepatan deposisi

Pressure (mTorr)	Power (W)	Waktu	Kecepatan deposisi (Å / det)	Loading Katalis (mg/cm ² .det)
10	RF 75	14 menit 15 detik	0,5	0,00011
10	RF 100	8 menit 20 detik	0,8	0,00017
10	RF 125	6 menit 40 detik	1	0,00021
10	DC 100	2 menit 35 detik	2,5	0,00054
20	100 20mtorr	11 menit 10 detik	0,6	0,00013
30	100 30mTorr	16 menit 40 detik	0,4	0,00009

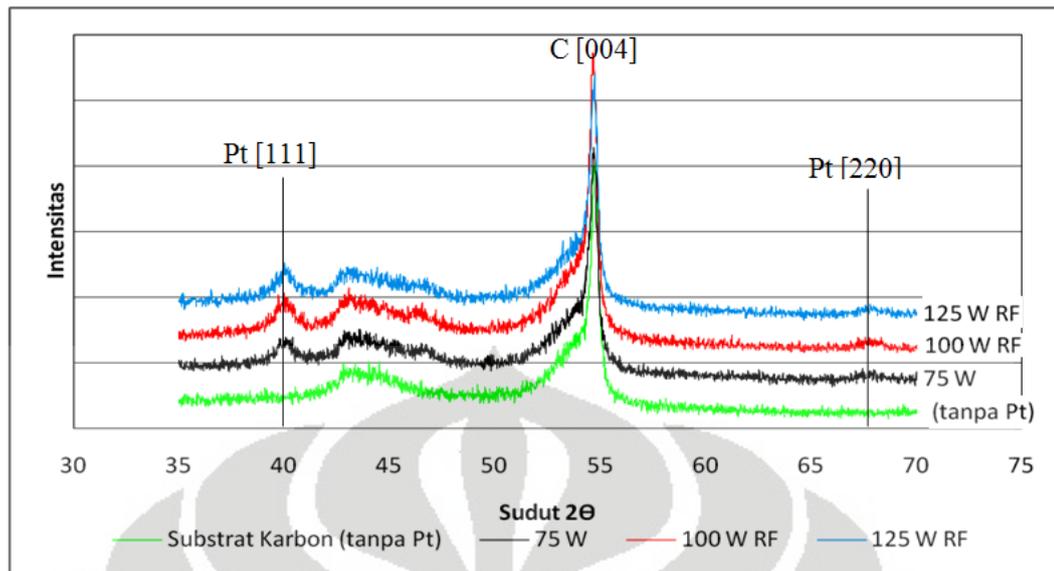
Perbedaan kecepatan deposisi serta pengaruhnya terhadap permukaan lapisan film akan dijelaskan pada sub bab di bawah ini :

4.1.1 Pengaruh daya RF

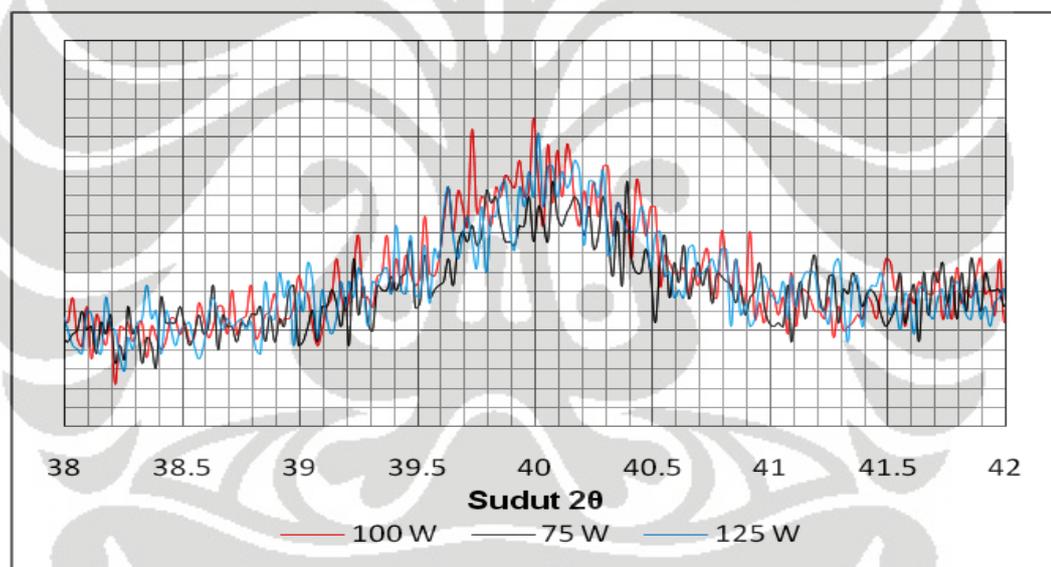
Pada proses *sputtering* dengan daya RF menggunakan frekuensi yang tinggi (sekitar 13,56MHz) untuk mengionisasi Ar menjadi Ar^+ . Pada penelitian ini digunakan 3 variasi daya RF yaitu 75, 100, dan 125 W dengan tekanan *sputtering* pada 10mTorr dan *loading* Pt 0,4 kÅ (0,0085 mg Pt/cm²).

Kecepatan deposisi *sputtering* Pt akan naik seiring dengan naiknya daya RF. Pada daya 75 W - 125 W, kecepatan deposisi naik dari 0,5 Å / det - 1 Å / det. Fenomena ini sama seperti pada penelitian Kawamura et al [29] yang menyatakan bahwa kecepatan deposisi meningkat dari 25 mencapai 41 nm/menit dengan meningkatnya daya RF dari 20 W sampai 40 W. Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya daya maka akan meningkatkan densitas plasma, yang akan meningkatkan energi ion Ar^+ untuk menumbuk target Pt sehingga *sputtering yield* naik dan kecepatan deposisi *sputtering* Pt akan naik.

Dengan perbedaan ion energi yang menumbuk target akan mempengaruhi transfer energi antar atom yang akan berakibat pada pertumbuhan lapisan film yang akan terjadi dan jenis kristal yang terbentuk. Oleh karena itu dibutuhkan karakterisasi permukaan lapisan film hasil *sputtering*, salah satunya dengan karakterisasi X-ray Diffraction (XRD). Pada Gambar 4. 1 menggambarkan spektra XRD dengan variasi daya RF yaitu 75, 100, dan 125 W dibandingkan dengan spektra XRD substrat (tanpa Pt) yang merupakan GDL MEA.



Gambar 4. 1. Susunan Spektra XRD Pada Pengaruh Daya RF



Gambar 4. 2 Perbesaran Puncak Pt [111] Pengaruh Daya RF

Dari Gambar 4. 1 dapat dilihat bahwa terdapat 2 puncak yang dominan yaitu Pt [111], C [004]. Dan satu puncak yang tidak dominan yaitu Pt [200]. Pada hasil XRD ini terdeteksi kristal karbon yang cukup dominan dikarenakan Pt berada di atas GDL yang tersusun oleh karbon. Karbon yang digunakan untuk pelapisan GDL ini adalah jenis *Carbon Vulcan XC72*. Berdasarkan hasil XRD di atas karbon ini memiliki sifat yang baik untuk dijadikan *support* katalis

dikarenakan karbon ini dalam bentuk kristal sehingga memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan karbon yang dalam bentuk amorf. Untuk membedakan terbentuknya puncak Pt pada hasil XRD digunakan substrat (GDL) sebagai pembanding yang digambarkan dengan garis warna hijau.

Untuk variasi daya RF didapatkan puncak Pt [111] dan Pt [220], puncak Pt [111] lebih tinggi dibandingkan dengan Pt [220], dikarenakan puncak Pt [111] lebih mudah terbentuk dibandingkan puncak [111]. Berdasarkan hasil XRD puncak Pt [111] memiliki intensitas yang paling tinggi dibandingkan puncak Pt [220], untuk lebih lengkapnya dapat dilihat pada hasil XRD pada lampiran 6.

Terlihat pada Gambar 4. 2, yang merupakan perbesaran pada puncak Pt [111], walaupun perbedaan intensitas tidak signifikan, pada puncak Pt [111] intensitasnya naik dengan naiknya daya dari 75 W sampai 100 W dan ukuran kristal Pt [111] pada 75 dan 100 W sebesar 9.29 dan 9.96 nm. Pada daya 125 W intensitas puncak Pt [111] menurun dengan ukuran kristal Pt [111] sebesar 14.42 nm, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4. 2.

Tabel 4. 2. Pengaruh Daya RF pada Ukuran Kristal

Kode MEA	Sudut (2θ)	d-value (\AA)	β	β (rad)	Ukuran Kristal (nm)
MEA-75W RF	40,010	2,2516	0,900	0,015708	9,29
MEA-100W RF	40,260	2,2382	0,840	0,014661	9,96
MEA-125W RF	40,070	2,2484	0,580	0,010123	14,42

Naiknya intensitas Pt [111] pada 75 dan 100 W dikarenakan dengan naiknya daya maka akan meningkatkan jumlah dan energi ion Ar^+ untuk menumbuk target yang mengakibatkan kecepatan deposisi semakin tinggi, naiknya energi kinetik *sputter* partikel serta meningkatkan *Mean Free Path* (MFP). Sehingga atom Pt menumbuk substrat dengan energi yang lebih tinggi dan kemungkinan untuk terjadinya loncatan partikel dan pengaturan kembali atom – atom di substrat menjadi lebih besar. Hal ini berlaku pada daya 75 sampai 100 W.

Pada daya 125 W, intensitas menurun hal ini dikarenakan dengan energi yang lebih tinggi kemungkinan tumbukan *sputter* partikel membentuk kristal lain

dan merusak lapisan film yang telah terbentuk, sehingga didapatkan intensitas yang lebih rendah dan terbentuknya kristal Pt [220].

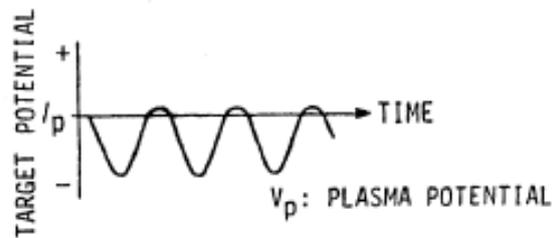
Ukuran kristal Pt [111] naik dengan naiknya daya dikarenakan energi semakin besar sehingga partikel yang dilepaskan juga akan semakin besar ukuran kristalnya. Huang [30] menyatakan bahwa ukuran kristal hasil *sputtering* akan naik dengan naiknya daya akan tetapi jika *sputtering* dilanjutkan dengan daya yang lebih besar akan mengakibatkan kerusakan pada kristal hasil *sputtering*. Kim [19] menyatakan hal yang sama untuk *sputtering* ZnO pada substrat Si, ukuran kristal ZnO naik dengan naiknya daya *sputtering* RF dan struktur film akan rusak jika daya lebih tinggi.

Pengaruh naiknya daya RF pada proses *sputtering* akan menyebabkan kecepatan deposisi Pt semakin tinggi dan ukuran kristal Pt yang terdeposisi juga semakin besar. Intensitas Pt [111] naik dari daya 75 sampai 100 W, dan terbentuk kristal Pt [220]. Pada 125 W, intensitas puncak Pt [111] menurun dan intensitas puncak Pt [220] naik, dikarenakan terjadinya pengaturan kembali atom – atom dan tumbukan antara *sputter* partikel yang berenergi tinggi.

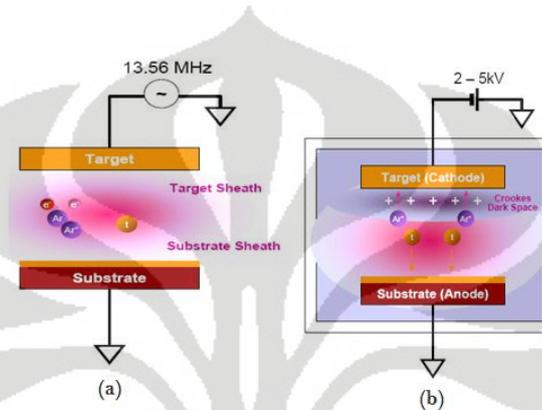
4.1.2 Pengaruh daya RF dan DC

Pada proses *sputtering* untuk mendeposisikan Pt di atas substrat dapat dilakukan dengan daya RF (*Radio Frequence*) dan DC. Secara teori daya RF dan DC memiliki perbedaan pada proses pembentukan plasma seperti yang telah dijelaskan pada bagian 4.1.2 di atas. Pada penelitian ini proses *sputtering* menggunakan daya RF dan DC pada power yang sama yaitu 100W, tekanan *sputtering* 10 mTorr, dengan *loading* katalis $0,085\text{mg/cm}^2$ ($0,4\text{kÅ}$)

Untuk variasi ini akan memberikan kecepatan deposisi yang sangat berbeda, di mana pada daya DC lebih cepat dibandingkan daya RF. Hal ini dikarenakan pada sistem RF terjadi perubahan potensial pada target *sputtering* secara kontinyu yang diilustrasikan seperti pada Gambar 4. 3. Potensial target yang berubah – ubah ini mengakibatkan terbentuknya 2 daerah gelap (*dark spaces*) yaitu target sheath dan substrat sheath seperti pada Gambar 4. 4 (a).



Gambar 4. 3. Perubahan Potensial Target pada sistem sputtering RF [22]



Gambar 4. 4. Sistem *Sputtering* (a) Daya RF, (b) Daya DC [22]

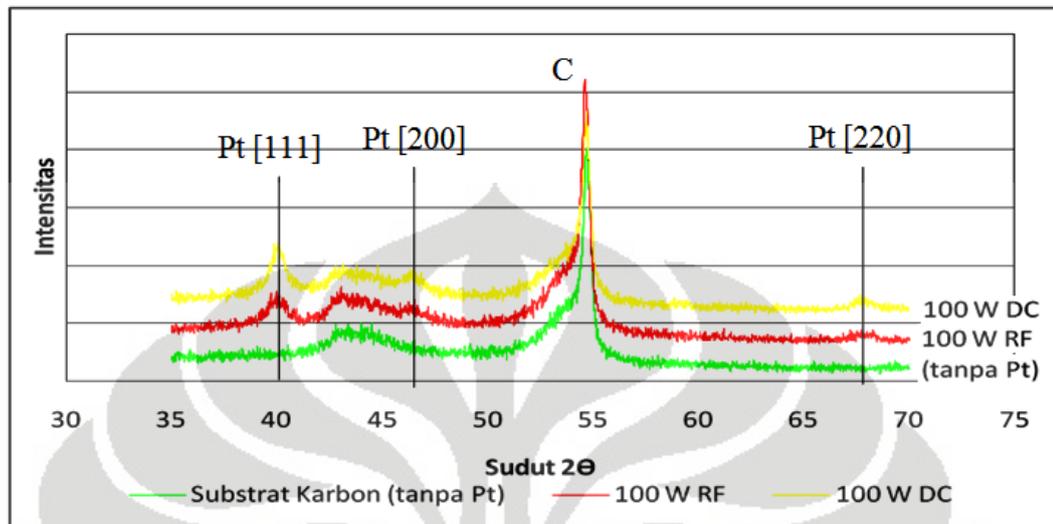
Sedangkan pada daya DC tidak terjadi perubahan potensial target seperti pada daya RF, maka hanya terbentuk satu daerah gelap (Crookes Dark Space) seperti pada Gambar 4. 4 (b). Dengan hanya satu daerah gelap menyebabkan hal – hal berikut ini :

1. Ion positif terbentuk dekat katode, sehingga meningkatkan potensial plasma.
2. Terjadi lebih banyak ionisasi karena kemungkinan tumbukan dengan elektron berenergi tinggi lebih besar, sehingga lebih banyak ion Ar^+ yang menumbuk target.

