



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI DAN KARAKTERISASI CARBON NANOTUBE
TERORIENTASI TEGAK MELALUI METODE FILTRASI UNTUK
APLIKASI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL (PEMFC)**

SKRIPSI

**NUR MUCHAMAD ARIFIN
0806333404**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM SARJANA
DEPOK
JUNI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI DAN KARAKTERISASI CARBON NANOTUBE
TERORIENTASI TEGAK MELALUI METODE FILTRASI UNTUK
APLIKASI PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL (PEMFC)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana

**NUR MUCHAMAD ARIFIN
0806333404**

**FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Nur Muchamad Arifin

NPM : 0806 3334 04

Tanda Tangan : 

Tanggal : 26 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Nur Muchamad Arifin
NPM : 080633404
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Modifikasi dan Karakterisasi Carbon Nanotube Terorientasi Tegak Melalui Metode Filtrasi untuk Aplikasi Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

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

Penguji : Kamarza Mulia, PhD

Penguji : Dr. Ir. Asep H. Saputra, M.Eng

Penguji : Dr. Ir. Setiadi, M.Eng

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 26 Juni 2012

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur bagi Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan rahmat-Nya sehingga seminar ini dapat diselesaikan tepat pada waktunya. Dalam penyusunan makalah ini, penulis banyak mendapatkan bantuan, bimbingan, dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

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, pendanaan dan saran dalam pembuatan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Verina J. Wargadalam, Bapak Bono Pranoto, S.T, M.T, Bapak Harun Al Rasyid, S.T., atas bimbingan dan fasilitas laboratorium fuel cell P3TK sehingga penelitian ini dapat terwujud.
3. Kak Danu telah membantu teknis penggunaan peralatan selama di laboratorium *Fuel cell* P3TKEBT.
4. Kang Jajat dan Mang Ijal, Mas Opik, Mas Sri, Mas Eko, Mas Mughni, Mas Her, Mas Rinan, Mbak Yanti, Mbak Ita, serta seluruh karyawan DTK UI atas bantuannya dalam administrasi dan perlengkapan skripsi.
5. Serta semua pihak yang telah membantu penyusunan skripsi ini baik secara langsung ataupun tidak langsung.

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

Depok, 26 Juni 2012

Nur Muchamad Arifin

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

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

Nama : Nur Muchamad Arifin
NPM : 0806333404
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:

Modifikasi dan Karakterisasi Carbon Nanotube Terorientasi Tegak Melalui Metode Filtrasi untuk Aplikasi *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC)

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 : 26 Juni 2012
Yang menyatakan



(Nur Muchamad Arifin)

ABSTRAK

Nama : Nur Muchamad Arifin
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Carbon Nanotube Terorientasi Tegak Melalui Metode Filtrasi untuk Aplikasi Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

Penggunaan *carbon nanotube* (CNT) terorientasi tegak sebagai penyangga katalis menjanjikan peningkatan kinerja *proton exchange membrane fuel cell* (PEMFC) yang disebabkan oleh keunggulan konduktivitas elektrik, efisiensi transpor gas reaktan dan luas permukaan spesifik dari katalis dibandingkan CNT terorientasi acak maupun karbon amorf. Metode filtrasi menggunakan filter hidrofilik diharapkan dapat membuat orientasi CNT yang bersifat hidrofobik menjadi tegak akibat interaksi antar CNT dengan filter. Pada penelitian ini didapatkan kesimpulan bahwa CNT dengan diameter 10-20 nm dan panjang 30-100 μm tetap mengalami aglomerasi sehingga diperlukan evaluasi lebih lanjut mengenai dimensi (panjang dan diameter) CNT yang cocok untuk digunakan pada metode filtrasi.

Kata Kunci: *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC), Metode Filtrasi, CNT Terorientasi.

ABSTRACT

Name : Nur Muchamad Arifin
Major : Chemical Engineering
Title : Modification and Characterization of Vertically Aligned Carbon Nanotube with Filtration Method for Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

Vertically aligned carbon nanotubes (CNT) as a catalyst support promise enhancing proton exchange membrane fuel cell (PEMFC) performance caused by superiority of electrical conductivity, reactant gas transport and specific surface area of the catalyst than randomly oriented CNTs and amorphous carbon. Filtration method using hydrophilic filter is expected to make vertical orientation of hydrophobic CNT due to interactions between CNT with the filter. In this study, lead to the conclusion that the CNTs with diameters of 10-20 nm and length 30-100 μm still agglomerate after deagglomeration treatment. It make further research to evaluate the types of CNT that suitable for the filtration method still needed.

Keywords : *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC), Filtration Method, Vertically Aligned CNT.

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR SINGKATAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. LATAR BELAKANG.....	1
1.2. RUMUSAN MASALAH	2
1.3. TUJUAN PENELITIAN	2
1.5. SISTEMATIKA PENULISAN	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 <i>Proton Exchange Membrane Fuel Cell</i> (PEMFC).....	4
2.2 Struktur PEMFC.....	5
2.2.1 Pelat Bipolar	6
2.2.2 <i>Membrane Elektrode Assembly</i> (MEA).....	6
2.2.3 Polimer Elektrolit Membran	8
2.2.4 Pelat Penutup	9
2.3 Kinerja PEMFC.....	9
2.3.1 <i>Activation Losses</i>	10
2.3.2 <i>Crossover Losses</i>	10
2.3.3 <i>Ohmic Losses</i>	10
2.3.4 <i>Mass Transport Losses</i>	11
2.4 <i>Carbon Nanotube</i> Sebagai Penyangga Katalis.....	11
2.4.1 Kelebihan <i>Carbon Nanotube</i> sebagai Penyangga Katalis	12
2.4.2 Ketahanan Karbon sebagai Penyangga Katalis	13

2.5 <i>Carbon Nanotube</i> Terorientasi Tegak.....	16
2.5.1 Peningkatan Konduktivitas Elektrik dan Luas Permukaan Spesifik Katalis	17
2.5.2 Peningkatan Efisiensi <i>Mass Transport</i> dan Manajemen Air	18
2.5.3 Peningkatan Kinerja PEMFC Keseluruhan	