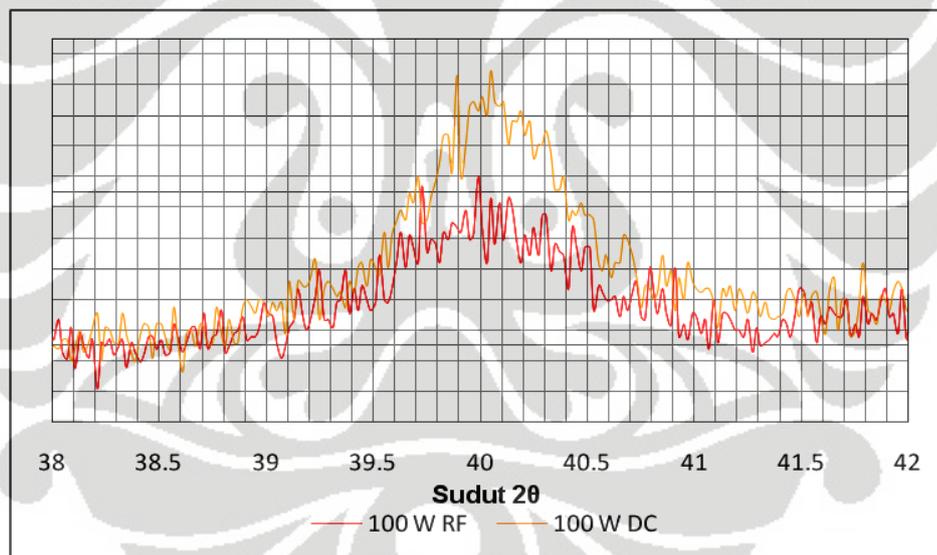
Sehingga kecepatan deposisi pada sistem *sputtering* DC menjadi lebih cepat dari pada sistem RF. Pada gambar 4.4 hanya sebagai ilustrasi yang menggambarkan perbedaan sistem RF dan DC yang di ambil dari referensi [22] dikarenakan pada proses yang sebenarnya tidak dapat dilihat perbedaan pada daerah glow discharge seperti pada gambar 4.4.

Perbedaan karakter plasma yang terjadi pada sistem DC dan RF mempengaruhi kristalinitas hasil *sputtering*. Struktur kristal Pt berbentuk kubik

(Face-centered cubic). Hasil XRD kristal Pt dapat dilihat pada gambar Gambar 4. 5 di bawah ini



Gambar 4. 5 Pengaruh Daya RF Dan DC Terhadap Susunan Spektra XRD



Gambar 4. 6 Perbesaran Puncak Pt [111] Daya RF dan DC

Gambar 4. 5 merupakan hasil XDR untuk daya RF dan DC pada 100W, 10mTorr, dari hasil XRD di atas dapat dilihat bahwa pada daya DC terbentuk puncak Pt [111], Pt [200], Pt [220] yang lebih tinggi dibandingkan daya RF.

Pada Gambar 4. 6 dapat dilihat bahwa perbedaan puncak Pt [111] pada RF dan DC cukup besar. Hal ini disebabkan karena pada sistem *sputtering* DC

memiliki energi ion yang lebih besar dibandingkan pada sistem *sputtering* RF, sehingga *sputter* atom akan memiliki *mean free path* yang lebih pendek dan memiliki energi kinetik yang lebih besar ketika mencapai substrat dibandingkan pada sistem RF. Dengan energi ini kemungkinan atom untuk melakukan pengaturan kembali kristal atom semakin besar seperti yang dijelaskan pada pengaruh daya RF. Sehingga pada daya DC kemungkinan untuk terbentuknya susunan kristal Pt yang berbeda dibanding dengan daya RF. Selain itu pada sistem *sputtering* RF kemungkinan untuk terjadinya proses *resputtering* (proses *sputtering* pada substrat) lebih besar dibandingkan pada daya DC, hal ini dikarenakan terbentuknya dua daerah gelap pada sistem RF di mana daerah gelap diatas substrat terbentuk ion Ar^+ yang dapat melakukan proses *sputtering* pada substrat sehingga mengganggu pertumbuhan lapisan film Pt di atas substart dan didapatkan intensitas puncak Pt pada RF yang lebih rendah dibandingkan DC.

Tabel 4. 3. Ukuran Kristal Pt [111] pada Daya RF dan DC

Kode MEA	Sudut (2 θ)	d-value (\AA)	β	β (rad)	Ukuran Kristal (nm)
MEA-100W RF	40,260	2,2382	0,840	0,014661	9,96
MEA-100W DC	40,010	2,2516	0,630	0,010996	13,27

Pada Tabel 4. 3 dapat dilihat ukuran kristal Pt pada daya RF 9,96 dan daya DC 13,27 nm. Hal ini dikarenakan perbedaan energi ion dan daerah gelap yang terbentuk. Pada daya DC, energi ion lebih tinggi dan daerah gelap terbentuk hanya dibawah target menyebabkan energi untuk menumbuk target tinggi dan tumbukan berlangsung cepat sehingga kristal Pt yang dihasilkan lebih besar ukurannya, tingginya energi ion yang menumbuk target Pt dapat dilihat dari kecepatan deposisi yang lebih tinggi.

Pengaruh daya DC dibandingkan dengan daya RF akan menghasilkan kecepatan deposisi 3 kali lebih tinggi. Berdasarkan hasil XRD pada daya DC intensitas puncak Pt [111], [200], dan [220] lebih tinggi dibandingkan daya RF dikarenakan energi ion yang lebih tinggi pada daya DC. Dengan energi yang tinggi dan posisi daerah gelap yang berbeda menyebabkan ukuran kristal Pt pada daya DC lebih besar dibandingkan pada daya RF.

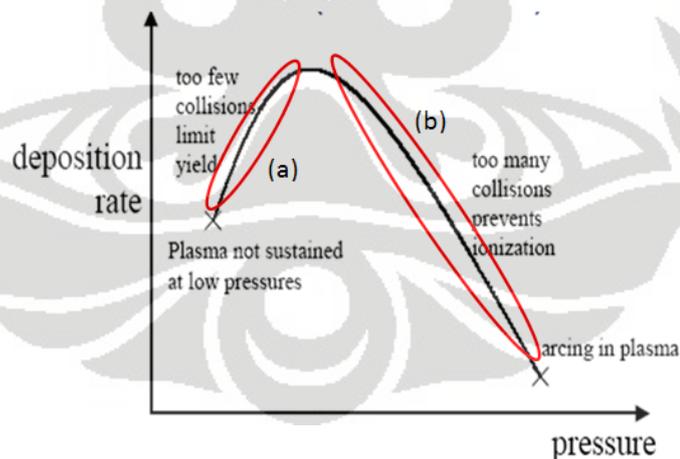
4.1.3 Pengaruh Tekanan *Sputtering*

Salah satu parameter proses pada *sputtering* yaitu tekanan *sputtering*, seperti yang telah dijelaskan pada sub bab 4.2.3 bahwa, tekanan *sputtering* berpengaruh pada kecepatan deposisi Pt. Pada penelitian ini tekanan *sputtering* divariasikan pada 10, 20 dan 30 mTorr dengan daya RF 100 W dan *loading* katalis (Pt) 0,085 mg/cm² (0,4 kÅ).

Dari variasi tekanan didapatkan kecepatan deposisi akan menurun seiring dengan kenaikan tekanan, hal ini dikarenakan dengan naiknya tekanan, energi untuk bertumbukan dengan spesies lain berkurang sehingga energi kinetik yang dihasilkan menjadi semakin kecil yang menyebabkan berkurangnya mean free path (MFP) ion Ar⁺ sesuai dengan persamaan (4.1). Dengan energi kinetik yang kecil maka transfer energi saat bertumbukan dengan target berkurang sehingga kecepatan deposisi berkurang.

$$\lambda \sim \frac{5 \times 10^{-3}}{P \text{ (torr)}} \text{ (cm)} \quad (4.1)$$

Hubungan kecepatan deposisi dengan tekanan *sputtering* seperti pada Gambar 4. 7 dibawah ini

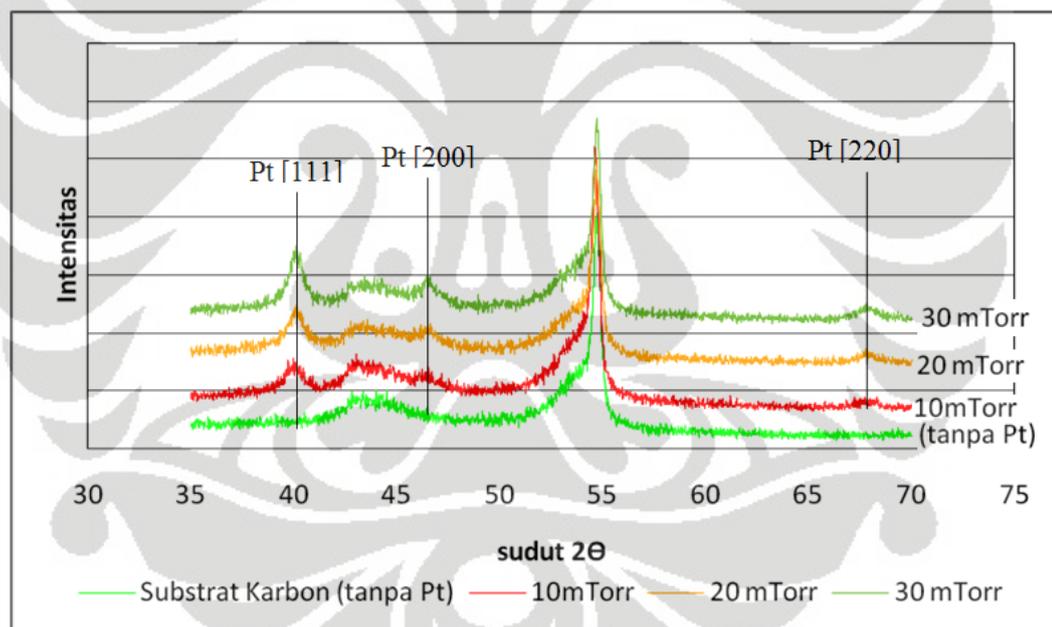


Gambar 4. 7. Pengaruh Tekanan Pada Kecepatan Deposisi [21]

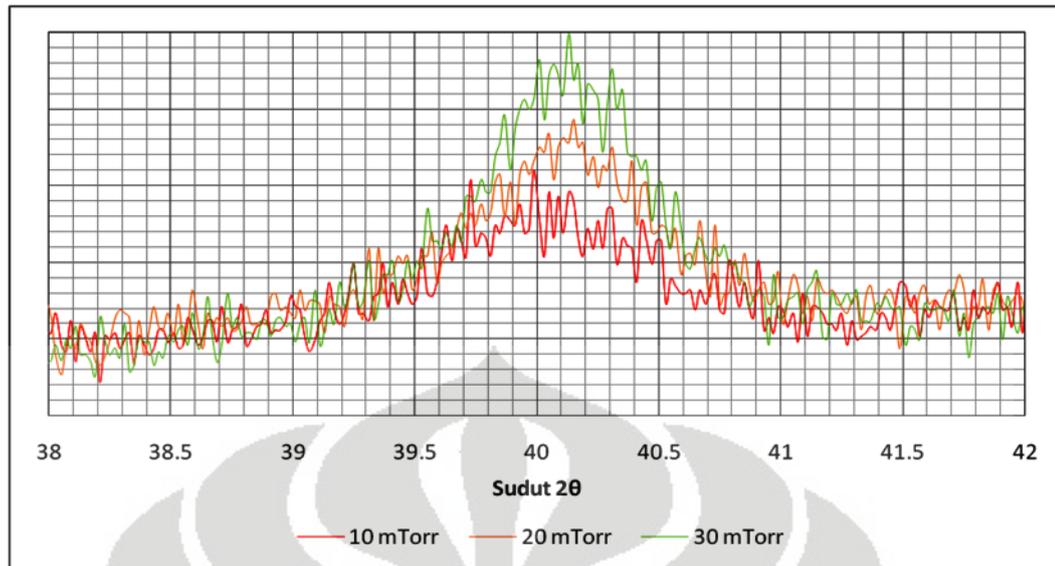
Gambar 4. 7 menjelaskan bahwa pada tekanan sangat rendah terjadi proses *sputtering* akan tetapi proses ini tidak berlanjut dikarenakan pada tekanan sangat rendah tidak terbentuk plasma yang stabil sehingga tidak terjadi proses *sputtering*

untuk selanjutnya, dengan naiknya tekanan maka kecepatan deposisi akan naik sampai pada suatu nilai tekanan tertentu kecepatan deposisi ini akan turun dengan naiknya tekanan. Hal ini dikarenakan pada daerah (a) kecepatan deposisi semakin naik karena jumlah ion Ar^+ yang terbentuk semakin banyak sehingga kemungkinan bertumbukan dengan target semakin besar, akan tetapi pada daerah (b) kecepatan deposisi menurun karena terlalu banyak tumbukan yang terjadi sehingga membatasi terjadinya ionisasi untuk membentuk ion Ar^+ akibatnya semakin sedikit kemungkinan ion untuk menumbuk target.

Berdasarkan kurva di atas untuk variasi tekanan *sputtering* pada penelitian ini berada pada daerah (b) yaitu kecepatan deposisi yang semakin menurun. Seperti pada pengaruh daya, pengaruh tekanan *sputtering* juga akan berdampak pada kristalinitas lapisan yang terbentuk, ditunjukkan seperti pada Gambar 4. 8



Gambar 4. 8 Susunan Spektra XRD Pengaruh Tekanan *Sputtering*



Gambar 4. 9 Perbesaran Puncak Pt [111] Pengaruh Tekanan *Sputtering*

Dari Gambar 4. 8 di atas dapat dilihat pola yang sama dengan pada pengaruh daya, akan tetapi pada tekanan 20 dan 30 mTorr puncak Pt [200] dan Pt [220] memiliki intensitas yang lebih tinggi dari pada intensitas pada tekanan 10 mTorr. Terbentuknya puncak Pt lain dengan naiknya tekanan *sputtering* juga dikemukakan oleh David Rose [32] dalam tesisnya tentang *sputtering* Zirkonium Nitride yang menyatakan bahwa intensitas ZrN akan naik dengan naiknya tekanan akan tetapi jika tekanan semakin tinggi maka intensitas akan turun. Hal ini dikarenakan pada tekanan lebih rendah, *sputter* partikel mengalami tumbukan dengan gas di antara target dan substrat, proses *sputtering* pada tekanan rendah mengakibatkan deposisi semakin cepat dikarenakan *mean free path* (MFP) yang kecil sehingga energi partikel tidak habis karena tumbukan [32].

Tabel 4. 4. Ukuran kristal Pt Pengaruh Tekanan *Sputtering*

Kode MEA	Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	Ukuran Kristal (nm)
MEA-100W RF	40,260	2,2382	0,480	0,008378	9,96
MEA-20mTorr	40,125	2,2454	0,560	0,009774	9,09
MEA-30mTorr	40,080	2,2478	0,800	0,013963	8,53

Ukuran kristal Pt [111] untuk pengaruh tekanan *sputtering* disajikan pada Tabel 4. 4. Didapatkan bahwa ukuran kristal Pt [111] menurun dengan naiknya tekanan, hal ini dikarenakan energi untuk menumbuk target semakin rendah dengan naiknya tekanan, seperti yang terjadi pada pengaruh variasi daya RF pada sub bab 4.1.1

Pada Gambar 4. 9 dapat dilihat bahwa intensitas puncak Pt [111] meningkat dengan naiknya tekanan *sputtering*. Pada tekanan rendah (10 mTorr) energi kinetik *sputter* partikel lebih tinggi dibandingkan pada tekanan 20 dan 30 mTorr, energi ini dapat merusak struktur kristal, hal ini dapat dilihat pada hasil XRD untuk tekanan *sputtering* 10 mTorr intensitas kristal Pt [111] lebih rendah dibandingkan pada tekanan 20, dan 30 mTorr.

Intensitas puncak Pt [111] semakin tinggi dengan naiknya tekanan *sputtering* menandakan naiknya jumlah Pt yang terdeposisi. Pada sistem kontrol peralatan *sputtering*, sensor diatur dengan ketebalan deposisi, sehingga setelah mencapai ketebalan 0,4 kÅ maka proses *sputtering* berhenti. Hal ini memungkinkan pada tekanan 30 mTorr dengan ukuran kristal yang lebih kecil untuk mencapai ketebalan 0,4 kÅ dibutuhkan lebih banyak kristal Pt dibandingkan dengan pada kondisi 10 mTorr. Dengan jumlah yang lebih banyak dan ketebalan yang sama maka dengan naiknya tekanan densitas lapisan Pt yang terbentuk akan semakin besar.

Dengan naiknya tekanan *sputtering*, MFP berkurang dan *sputter* partikel akan mengalami tumbukan dengan ion sehingga mencapai suatu kondisi ideal untuk pertumbuhan lapisan film yang dapat dilihat pada intensitas puncak yang lebih tinggi seperti pada tekanan 30 mTorr. Akan tetapi jika tekanan *sputtering* terus naik akan meningkatkan kehilangan energi ion saat bertumbukan sehingga menghasilkan intensitas kristal yang rendah. Pada penelitian ini jika tekanan *sputtering* terus dinaikan kemungkinan akan terjadi penurunan intensitas kristal, seperti yang dikemukakan David Rose [32].

Pengaruh tekanan *sputtering* berkebalikan dengan pengaruh daya RF. Naiknya tekanan *sputtering* menyebabkan kecepatan deposisi semakin rendah dikarenakan naiknya tekanan menyebabkan energi ion untuk bertumbukan semakin kecil. Dari hasil XRD intensitas tiap puncak Pt meningkat dengan

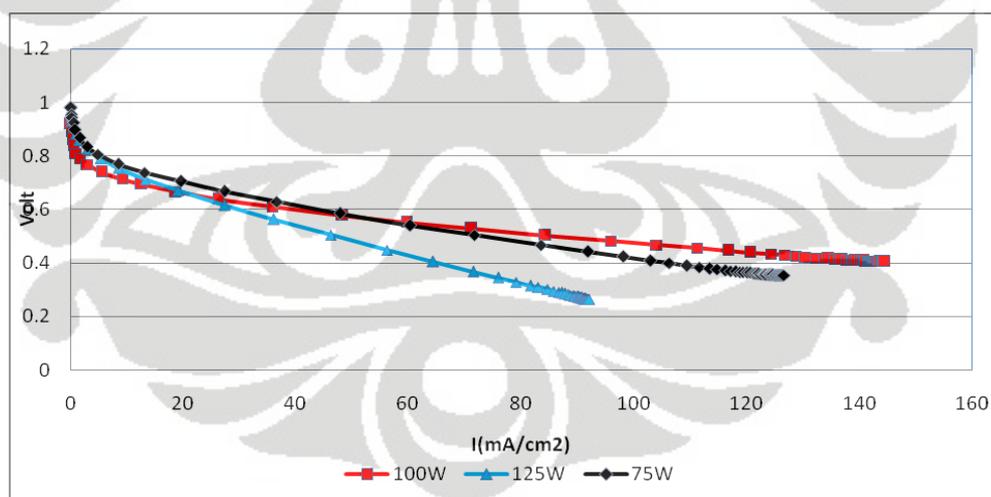
naiknya tekanan dikarenakan dengan energi yang lebih lemah menjadikan kondisi yang ideal untuk pembentukan kristal, selain itu ukuran kristal Pt akan mengecil dengan naiknya tekanan.

4.2 Pengaruh Parameter *Sputtering* Terhadap Uji Satu Dan Setengah Sel

Dari uji satu sel didapatkan plot kurva polarisasi yang dapat digunakan untuk mengetahui kinerja suatu MEA. Pada kurva polarisasi dibagi menjadi 3 daerah yaitu daerah aktivasi, daerah ohmic, serta daerah mass transport loss, seperti pada sub bab 2.4.5. Pada uji setengah sel didapatkan kurva *cyclic voltammetry* untuk mengetahui luas aktif pada proses adsorpsi hidrogen.

4.2.1 Pengaruh Daya RF

Variasi daya RF berpengaruh pada kecepatan deposisi yang semakin cepat dengan naiknya daya, serta pada ukuran kristal yang terbentuk. Perbedaan ini akan berpengaruh pada kinerja MEA. Hasil uji kinerja MEA *sputtering* dengan variasi daya RF terlihat pada Gambar 4. 10.



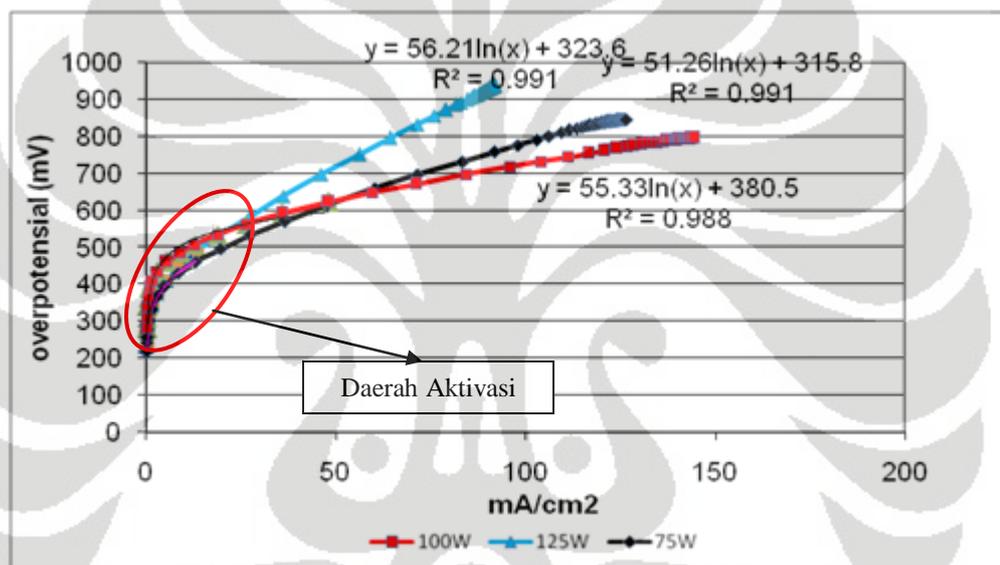
Gambar 4. 10. Pengaruh Daya RF Terhadap Kinerja PEMFC

Dari Gambar 4. 10 terlihat bahwa MEA-100W RF memiliki kinerja yang lebih baik dibandingkan dengan MEA-75 dan 125W RF. Pada MEA-75 dan

125W RF terjadi penurunan voltase yang cukup besar pada daerah beban yang besar (*ohmic losses*) dibandingkan MEA-100W RF.

Berdasarkan kurva polarisasi di atas akan dianalisa terhadap empat penyebab penurunan tegangan (*losses*) yang didasarkan pada potensial Nernst, yaitu: polarisasi aktivasi (*activation losses*), *internal current* atau *fuel crossover*, polarisasi ohmik (*ohmic losses*), dan polarisasi konsentrasi (*mass transport losses*).

Analisa pertama dilakukan terhadap daerah aktivasi. Untuk ketiga jenis MEA di atas dapat dibuat plot tafel untuk daerah *activation losses* yang ditunjukkan pada Gambar 4. 11.



Gambar 4. 11 Polarisasi Aktivasi Untuk Pengaruh Daya RF

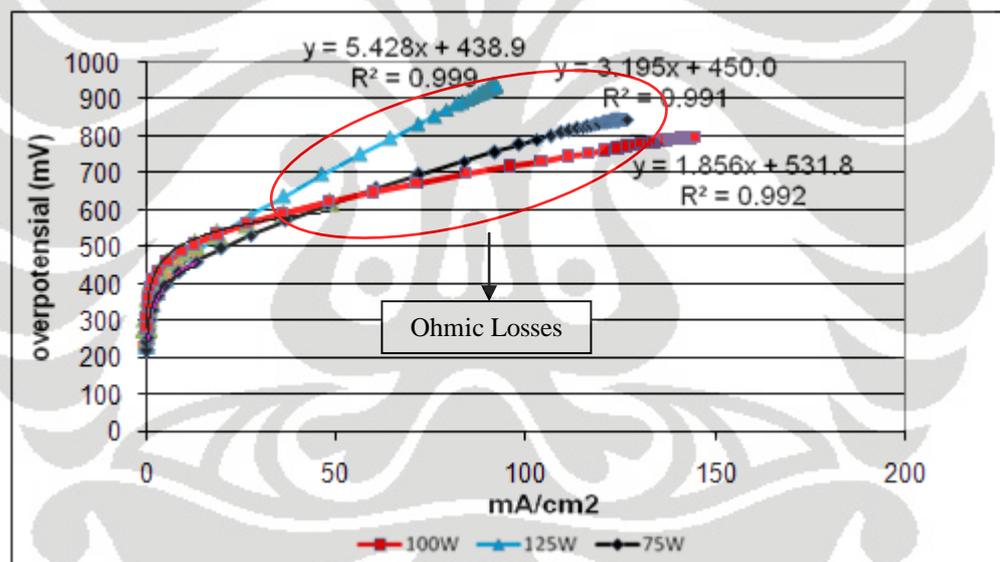
Untuk daerah aktivasi dapat dihitung nilai *charge transfer coefficient* (α) serta *exchange current density constant* (i_0) berdasarkan persamaan (2.8): $\Delta V = A \ln i - A \ln i_0$. Dari persamaan ini dapat dihitung nilai α , yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 4. 5

Tabel 4. 5. Nilai α MEA dengan Pengaruh Daya RF

Kode MEA	A	α	b
MEA-75W RF	51,26	0,250432	315,8
MEA-100W RF	55,33	0,232011	380,5
MEA-125W RF	56,21	0,228379	323,6

Nilai α menunjukkan besarnya proporsi energi listrik yang timbul saat perubahan laju reaksi. α berkisar 0,1 sampai 0,5. Makin besar nilainya, maka makin besar energi listrik yang dihasilkan dengan berubahnya laju reaksi. Dengan kisaran ini, maka perbedaan α untuk MEA 75, 100, dan 125 W RF tidak terlalu besar. Hal ini dikarenakan ketiga jenis MEA terdiri dari bahan yang sama sehingga sifatnya pun sama, perbedaan ini dimungkinkan karena perbedaan intensitas kristal dan ukuran kristal Pt yang terbentuk seperti pada Gambar 4. 1.

Analisa kedua berdasarkan *ohmic losses*. *Ohmic losses* terjadi karena adanya hambatan terhadap aliran elektron ke bipolar plate [17]. Plotnya berupa garis lurus dengan persamaan $V = ir$. Di mana V adalah *overpotentials*, i adalah *current density*, serta r adalah *area specific resistance*. Plot polarisasi ohmik dari kedua jenis GDL ditunjukkan pada Gambar 4. 12 di bawah ini.



Gambar 4. 12 Polarisasi Ohmik Pengaruh Daya RF

Dari persamaan garis di atas dapat dihitung area specific resistance, yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 4. 6

Tabel 4. 6 Nilai Resistance MEA Pengaruh Daya RF

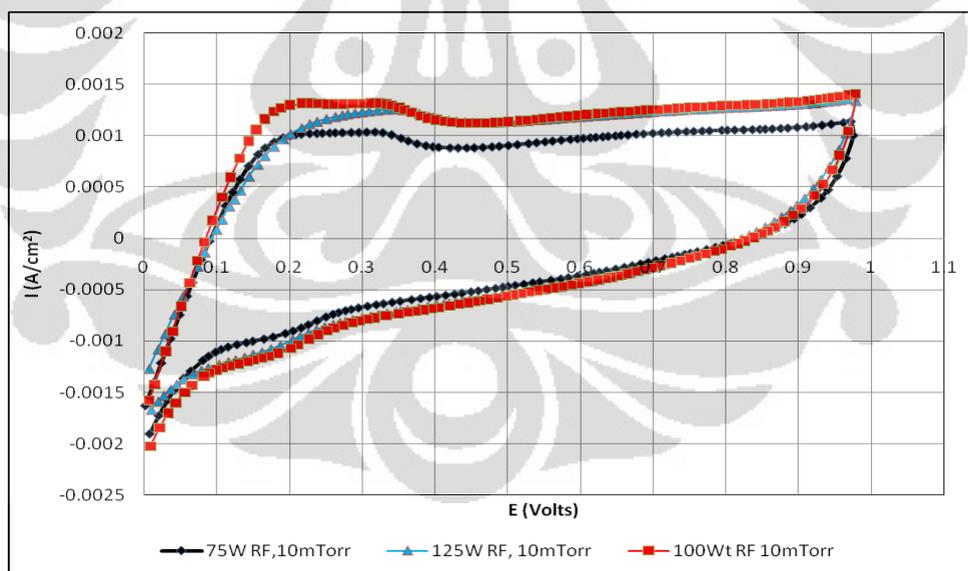
Kode MEA	r ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)
MEA-75W RF	3,195

MEA-100W RF	1,856
MEA-125W RF	5,4282

Resistensi MEA 125 paling tinggi dibandingkan dengan MEA 75 dan 100 W. Hal ini dikarenakan morfologi partikel Pt/C pada permukaan GDL seperti pada Gambar 4. 18. pada MEA 100 W lebih besar ukuran partikelnya dan lebih berongga sehingga lebih mudah untuk difusi gas, menyebabkan tahanannya kecil dibandingkan dengan pada MEA 75 dan 125 W.

Polarisasi konsentrasi tidak dibahas disini karena berhubungan dengan kondisi operasi sel yaitu tekanan dan konsentrasi reaktan. Dalam penelitian ini tidak ada variasi kondisi operasi sehingga *mass transport losses* untuk semua jenis MEA diasumsikan sama. *Internal current* atau *crossover* hidrogen juga tidak dibahas karena kedua hal tersebut dipengaruhi oleh jenis membran. Dalam penelitian ini membran yang digunakan sama.

Selain uji kinerja, dilakukan uji *cyclic voltammetry* untuk menggambarkan luasan aktif katalis pada MEA. Hasil uji *cyclic voltammetry* untuk 3 variasi daya dapat dilihat pada Gambar 4. 13



Gambar 4. 13. Pengaruh Daya RF Terhadap *Cyclic voltammetry* MEA

Dari Gambar 4. 13 dapat ditentukan daerah hidrogen adsorpsi yaitu pada kisaran voltase 0,05 – 0,4 V terdapat perbedaan. Hasil perhitungan

Electrochemical Active Surface Area (ECSA) untuk ketiga MEA ditunjukkan pada Tabel 4. 7.

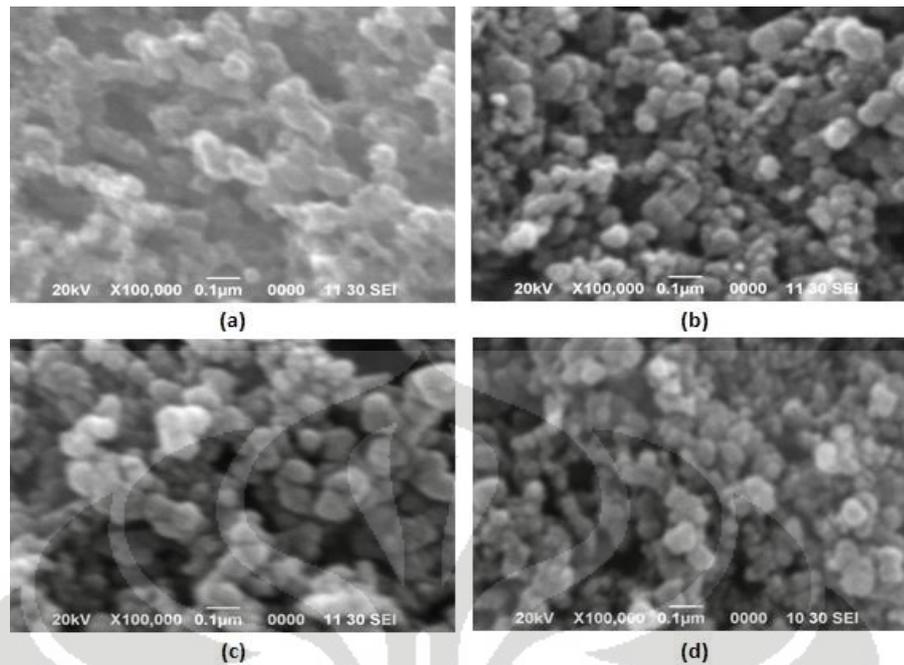
Tabel 4. 7. ECSA MEA Dengan Variasi Daya RF

Kode MEA	ECSA (m ² /g)
MEA-75W RF	12,59
MEA-100W RF	13,60
MEA-125W RF	11,94

Dari hasil ECSA didapatkan bahwa pada daya 100 W menghasilkan luasan aktif yang paling besar. Hal ini disebabkan ukuran kristal Pt pada 100 W lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal Pt pada 125 W, seperti pada Tabel 4. 2. Sehingga dengan ukuran kristal yang kecil akan memberikan luasan kontak yang lebih besar dibandingkan dengan ukuran kristal yang lebih besar. Walaupun ukuran kristal Pt pada 75 W lebih kecil tetapi dari sisi intensitas pada 100 W intensitasnya lebih tinggi seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4. 2. Oleh karena itu, luas aktif pada 100 W sedikit lebih besar dibandingkan dengan luas aktif pada 75 W. Menurut S.Y. Cha hasil ECSA juga menggambarkan *effective charge transfer resistance* untuk suatu elektroda, sehingga dengan semakin besar nilai ECSA berarti tahanannya semakin kecil. *Effective charge transfer resistance* berpengaruh pada kemampuan MEA untuk menghantarkan proton.

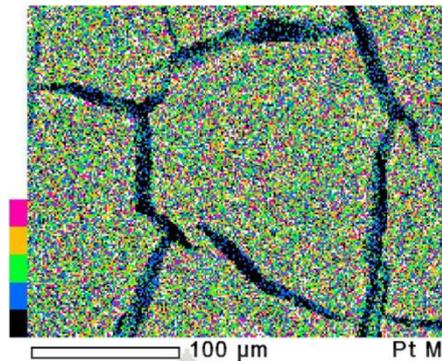
Penyebab lain yaitu dengan naiknya daya *sputtering* akan meningkatkan energi Ar⁺ untuk menumbuk target Pt yang akan meningkatkan adsorpsi atom Pt di permukaan partikel karbon (substrat), akan tetapi jika energi tersebut terlalu besar maka kemungkinan atom Pt akan teradsorpsi lebih di dalam partikel karbon sehingga tidak terkontak dengan reaktan yang menyebabkan luasan aktif hasil sapuan *cyclic voltammetry* menjadi lebih kecil.

Morfologi partikel Pt/C hasil *brush coating* pada GDL dapat dilihat pada Gambar 4. 14 di bawah ini.



Gambar 4. 14. Foto SEM Hasil *Brush Coating* NCI Pada MEA, (a) MEA-75W RF, (b) MEA-100W RF, (c) MEA-125W RF (d) Tanpa Pt, Perbesaran 100.000 X.

Pada Gambar 4. 14 dapat dilihat bahwa terdapat perbedaan bentuk antara lapisan hasil *coating* NCI yang belum di *sputtering* dengan yang telah di *sputtering*, pada lapisan NCI yang belum di *sputtering* terlihat ukuran partikel karbon lebih kecil serta warna yang buram dibandingkan dengan GDL yang telah di *sputtering*. Lapisan NCI yang telah di *sputtering* permukaannya akan dilapisi oleh Pt sehingga ukuran partikel karbon lebih besar, menandakan kristal Pt terdeposisi di atas partikel karbon (NCi). Proses *sputtering* tidak mempengaruhi besarnya partikel karbon yang ada, besar kecilnya partikel karbon dikarenakan pada saat proses preparasi tinta Nafion karbon, dan saat proses *brush coating*. Proses *sputtering* menghasilkan lapisan yang merata seperti pada Gambar 4. 15, pada gambar ini menunjukkan bahwa hasil *mapping* untuk hasil *sputtering* yang merata untuk satu jenis unsur yaitu Pt, di mana indikator warna pada sisi kiri gambar menunjukkan perbedaan intensitas kristal Pt yang terdeposisi. Warna hitam menandakan kristal Pt dengan intensitas sangat rendah, semakin ke atas menunjukkan intensitas Pt yang semakin tinggi. Warna merah muda menandakan intensitas Pt yang paling tinggi yang tersebar merata di permukaan GDL.



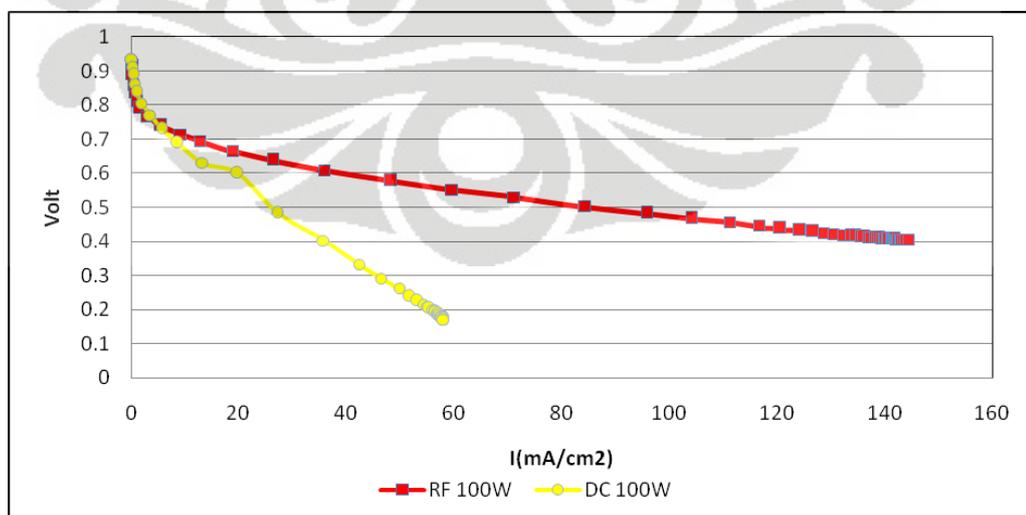
Gambar 4. 15. Mapping Pt di Atas GDL

GDL pada MEA 100 W memiliki butiran karbon lebih besar dan berpori dibandingkan dengan 75 dan 125 W. Kerapatan Pt/C dapat mengurangi difusi gas dan meningkatkan hambatan perpindahan massa reaktan.

Hasil uji kinerja dan *cyclic voltammetry* pada MEA 100 W, memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan MEA 75 dan 125 W. Hal ini disebabkan perbedaan ukuran kristal Pt yang terdeposisi serta morfologi partikel Pt/C yang terjadi pada GDL. Pada MEA 75 dan 125 W partikel Pt/C berukuran kecil dan lebih rapat dibandingkan MEA 100 W, menyebabkan difusi gas lebih sulit.

4.2.1 Pengaruh Daya RF dan DC

Hasil uji kinerja MEA dengan daya RF dan DC dapat dilihat pada Gambar 4. 16.



Gambar 4. 16. Pengaruh Jenis Daya RF dan DC Terhadap Kinerja PEMFC

Pada Gambar 4. 16 dapat dilihat bahwa MEA dengan daya RF memiliki kinerja yang lebih baik dibandingkan dengan daya DC. MEA dengan daya RF menghasilkan daya maksimum sebesar 58.5 mW/cm^2 sedangkan MEA DC menghasilkan daya maksimum sebesar 9.9 mW/cm^2 .

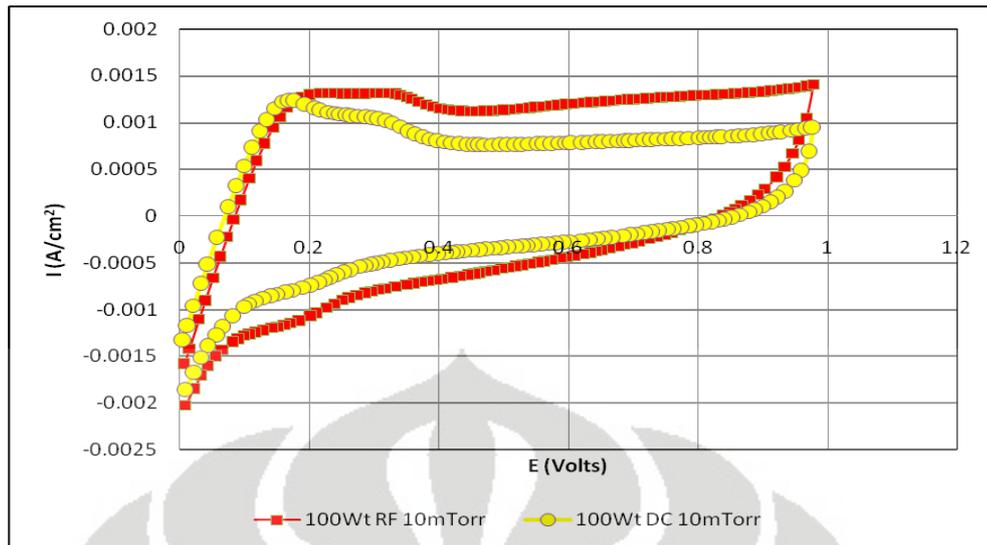
Analisa daerah aktivasi dan daerah ohmic dilakukan seperti pada bagian 4.2.1 didapatkan nilai α , seperti ditunjukkan pada Tabel 4. 8

Tabel 4. 8. Nilai α dan r MEA dengan Daya RF Dan DC

Kode MEA	a	α	b	r ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)
MEA-100W RF	55,330	0,23	379,56	1,8560
MEA-100W DC	67,900	0,18	378,76	10,592

Nilai α untuk MEA RF dan DC tidak terlalu berbeda. Hal ini dikarenakan kedua jenis MEA terdiri dari bahan yang sama sehingga sifatnya pun sama, perbedaan ini disebabkan ukuran kristal yang berbeda antara MEA RF dan DC seperti pada Gambar 4. 5

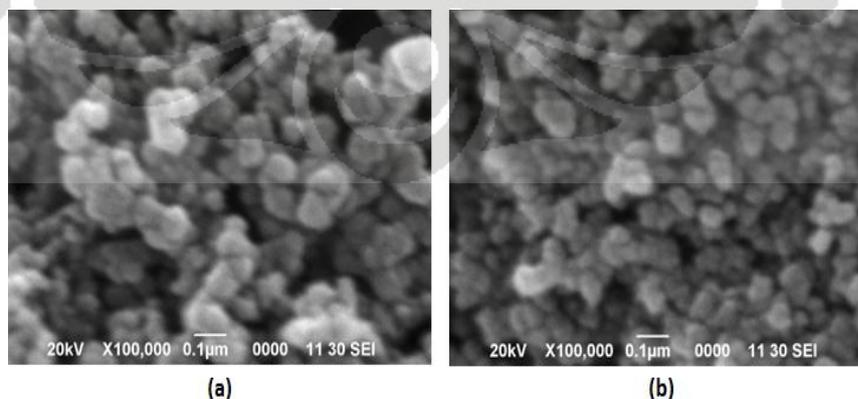
Resistensi MEA DC sepuluh kali lebih besar daripada MEA RF. Hal ini berhubungan dengan struktur katalis yang terdeposisi pada permukaan GDL, serta perbedaan morfologi Pt/C dari hasil SEM pada Gambar 4. 18. Kinerja MEA RF yang lebih baik dibandingkan MEA DC dikarenakan luasan aktif MEA RF lebih besar dari pada MEA DC. Hasil *cyclic voltammetry* ditunjukkan pada Gambar 4. 17



Gambar 4. 17. Pengaruh Jenis Daya RF Dan DC Terhadap *Cyclic voltammetry* MEA

Berdasarkan hasil *cyclic voltammetry* didapatkan luas aktif MEA RF sebesar $13.6 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$, sedangkan pada MEA DC sebesar $9.97 \text{ m}^2/\text{gr Pt}$. Kecilnya luas aktif pada MEA DC dikarenakan ukuran kristal Pt pada MEA DC lebih besar dibandingkan dengan MEA RF seperti pada table Tabel 4. 3. Dengan ukuran kristal yang lebih besar maka luas kontak katalis dengan reaktan akan lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal yang kecil.

Jika ditinjau dari hasil proses brush coating NCI pada elektroda didapatkan pada MEA DC memiliki susunan partikel karbon yang lebih rapat dibandingkan dengan MEA RF. Kepadatan partikel Pt/C ini akan mengurangi akses difusi gas. Berikut ini hasil SEM elektroda karbon yang *disputtering* dengan daya RF dan DC.

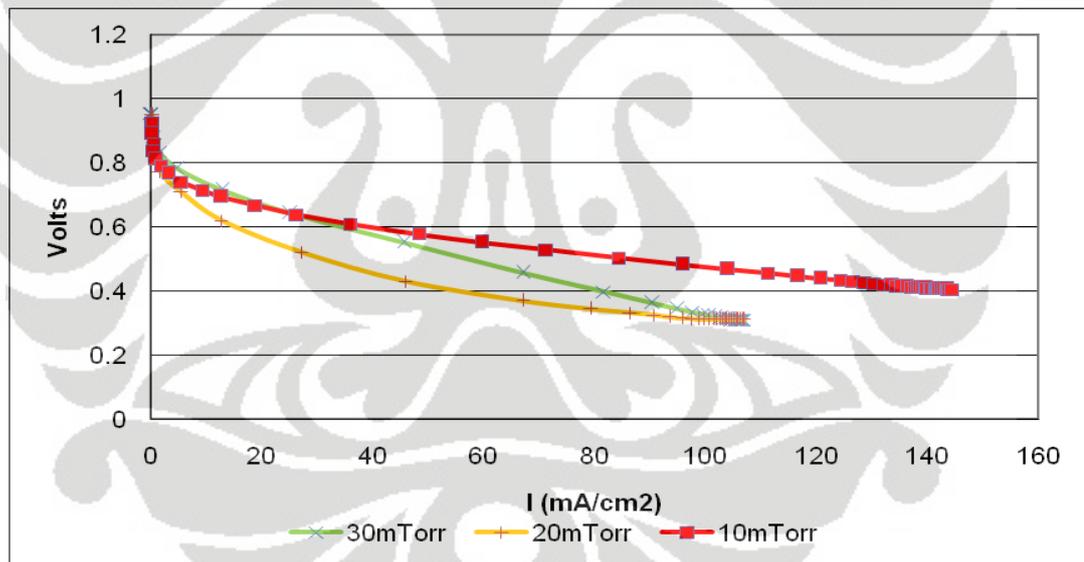


Gambar 4. 18. Foto SEM Hasil *Brush Coating* NCI pada MEA (a) MEA-100W RF (b) MEA-1W DC, Perbesaran 100.000 X.

Pada sistem *sputtering* dengan daya DC menghasilkan MEA dengan kinerja dan luas aktif lebih rendah dibandingkan MEA RF. Hal ini dikarenakan ukuran kristal Pt pada MEA DC lebih besar dibandingkan MEA RF. Selain itu morfologi partikel Pt/C pada MEA DC yang lebih rapat akan mengurangi akses difusi gas.

4.2.3 Pengaruh Tekanan *sputtering*

Salah satu parameter proses pada *sputtering* yaitu tekanan *sputtering*, seperti yang telah dijelaskan pada sub bab 4.2.3 bahwa tekanan *sputtering* berpengaruh pada kecepatan deposisi Pt. Pada penelitian ini tekanan *sputtering* divariasikan pada 10, 20 dan 30 mTorr dengan daya RF 100 W dan *loading* katalis (Pt) 0.085 mg/cm^2 (0.4 kÅ). Pengaruh tekanan *sputtering* terhadap uji kinerja MEA dapat dilihat pada Gambar 4. 19 di bawah ini.



Gambar 4. 19. Pengaruh Tekanan *Sputtering* Terhadap Kinerja PEMFC

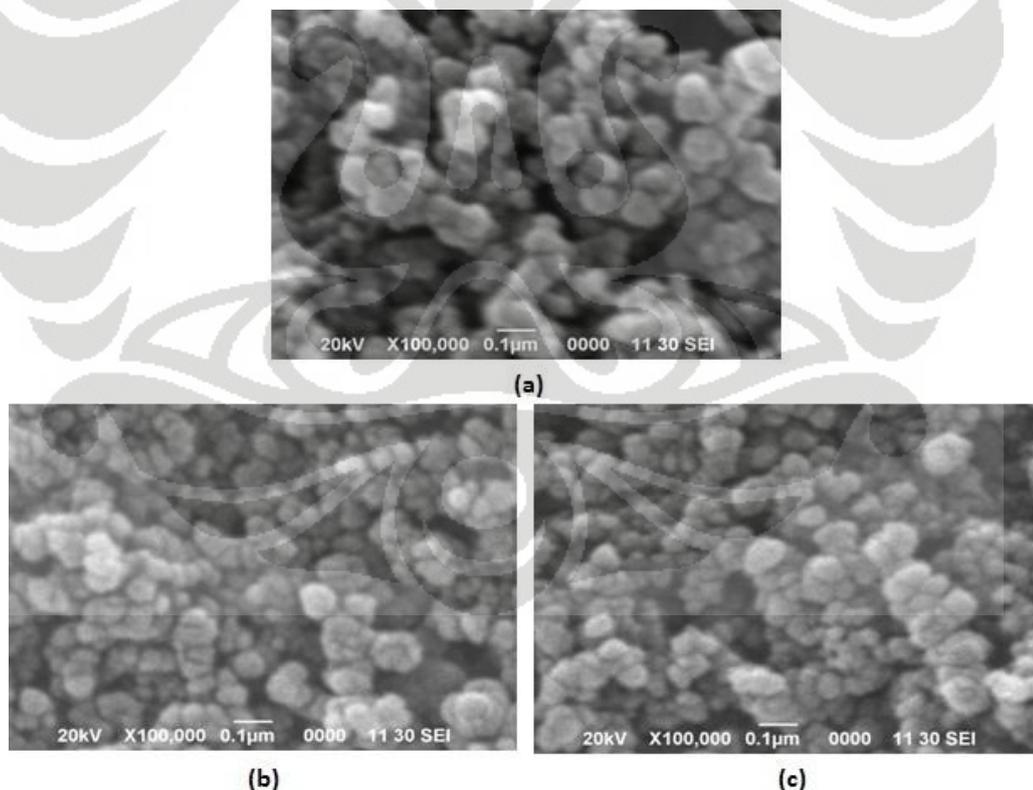
Dari Gambar 4. 19 pengaruh tekanan dapat dilihat bahwa pada tekanan 10 mTorr kinerja MEA lebih baik dibandingkan pada 20 dan 30 mTorr, untuk MEA 20 dan 30 mTorr secara umum kinerjanya tidak terlalu berbeda hanya saja pada MEA 20mTorr memiliki polarisasi ohmik yang lebih tinggi dibandingkan dengan

MEA 10 dan 30mTorr. Analisa daerah aktivasi dan daerah ohmic dilakukan seperti pada sub bab 4.2.1 didapatkan nilai α , seperti ditunjukkan pada Tabel 4. 9.

Tabel 4. 9. Nilai α dan r MEA Daya RF dan DC

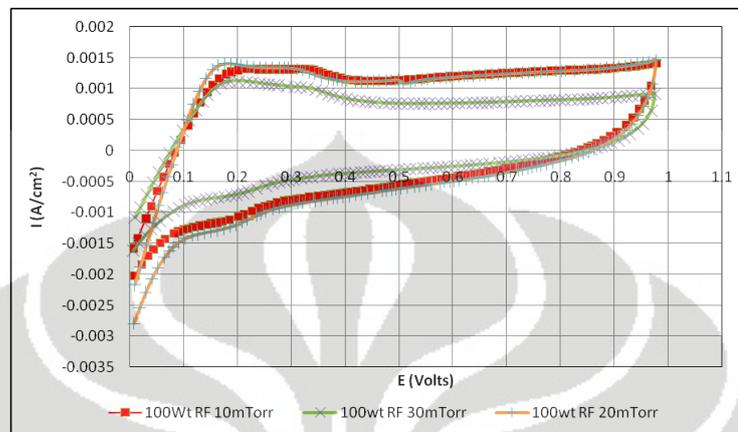
Kode MEA	a	A	b	r ($\Omega.cm^2$)
MEA-100W RF	55.33	0.232011	380.5	1.85
MEA-20mTorr	98.08	0.130885	397.4	2.56
MEA-30mTorr	45.22	0.283882	354.7	4.08

Resistensi MEA-30mTorr lebih besar dibandingkan MEA 10 dan 20 mTorr hal ini dikarenakan perbedaan morfologi partikel Pt/C hasil *brush coating*. Pada MEA-30mTorr lebih rapat dan ukuran partikel karbon yang lebih kecil dibandingkan MEA-10 dan 20mTorr, kerapatan partikel Pt/C ini akan berpengaruh pada kontak antara karbon support dengan katalis Pt dan proses difusi gas. Morfologi partikel Pt/C pada MEA-10, 20, 30mTorr dapat dilihat pada Gambar 4. 10.



Gambar 4. 20. Foto SEM Hasil *Brush Coating* N_Ci Pada MEA, (a) MEA-10mTorr, (b) MEA-20mTorr, (c) MEA-30mTorr, Perbesaran 100.000X

Pengaruh tekanan *sputtering* dan morfologi Pt/C pada GDL menghasilkan kurva *cyclic voltammetry* yang berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. 21 berikut.



Gambar 4. 21. Pengaruh Tekanan *Sputtering* Terhadap *Cyclic voltammetry* MEA

Dari kurva *cyclic voltammetry* didapatkan luasan untuk daerah adsorpsi hidrogen, hasil perhitungannya pada Tabel 4. 10

Tabel 4. 10. Pengaruh Tekanan *Sputtering* terhadap ECSA

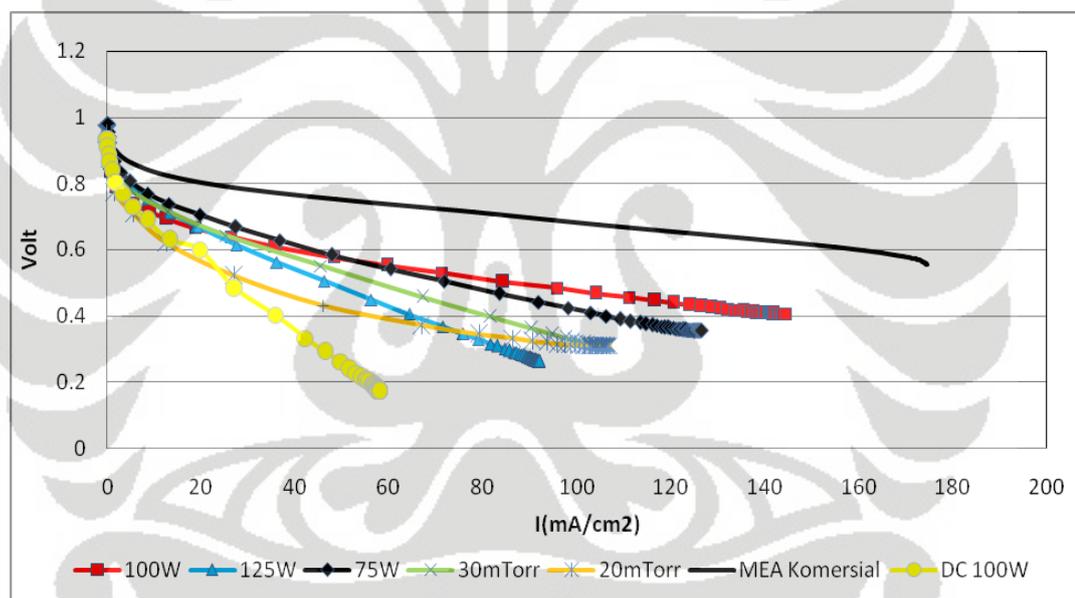
Kode MEA	ECSA (m ² /g)
MEA-100W RF	13.6
MEA-20mTorr	10.9
MEA-30mTorr	11.6

Pada MEA 10 mTorr memiliki luas aktif yang paling besar dibandingkan dengan MEA 20 dan 30 mTorr, hal ini dikarenakan perbedaan ukuran kristal Pt serta struktur karbon yang terbentuk pada GDL. Walaupun ukuran kristal Pt pada 10 mTorr paling besar dibandingkan pada 20 dan 30 mTorr, tetapi memberikan luas aktif yang paling baik. Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 4. 8, intensitas puncak Pt [111] semakin tinggi dengan naiknya tekanan, berarti jumlah kristal Pt lebih banyak dengan naiknya tekanan. Dengan ukuran kristal yang lebih kecil akan membutuhkan jumlah kristal yang lebih banyak untuk mencapai ketebalan yang diinginkan sehingga semakin padat (densitas tinggi) lapisan Pt yang terbentuk, seperti yang telah dijelaskan pada sub bab 4.1.3. Lapisan Pt yang padat

akan mengurangi akses difusi gas pada MEA sehingga luasan aktif menjadi lebih rendah.

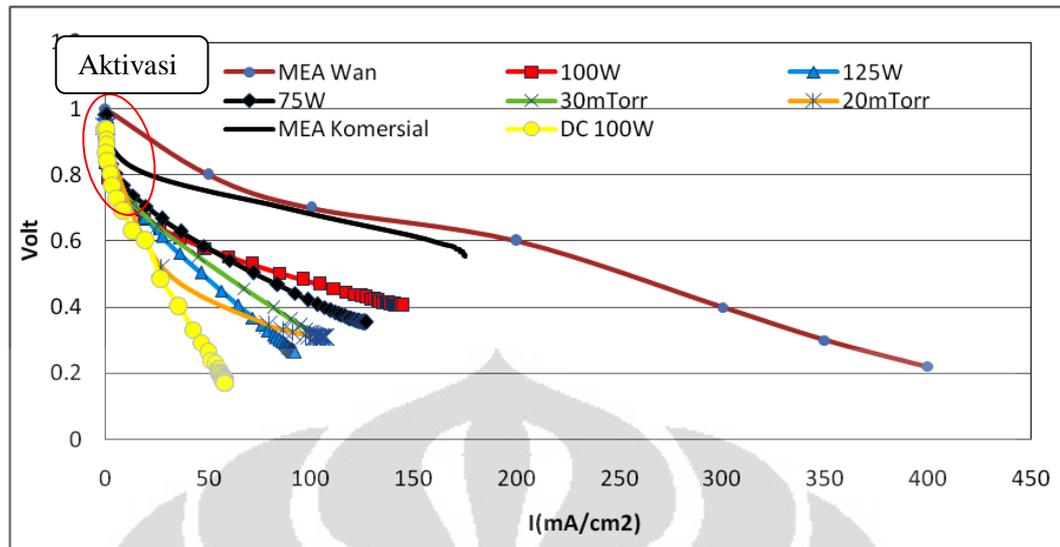
4.3 Perbandingan dengan MEA Komersial (Electrochem) dan Penelitian Internasional

Perbandingan kinerja MEA pada penelitian ini dengan MEA komersial (Electrochem) ditunjukkan pada Gambar 4. 22, MEA komersial (Electrochem) dilakukan pengujian dengan kondisi yang sama dengan MEA penelitian pada suhu ruang (25°C) dan tekanan reaktan 10 psia. MEA komersial memiliki *loading* katalis sebesar 1 mg/cm^2 , sedangkan MEA penelitian memiliki *loading* katalis sekitar 0.085 mg/cm^2 .



Gambar 4. 22. Perbandingan Kinerja MEA Penelitian Dengan MEA Komersial (Electrochem)

Dari gambar di atas dapat dilihat bahwa MEA komersial lebih stabil pada beban tinggi, dibanding dengan MEA penelitian yang turun cukup drastis pada beban tinggi. Sedangkan jika MEA penelitian dibandingkan dengan MEA pada jurnal Wan [32] (MEA Wan) mengenai fabrikasi MEA dengan teknik sputtering dengan *loading* 0.1 mg/cm^2 , seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. 23.



Gambar 4. 23 Perbandingan dengan MEA Wan

Perbandingan daya yang dihasilkan antara MEA penelitian terhadap MEA Electrochem dan MEA Wan dapat dilihat pada Tabel 4. 11.

Tabel 4. 11 Daya MEA Penelitian dan MEA Electrochem

Kode MEA	<i>Loading</i> Katalis (mg/cm ²)	Power Maksimum (mW/cm ²)
Electrochem	1	98.5
MEA Wan	0.1	145
MEA-75W RF	0.085	44.9
MEA-100W RF	0.085	58.5
MEA-125W RF	0.085	24.2
MEA-100W DC	0.085	9.9
MEA-20mTorr	0.085	33.3
MEA-30mTorr	0.085	33.1

Hasil perbandingan kurva polarisasi dengan MEA Wan dapat dilihat bahwa kinerja MEA penelitian dan MEA Electrochem lebih rendah. Selain itu aktivasi MEA penelitian dan MEA Electrochem lebih rendah dibandingkan dengan MEA Wan. Pada daerah ohmic losses untuk MEA penelitian dibawah MEA Wan dan EElectrochem. Hal ini dikarenakan kualitas *brush coating* NCI pada MEA penelitian yang tidak merata, sehingga memperbesar hambatan difusi gas dan transfer proton. Pada MEA penelitian loading katalis untuk daerah anode

dan katode dibuat sama, akan tetapi pada teorinya pada daerah katode terjadi Reaksi reduksi oksigen, di mana reaksi ini lebih lambat dibandingkan reaksi oksidasi hidrogen. Hal ini menyebabkan kinerja yang lebih rendah pada MEA penelitian.

Walaupun MEA penelitian menghasilkan daya yang lebih kecil dibandingkan MEA Electrochem dan MEA Wan, akan tetapi pada penelitian ini telah berhasil menekan *loading* katalis mencapai 12 kali lebih kecil dan menghasilkan daya yang cukup besar dibandingkan dengan MEA Electrochem. Akan tetapi permasalahan yang terjadi pada MEA penelitian yaitu pada daya rekat antara GDL dan membran Nafion yang kurang baik, hal ini dibuktikan setelah 6 jam beroperasi kondisi MEA penelitian tidak lagi merekat sempurna, seperti pada Gambar 4. 24.



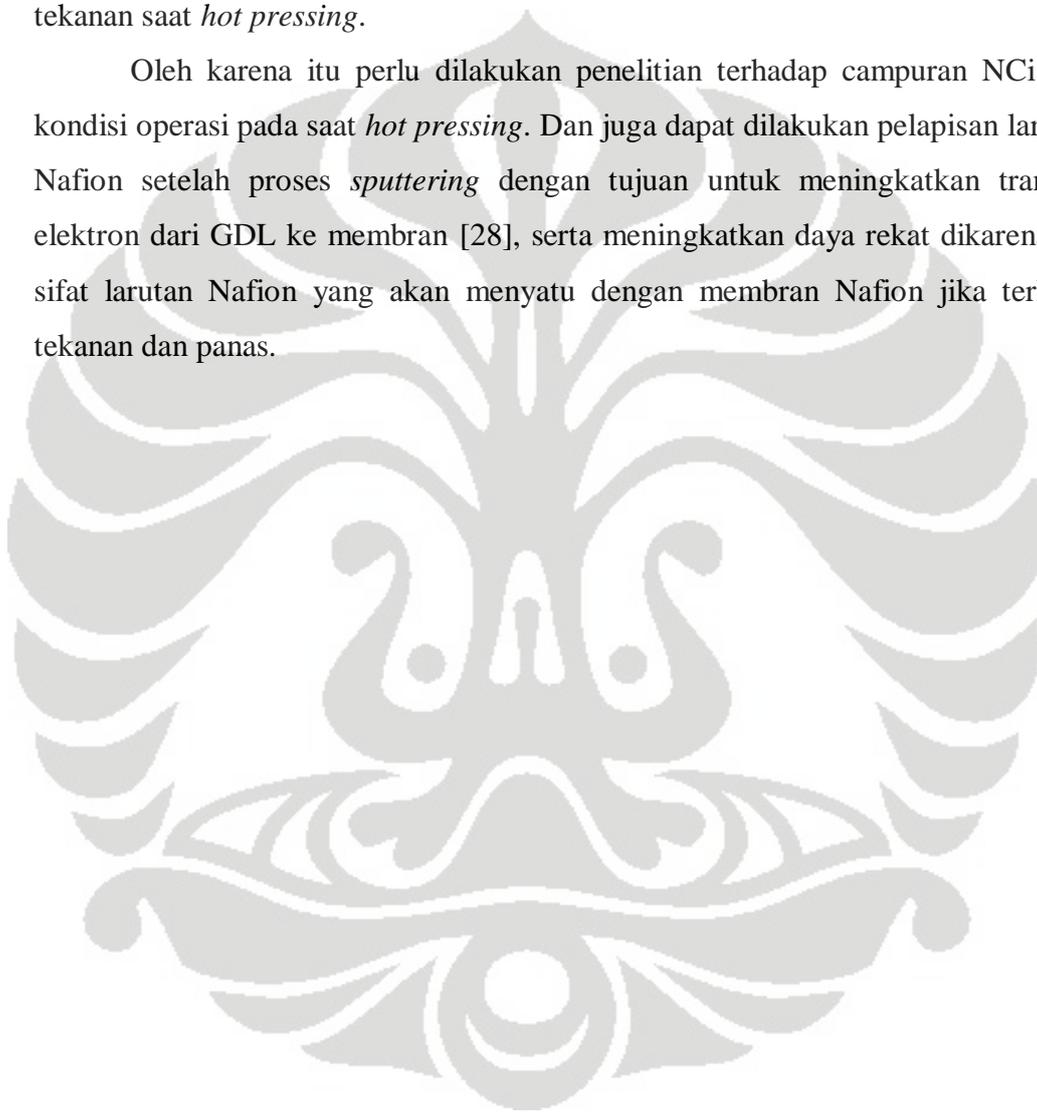
Gambar 4. 24. MEA yang Terkelupas (a) Tampak Atas, (b) Tampak Samping.

Daya rekat ini merupakan salah satu faktor rendahnya kinerja MEA yang dihasilkan, dikarenakan jika terkelupas maka ada daerah di antara membran Nafion dan GDL yang kosong (tidak rapat), sehingga proses penghantaran elektron di lokasi ini tidak berjalan dengan baik, selain itu akan terjadi reaktan *cross over*. Dengan terkelupasnya GDL dan membran Nafion akan meningkatkan resiko ledakan dikarenakan ada celah untuk gas menembus dari sisi katode ke anoda atau sebaliknya, selain itu sifat membran Nafion yang lunak jika terkena

panas dan air dari hasil reaksi sehingga bisa terbentuk lubang dan H_2 dapat bereaksi langsung dengan O_2 menyebabkan ledakan.

Terkelupasnya MEA penelitian ini bisa disebabkan oleh larutan Nafion yang kurang banyak, sesuai dengan penelitian Martin 2004 tentang pengaruh *loading* terhadap kualitas MEA. Penyebab lain dikarena ikatan yang terbentuk antara *carbon paper* dengan campuran NCI kurang baik serta temperatur dan tekanan saat *hot pressing*.

Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian terhadap campuran NCI dan kondisi operasi pada saat *hot pressing*. Dan juga dapat dilakukan pelapisan larutan Nafion setelah proses *sputtering* dengan tujuan untuk meningkatkan transfer elektron dari GDL ke membran [28], serta meningkatkan daya rekat dikarenakan sifat larutan Nafion yang akan menyatu dengan membran Nafion jika terkena tekanan dan panas.



BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Penggunaan teknik *sputtering* pada fabrikasi MEA dapat menekan *loading* katalis dan menghasilkan deposisi katalis yang sangat merata. Penurunan *loading* katalis yang mencapai 12 (0.085 mg/cm^2) kali lebih kecil dibandingkan MEA Electrochem (1 mg/cm^2) memberikan hasil yang cukup baik yaitu dengan *power density* maksimum sebesar 58.5 mW/cm^2 sedangkan MEA Electrochem menghasilkan *power density* sebesar 98.5 mW/cm^2 . Selain itu pengaruh kondisi operasi *sputtering* selama penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Pengaruh naiknya daya RF menaikkan kecepatan deposisi Pt dan ukuran kristal Pt yang terdeposisi.
2. Pengaruh daya DC dibandingkan dengan daya RF akan menghasilkan kecepatan deposisi 3 kali lebih tinggi, ukuran kristal Pt yang lebih besar dikarenakan energi ion yang lebih tinggi pada daya DC.
3. Pengaruh tekanan *sputtering* berkebalikan dengan pengaruh daya RF, akan mengurangi kecepatan deposisi serta ukuran kristal Pt, dikarenakan energi yang lebih kecil dengan naiknya tekanan.
4. Berdasarkan hasil XRD kristal Pt yang terbentuk dominan pada Pt [111].
5. Kondisi operasi proses *sputtering* yang terbaik untuk *loading* katalis 0.085 mg/cm^2 yaitu pada 100 W dengan daya RF dan tekanan 10 mTorr menghasilkan *power density* sebesar 58.5 mW/cm^2 dan ECSA sebesar 13.6 mg/m^2
6. Daya tahan MEA penelitian masih kurang bagus ditandai dengan terkelupasnya lapisan GDL dengan membran Nafion.

5.2 Saran

Permasalahan yang terjadi pada penelitian ini adalah daya tahan MEA yang kurang baik ditandai dengan terkelupasnya lapisan GDL dengan membran Nafion. Untuk mengatasi permasalahan tersebut sebaiknya dilakukan peninjauan kembali terhadap tinta katalis (NCi) yang digunakan untuk coating GDL.

Pelapisan larutan Nafion setelah proses *sputtering* dapat juga dilakukan dengan tujuan untuk meningkatkan transfer elektron dari GDL ke membran, serta meningkatkan daya rekat dikarenakan sifat larutan Nafion yang akan menyatu dengan membran Nafion jika terkena tekanan dan panas.



DAFTAR REFERENSI

- [1] Thomas, Sharon Et al.(1999). Fuel Cell-Green Power. Los Alamos National Laboratory.
- [2] Lamy, Claude et al. (2002). Recent advances in the development of direct alcohol fuel cells (DAFC). *Journal of Power Sources* 105, 2 : 283-296
- [3] O'Hayre, Ryan, *et.al.* A Sharp Peak in The Performance of Sputtered Platinum Fuel Cells at Ultra Low Platinum Loading. *Journal of Power Sources*, 109: 483-493. 2002.
- [4] V. Mehta, J.S. Cooper, *J. Power Sources* 14 (2003) 32
- [5] Haug T, Andrew, icreasing PEMFC catalyst effectiveness Through Sputter Deposition.
- [6] Jamal,Nadrul. Evaluasi Sistem dan Aplikasi Teknik Sputtering untuk Deposisi Katalis pada Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell dan Direct Methanol Fuel Cell. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia, Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia. 2008.
- [7] A. Nagata, H. Okayama, *Vacuum* 66 (2002)
- [8] D.R. McKenzie, W.D. McFall, *Thin Solid Films* (2001)
- [9] Energi hijau berlimbah uap air, (<http://www.energi.lipi.go.id>), diakses tanggal 10 April 2008
- [10] EG&G services persons, Inc. Science Application International Corporation, *Fuel Cell Handbook*, U.S.Departemen of Energy Morgantown, west Virginia
- [11] Lister, S. and McLean, G. Review: PEM Fuel Cell Electrodes. *Journal of Power Sources*, 130: 61-76. 2004.
- [12] Moreira J,et al. (2003). *Int J Hydrogen Energy*,28 :625–7.
- [13] Hermanna, Allen, (2005).Bipolar plates for PEM fuel cells:Areview, *International Journal of Hydrogen Energy*, 30 ; 1297 – 1302
- [14] PEMFC, (physics.nist.gov/MajResFac/NIF/pemFuelCells.html), diakses pada tanggal 5 Mei 2008

- [15] Rifki, M. *Perancangan dan Pembuatan Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)*. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia, Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia. 2004.
- [16] Easton, E.B. *Chemical Modification of Fuel Cell Catalyst and Electrochemistry of Proton Exchange Membrane Fuel Cell Electrodes*. Doctoral Thesis. Department of Chemistry, Memorial University of Newfoundland. 2003
- [17] Rayment, C. and Sherwin, S. *Introduction to Fuel Cell Technology*. Department of Aerospace and Mechanical Engineering University of Notre Dame. USA. 2003.
- [18] Cooper, KR., *et.al. Experimental Method and Data Analyses for PEFC*. Scribner Associates, Inc. North Carolina USA. 2005.
- [19] Choi, K.H., Kim, H.S., and Lee, T.H. (1998) 'Electrode fabrication for proton exchange membrane fuel cells by pulse electrode position'. *Journal of power sources*. 75,2 :230-235
- [20] Witham *et al.* (2000) 'performance of direct methanol Fuel Cells with Sputter Deposition Anode Catalyst Layers'. *Electrochemical and Solid State Letters*. 11, 3.: 497 – 500
- [21] Sputtering Mechanism, (<http://en.wikipedia.org/wiki/sputtering>), diakses pada tanggal 20 Mei 2009
- [22] Wasa, Kiyotaka. THIN FILM MATERIALS TECHNOLOGY
- [23] J. R. Roth, *Industrial Plasma Engineering: Principles*, Institute of Physics London, 1995.
- [24] Sigmund, *Topics in Applied Physics: Sputtering by Particle Bombardment I*, ed. R.Behrisch, v. 47, Springer-Verlag, Berlin, 1981.
- [25] J. Floro, C. Jahnes, and D. J. Mikalsen, *Vacuum Technology, Laboratory Procedures and Deposition Processes*, T. J. Watson Research Center, NY, 1986.
- [26] S. M. Rossnagel, *Thin Films Processes II*, ed. J. L. Vossen, W. Kern, Academic Press, New York, 1991.

- [27] J. A. Thornton, *Deposition Technologies for Films and Coatings: Development and Applications*, ed. R. F. Bunshah, Noyes Publications, NJ, 1982.
- [28] A. Caillard 1, Effect of Nafion and platinum content in a catalyst layer processed in a radio frequency helicon plasma system, Physical Sciences, Australia 2008
- [29] M. Kawamura *et al*, *Thin Solid Films* 377 – 378 (2000)
- [30] Huang *et al*, Effects of sputtering parameters on the performance of electrode PEMFC, *Journal of Power Sources*, 156 (2006)
- [31] David Rose, Growth Optimization and Characterization of Reactively Sputtered Zirconium Nitride Thin Films for III-V Buffer Layer Applications, thesis, North Carolina State University.
- [32] Hao Wan, C., *et.al*. Preparation and Performance of Novel MEA with Multi Catalyst Layer Structure for PEFC by Magnetron Sputter Deposition Technique. *Surface and Coating Technology*, 201: 214-222. 2006.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Loading katalis

Loading katalis berdasarkan ketebalan deposisi *sputtering*

Definisi *loading*: massa katalis per satuan luas: $Loading = \frac{m}{A}$

Di mana: $m = \rho \times V = \rho \times A \times t$

Maka diperoleh hubungan antara *loading* dan ketebalan katalis sebagai berikut:

$$Loading = \frac{\rho \times A \times t}{A}$$

$$= \rho \times t$$

di mana : ρ = densitas katalis

t = ketebalan deposisi

Lampiran 2. Perhitungan Kurva Polarisasi

Polarisasi aktivasi

Plot polarisasi aktivasi:

$$\Delta V = A \ln i - A \ln i_0 \dots (a)$$

Di mana:

$$A = \frac{RT}{2\alpha F} \rightarrow \alpha = \frac{RT}{2AF} \dots (b)$$

Dengan $R = 8,314 \text{ m}^3 \text{ Pa/mol K}$; $T = 298 \text{ K}$; $F = 96,500 \text{ C/mol}$

Persamaan umum kurva logaritma natural:

$$y = a \ln x + b \dots (c)$$

Dengan $y = \Delta V$ dalam mV; $x = i$ dalam mA/cm²

Dari (a), (b), dan (c) diperoleh *charge transfer coefficient* α :

$$a = A = \frac{RT}{2\alpha F}$$

$$\alpha = \frac{RT}{2aF}$$

Dari (a) dan (c) diperoleh *exchange current density constant* i_0 dalam mA/cm²:

$$b = -A \ln i_0 = -a \ln i_0$$

$$i_0 = \exp\left[-\frac{b}{a}\right] = \exp\left[\frac{b}{a}\right]$$

Polarisasi ohmik

Plot polarisasi ohmik:

$$\Delta V = ir \dots (d)$$

Persamaan umum garis lurus:

$$y = ax + b \dots (e)$$

Dengan $y = \Delta V$ dalam mV; $x = i$ dalam mA/cm²

Dari (d) dan (e) diperoleh *area resistance* r dalam Ω, cm^2 :

$$r = a$$

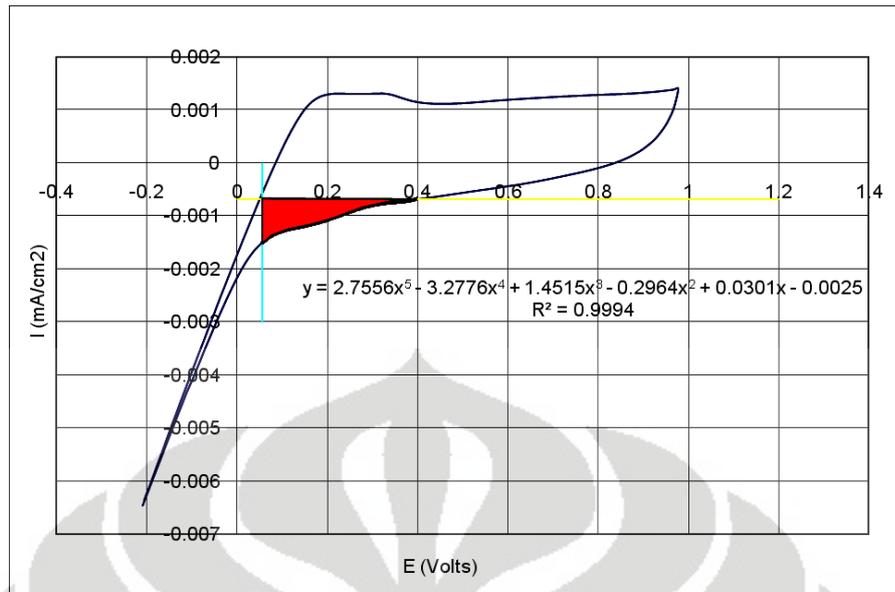
Dengan luas area aktif = A , dapat diperoleh *specific resistance* \hat{r} dalam $\text{m}\Omega/\text{cm}^2$:

$$\hat{r} = \frac{r}{A}$$

$$= \frac{a}{A}$$

Lampiran 3, Perhitungan *Cyclic voltammetry*

Dari data hasil *cyclic voltammetry* akan dibuat plot antara voltage terhadap current density seperti pada gambar dibawah ini



Lalu dari data dipilih data voltage antara 0.4 V – 0.05 V dengan nilai current dari positif sampai negatif, daerah ini merupakan daerah absorpsi hidrogen.

Contoh pengambilan pemilihan data daerah absorpsi hidrogen

Waktu	V	I
35.0	0.4453	-0.0006
35.3	0.4330	-0.0006
35.5	0.4204	-0.0007
35.8	0.4052	-0.0007
36.0	0.3958	-0.0007
36.3	0.3842	-0.0007
36.5	0.3741	-0.0007
36.7	0.3620	-0.0007
37.0	0.3500	-0.0007
37.3	0.3329	-0.0008
37.6	0.3172	-0.0008
37.8	0.3075	-0.0008
38.1	0.2959	-0.0008
38.3	0.2860	-0.0008
38.5	0.2734	-0.0008
38.8	0.2611	-0.0009
39.0	0.2515	-0.0009
39.2	0.2392	-0.0009
39.5	0.2268	-0.0010
39.8	0.2115	-0.0010
40.0	0.2018	-0.0011
40.3	0.1844	-0.0011
40.6	0.1713	-0.0012
40.8	0.1614	-0.0012
41.0	0.1509	-0.0012
41.2	0.1421	-0.0012
41.5	0.1292	-0.0012
41.7	0.1171	-0.0012
41.9	0.1073	-0.0013
42.1	0.0998	-0.0013
42.3	0.0900	-0.0013
42.4	0.0823	-0.0013
42.8	0.0656	-0.0014
43.0	0.0558	-0.0015
43.2	0.0434	-0.0016

Range daerah

Setelah itu dibuat grafik sesuai daerah tersebut seperti pada gambar di atas, lalu dengan menggunakan rumus integral untuk mendapatkan luasan daerah yang berwarna merah. Garis kuning pada gambar di atas menjelaskan batas atas daerah current density sedangkan garis biru merupakan batas bawah daerah voltage.

Contoh perhitungan :

$f(x) = y1 =$	-0.00069
$g(x) = y2 =$	$2.7556x^5 - 3.2776x^4 + 1.4515x^3 - 0.2964x^2 + 0.0301x - 0.0025$
$x1 =$	0.055808
$x2 =$	0.39577
curve area =	$\text{int}[f(x)] - \text{int}[g(x)]$
$\text{int}[f(x)] =$	-0.00069
	-0.00023 V.A/cm ²
$\text{int}[g(x)] =$	$2.7556x^5 - 3.2776x^4 + 1.4515x^3 - 0.2964x^2 + 0.0301x - 0.0025$
	-0.00035 V.A/cm ²
curve area =	0.000114 V.A/cm ²
$(\text{int}[f(x)] - \text{int}[g(x)])$	0.113874 mV.A/cm ²
Nett Charge Density (C) =	curve area/scan rate
Scan rate =	50 mV/s
C =	0.002277 A.s/cm ²
$(\text{curve Area} / \text{scan rate})$	2.27749 mA.s/cm ² [mC/cm ²]
Electrochemical Area (ECA) = $C/(\Gamma \times L)$	
ECA =	1.36E+05 cm ² /g
	1.36E+01 m ² /g

di mana :

$$\Gamma = 210 \mu\text{C} / \text{cm}^2 \text{ Pt}$$

$$L = \text{Pt Loading (gr Pt/cm}^2\text{)}$$

Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal Pt

Perhitungan ukuran diameter kristal Pt menggunakan persamaan sherrer

$$L = \frac{0,9 \lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

di mana :

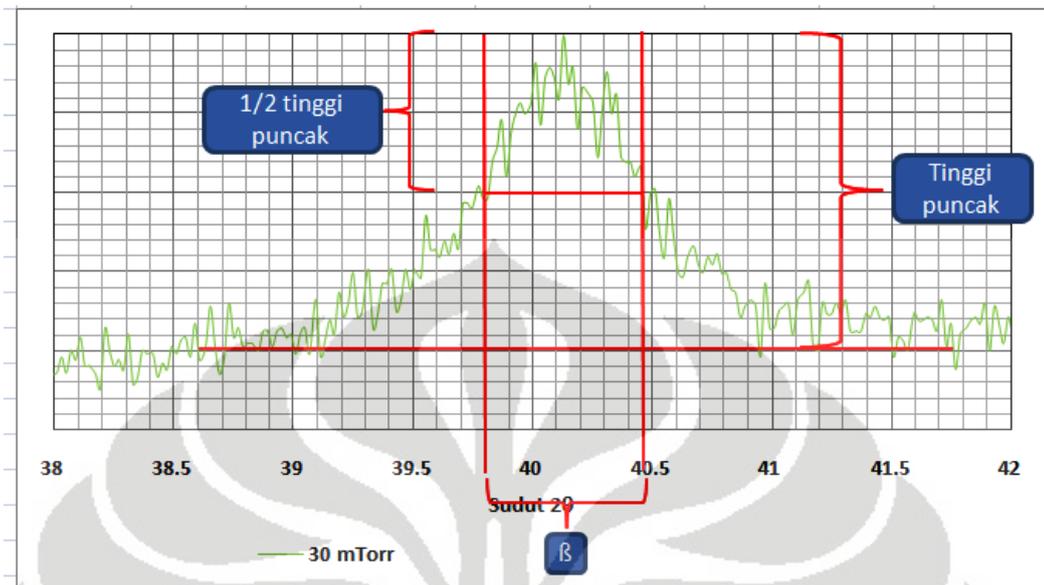
L = Ukuran Kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X yang digunakan

β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi

θ = sudut puncak.

Contoh perhitungan



Jenis MEA	Sudut (2θ)	d-value (\AA)	β	β (rad)	Ukuran Kristal (nm)
75 W	40,010	2,2516	0,900	0,015708	9,29
100 W	40,260	2,2382	0,840	0,014661	9,96
125 W	40,070	2,2484	0,580	0,010123	14,42
100 W DC	40,010	2,2516	0,630	0,010996	13,27
20 mTorr	40,125	2,2454	0,814	0,014207	10,27
30 mTorr	40,080	2,2478	0,660	0,011519	12,67

Lampiran 5. Data pengujian kinerja PEMFC

1. MEA-75W RF

Kode	:	RF/75/10/0,4
Ukuran	:	50 cm²
Cell Stack	:	Electrochem
MEA	:	RF 75 watt 10mTorr
Temperatur Cell	:	25⁰ C
Tekanan H2	:	10 Psia
Tekanan O2	:	10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
Off	0,98	0,00	0,00
0	0,98	0,12	0,12
1	0,98	0,14	0,14
2	0,98	0,14	0,14
3	0,98	0,14	0,14
4	0,96	0,26	0,25
4,5	0,83	2,98	2,48
5	0,67	27,40	18,30
5,5	0,47	83,50	39,08
6	0,39	109,40	42,67
6,5	0,37	117,16	43,35
7	0,36	120,66	43,80
7,5	0,36	122,54	43,99
8	0,36	123,70	44,16
8,5	0,36	124,58	44,35
9	0,36	125,26	44,47
9,5	0,36	125,94	44,71
10	0,36	126,60	44,94

2. MEA-100W RF

Kode	:	RF/100/10/0,4
Ukuran	:	50 cm²
Cell Stack	:	Electrochem
MEA	:	RF 100 watt 10mTorr
Temperatur Cell	:	25⁰ C
Tekanan H2	:	10 Psia
Tekanan O2	:	10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
Off	0,92	0,00	0,00
0	0,92	0,16	0,15
1	0,92	0,18	0,17
2	0,92	0,18	0,17
3	0,92	0,18	0,17
4	0,89	0,26	0,23
4,5	0,77	3,12	2,39
5	0,64	26,30	16,78
5,5	0,50	84,34	42,42
6	0,44	120,64	52,96
6,5	0,42	132,28	55,43
7	0,41	136,94	56,42
7,5	0,41	139,34	56,99
8	0,41	140,94	57,36
8,5	0,41	142,04	57,67
9	0,41	142,88	58,01
9,5	0,41	143,60	58,30
10	0,41	144,50	58,52

3. MEA-125W RF

Kode	: RF/125/10/0,4
Ukuran	: 50 cm ²
Cell Stack	: Electrochem
MEA	: RF 125 watt 10mTorr
Temperatur Cell	: 25 ⁰ C
Tekanan H2	: 10 Psia
Tekanan O2	: 10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
Off	0,97	0,00	0,00
0	0,97	0,00	0,00
1	0,97	0,18	0,17
2	0,97	0,18	0,17
3	0,97	0,18	0,17
4	0,95	0,28	0,26
4,5	0,83	2,98	2,46
5	0,62	27,46	16,89
5,5	0,37	71,44	26,29
6	0,30	84,66	25,48
6,5	0,28	88,34	24,91
7	0,27	89,92	24,64
7,5	0,27	90,62	24,47
8	0,27	91,04	24,31
8,5	0,27	91,34	24,30
9	0,26	91,60	24,18
9,5	0,26	91,82	24,15
10	0,26	92,06	24,21

4. MEA-100W DC

Kode	: DC/100/10/0,4
Ukuran	: 50 cm ²
Cell Stack	: Electrochem
MEA	: DC 100 watt 10mTorr
Temperatur Cell	: 25 ⁰ C
Tekanan H2	: 10 Psia
Tekanan O2	: 10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
Off	0,94	0,00	0,00
0	0,94	0,00	0,00
1	0,94	0,10	0,09
2	0,94	0,10	0,09
3	0,94	0,12	0,11
4	0,91	0,22	0,20
4,5	0,77	3,52	2,71
5	0,48	27,18	13,13
5,5	0,24	51,76	12,37
6	0,20	55,96	11,14
6,5	0,19	57,10	10,62
7	0,18	57,58	10,36
7,5	0,18	57,80	10,23
8	0,18	57,86	10,13
8,5	0,17	57,90	10,02
9	0,17	57,92	10,02
9,5	0,17	57,96	9,97
10	0,17	58,00	9,92

5. MEA-100W-20mTorr

Kode	:	RF/100/20/0,4
Ukuran	:	50 cm ²
Cell Stack	:	Electrochem
MEA	:	RF 100 watt 20mTorr
Temperatur Cell	:	25 ⁰ C
Tekanan H2	:	10 Psia
Tekanan O2	:	10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
Off	0,95	0,00	0,00
0	0,95	0,00	0,00
1	0,95	0,22	0,21
2	0,95	0,22	0,21
3	0,95	0,22	0,21
4	0,91	0,32	0,29
5	0,52	27,10	14,09
5,6	0,34	79,38	27,31
5,8	0,33	86,40	28,68
6	0,32	90,76	29,41
6,6	0,31	97,40	30,49
6,8	0,31	98,70	30,79
7	0,31	99,70	31,11
7,6	0,31	101,88	31,68
7,8	0,31	102,60	31,91
8	0,31	103,00	32,03
8,6	0,31	104,20	32,41
8,8	0,31	104,62	32,54
9,00	0,31	105,20	32,72
9,60	0,31	106,28	33,05
9,8	0,311	106,6	33,1526
10	0,311	107	33,277

6. MEA-100W-30mTorr

Kode	:	RF/100/30/0,4
Ukuran	:	50 cm ²
Cell Stack	:	Electrochem
MEA	:	RF 100 watt 30mTorr
Temperatur Cell	:	25 ⁰ C
Tekanan H2	:	10 Psia
Tekanan O2	:	10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
off	0,96	0,00	0,00
0	0,96	0,00	0,00
1	0,96	0,08	0,08
2	0,96	0,08	0,08
3	0,96	0,08	0,08
4	0,92	0,22	0,20
4,6	0,78	4,80	3,75
5,2	0,55	45,60	25,13
5,8	0,36	90,46	32,75
6	0,34	94,98	32,67
6,6	0,32	100,70	32,43
6,8	0,32	101,72	32,45
7	0,32	102,40	32,36
7,6	0,31	103,78	32,38
7,8	0,31	104,14	32,39
8	0,31	104,42	32,37
8,6	0,31	105,26	32,63
8,8	0,31	105,52	32,71
9	0,31	105,76	32,79
9,6	0,31	106,50	32,91
9,8	0,31	106,74	32,98
10	0,31	106,96	33,05

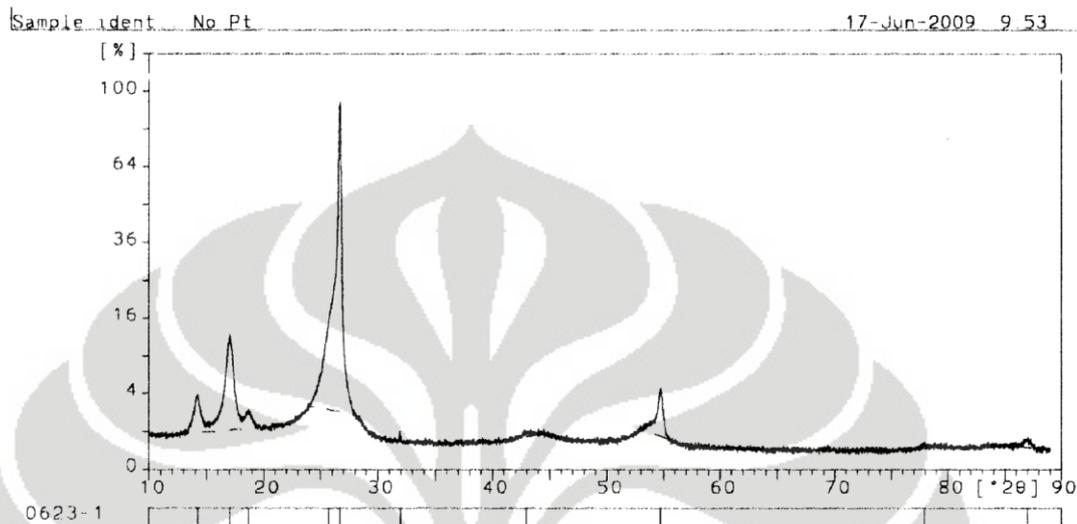
7. MEA Electrochem

Kode	:	Komersial
Ukuran	:	50 cm²
Cell Stack	:	Electrochem
MEA	:	Electrochem (1mg/cm²)
Temperatur Cell	:	25⁰ C
Tekanan H2	:	10 Psia
Tekanan O2	:	10 Psia

Load (beban)	Voltage (V)	Current Density d(mA/cm ²)	Power Density (mW/cm ²)
off	0,98	0,00	0,00
0	0,98	0,00	0,00
1	0,98	0,16	0,16
2	0,98	0,18	0,18
3	0,98	0,18	0,18
4	0,97	0,28	0,27
4,6	0,86	5,18	4,47
5,2	0,75	48,68	36,61
5,8	0,64	129,00	83,08
6	0,62	145,24	90,34
6,6	0,59	165,10	97,41
6,8	0,58	167,90	98,05
7	0,58	169,40	98,25
7,6	0,57	172,26	98,36
7,8	0,57	172,60	98,21
8	0,57	173,04	98,29
8,6	0,56	173,84	97,87
8,8	0,56	174,02	97,80
9	0,56	174,10	97,50
9,6	0,56	174,40	97,32
9,8	0,56	174,50	97,02
10	0,56	174,60	96,90

Lampiran 6. Data Hasil XRD

1. Hasil XRD sampel tanpa Pt (substrat GDL)



17-Jun-2009 9:45
 : 0623-1.DI
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: No Pt
 Data measured at: 17-Jun-2009 8:09:00

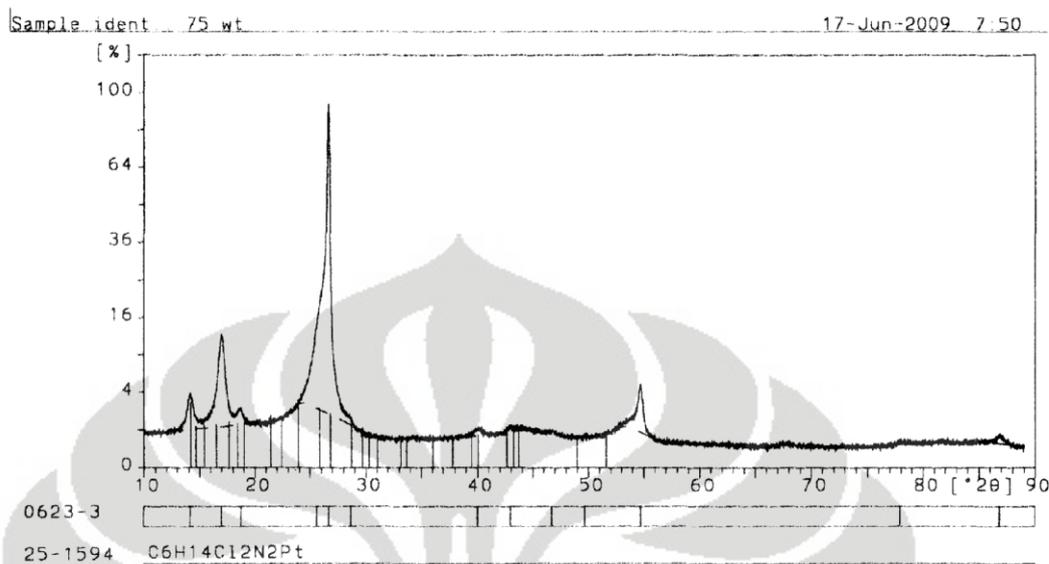
Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 30
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: AUTOMATIC
 Irradiated length [mm]: 12
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 10.000
 End angle [°2θ]: 89.000
 Step size [°2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 17742.24
 Time per step [s]: 0.800
 Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 10

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.240	6.2146	6.2300	0.360	1018	339	5.7	9.42
17.050	5.1961	5.2091	0.080	3516	324	19.8	1.40
18.650	4.7538	4.7656	0.480	328	317	1.8	5.40
25.715	3.4615	3.4701	0.400	2540	502	14.3	0.98
26.710	3.3348	3.3431	0.200	17742	454	100.0	65.39
31.960	2.7980	2.8049	0.120	44	86	0.2	3.52
42.950	2.1040	2.1093	0.640	26	90	0.1	1.35
54.675	1.6773	1.6815	0.140	342	77	1.9	2.88
77.925	1.2250	1.2280	0.480	9	22	0.1	1.73
87.025	1.1188	1.1215	0.200	22	21	0.1	0.95

2. Hasil XRD sampel 75 W RF



: 0623-3.DI 16-Jun-2009 13:20
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 75 wt
 Data measured at: 16-Jun-2009 12:27:00

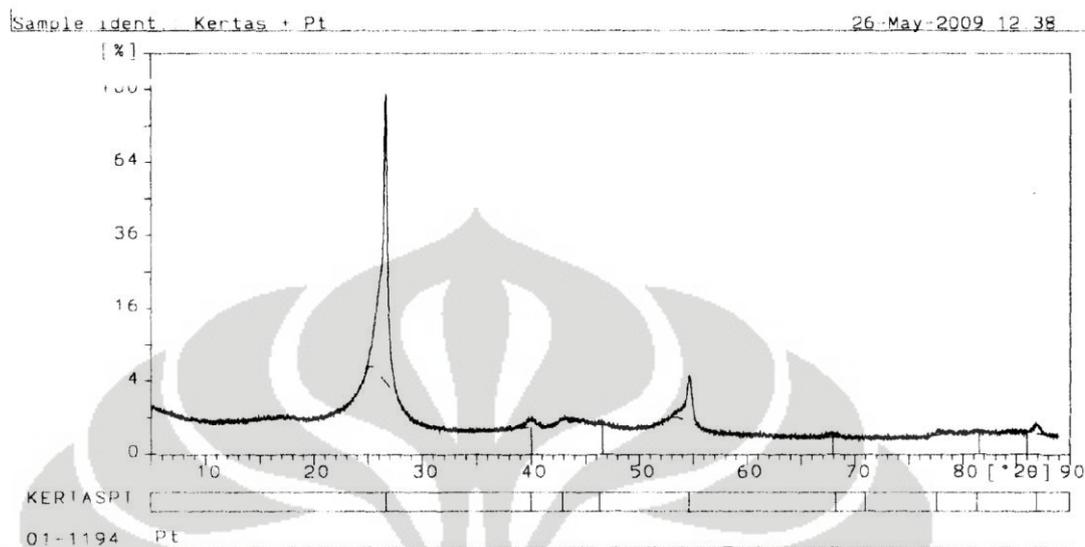
Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 30
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: AUTOMATIC
 Irradiated length [mm]: 12
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 10.000
 End angle [°2θ]: 89.000
 Step size [°2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 15450.49
 Time per step [s]: 0.800
 Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 13

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.155	6.2517	6.2672	0.360	882	320	5.7	8.50
16.990	5.2144	5.2273	0.100	2992	310	19.4	1.07
18.760	4.7262	4.7379	0.280	256	306	1.7	1.90
25.550	3.4835	3.4922	0.400	2088	437	13.5	1.25
26.655	3.3415	3.3498	0.240	15450	346	100.0	89.48
28.640	3.1143	3.1220	0.320	61	199	0.4	0.85
40.010	2.2516	2.2572	0.800	37	79	0.2	3.70
42.950	2.1040	2.1093	0.400	29	92	0.2	1.09
46.700	1.9435	1.9483	0.640	12	77	0.1	0.93
49.655	1.8345	1.8391	0.200	2	59	0.0	0.77
54.690	1.6769	1.6811	0.320	328	76	2.1	12.58
77.885	1.2255	1.2286	0.640	7	23	0.0	1.18
86.835	1.1207	1.1235	0.640	17	22	0.1	3.82

3. Hasil XRD sampel 100 W RF



: 0623-3.DI 16-Jun-2009 13:20
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 75 wt
 Data measured at: 16-Jun-2009 12:27:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 30
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: AUTOMATIC
 Irradiated length [mm]: 12
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: YES

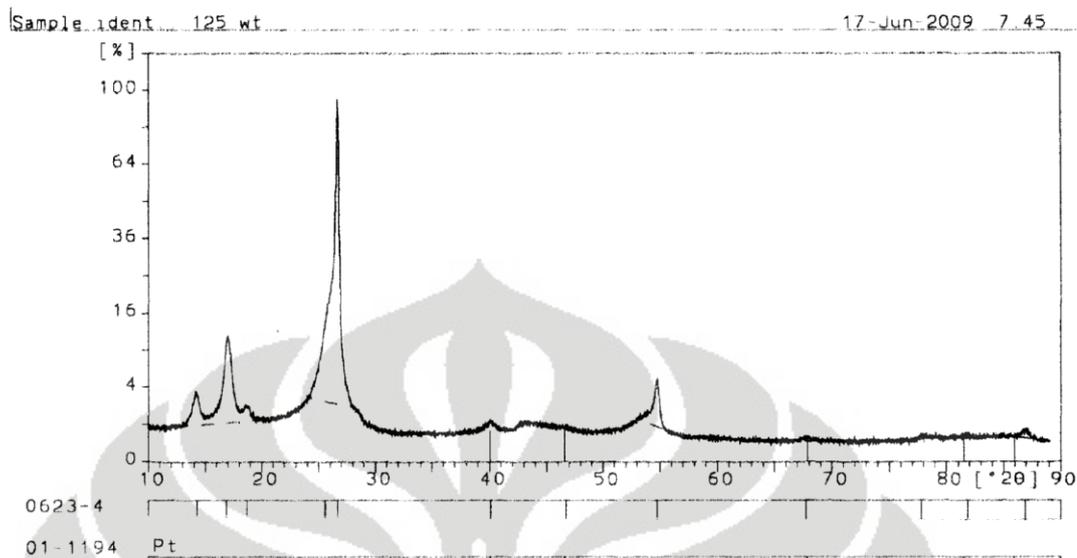
Start angle [°2θ]: 10.000
 End angle [°2θ]: 89.000
 Step size [°2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 15450.49
 Time per step [s]: 0.800
 Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 13

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.155	6.2517	6.2672	0.360	882	320	5.7	8.50
16.990	5.2144	5.2273	0.100	2992	310	19.4	1.07
18.760	4.7262	4.7379	0.280	256	306	1.7	1.90
25.550	3.4835	3.4922	0.400	2088	437	13.5	1.25
26.655	3.3415	3.3498	0.240	15450	346	100.0	89.48
28.640	3.1143	3.1220	0.320	61	199	0.4	0.85
40.010	2.2516	2.2572	0.800	37	79	0.2	3.70
42.950	2.1040	2.1093	0.400	29	92	0.2	1.09
46.700	1.9435	1.9483	0.640	12	77	0.1	0.93
49.655	1.8345	1.8391	0.200	2	59	0.0	0.77
54.690	1.6769	1.6811	0.320	328	76	2.1	12.58
77.885	1.2255	1.2286	0.640	7	23	0.0	1.16
86.835	1.1207	1.1235	0.640	17	22	0.1	3.82

4. Hasil XRD sampel 125 W RF



0623-4.DI 16-Jun-2009 14:21
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 125 wt
 Data measured at: 16-Jun-2009 13:29:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 30
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: AUTOMATIC
 Irradiated length [mm]: 12
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: YES

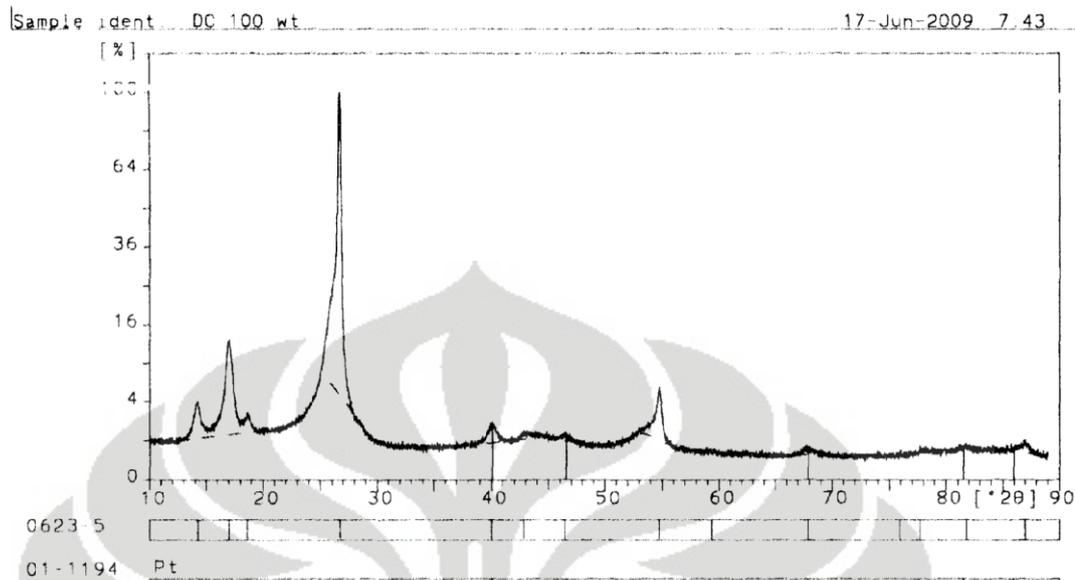
Start angle [°2θ]: 10.000
 End angle [°2θ]: 89.000
 Step size [°2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 15926.44
 Time per step [s]: 0.800

Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 12

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.250	6.2102	6.2256	0.360	708	313	4.4	8.09
16.850	5.2574	5.2704	0.120	2490	299	15.6	0.99
18.645	4.7551	4.7669	0.480	243	292	1.5	4.39
25.530	3.4862	3.4948	0.400	1980	475	12.4	1.08
26.665	3.3403	3.3486	0.200	15926	416	100.0	62.62
40.070	2.2484	2.2540	0.320	52	79	0.3	1.01
46.700	1.9435	1.9483	0.960	8	77	0.1	1.29
54.720	1.6761	1.6802	0.060	335	76	2.1	1.03
67.720	1.3825	1.3859	0.480	7	21	0.0	1.23
77.790	1.2268	1.2298	0.480	7	22	0.0	1.23
81.885	1.1755	1.1784	0.480	5	25	0.0	0.82
86.910	1.1199	1.1227	0.480	18	23	0.1	2.22

5. Hasil XRD sampel 100 W DC



File: 0623-5.DI 17-Jun-2009 7:36
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: DC 100 wt
 Data measured at: 16-Jun-2009 14:29:00

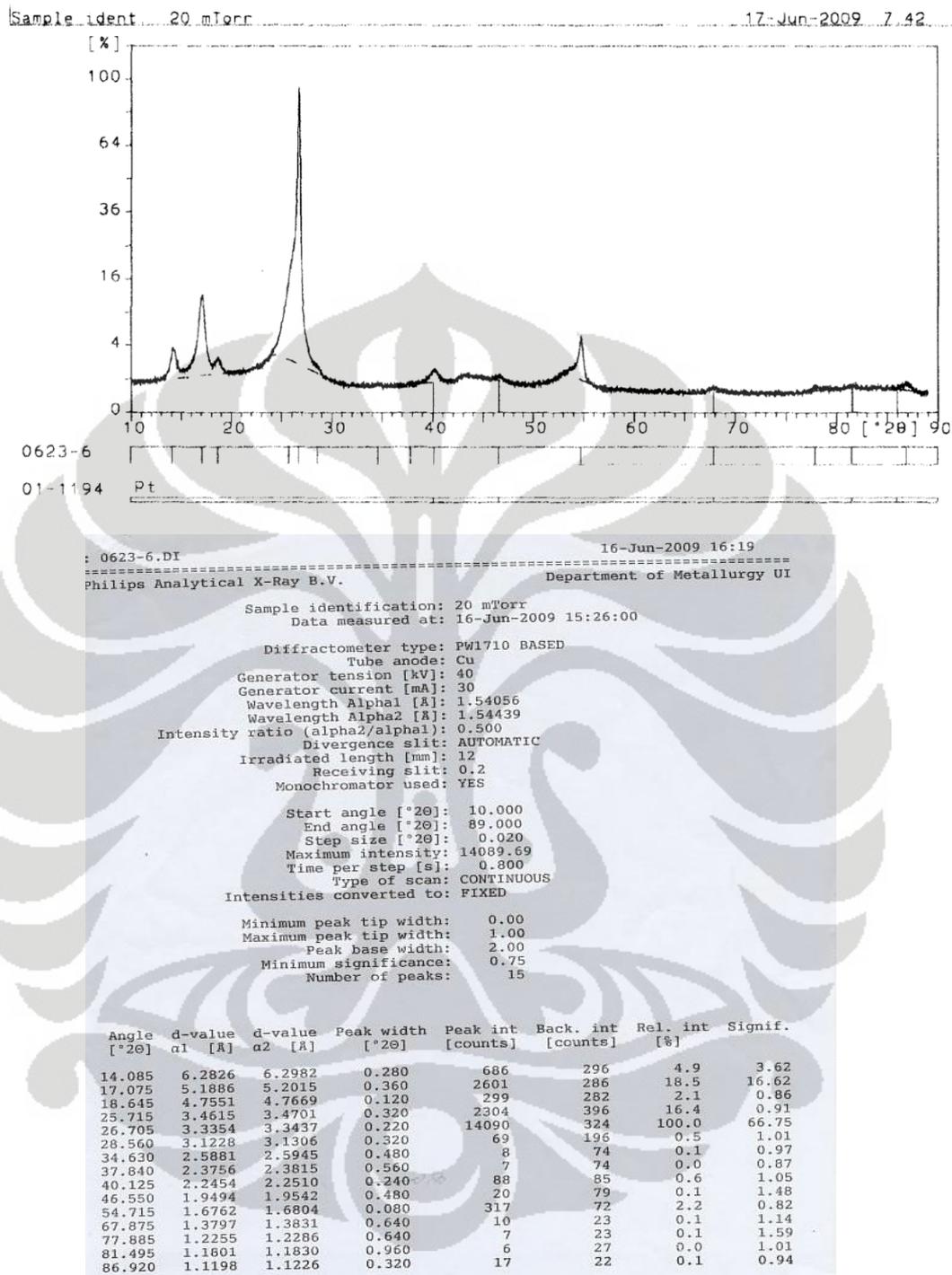
Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 30
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: AUTOMATIC
 Irradiated length [mm]: 12
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 10.000
 End angle [°2θ]: 89.000
 Step size [°2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 12950.44
 Time per step [s]: 0.800
 Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 14

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.245	6.2124	6.2278	0.400	671	303	5.2	9.97
16.995	5.2128	5.2258	0.440	2500	292	19.3	25.83
18.620	4.7614	4.7732	0.160	266	292	2.1	0.77
26.705	3.3354	3.3437	0.260	12950	681	100.0	90.93
40.010	2.2516	2.2572	0.560	108	85	0.8	6.32
42.785	2.1118	2.1170	0.960	23	96	0.2	3.16
46.410	1.9549	1.9598	0.640	25	83	0.2	1.36
54.665	1.6776	1.6818	0.320	299	76	2.3	12.71
59.270	1.5578	1.5617	0.960	2	31	0.0	1.11
67.840	1.3803	1.3838	0.960	11	24	0.1	1.54
75.885	1.2528	1.2559	0.080	4	19	0.0	0.86
77.675	1.2283	1.2313	0.200	7	23	0.1	0.89
81.820	1.1762	1.1792	0.960	6	28	0.0	1.82
86.970	1.1193	1.1221	0.240	22	23	0.2	1.08

6. Hasil XRD sampel 20 mTorr



7. Hasil XRD sampel 30 mTorr

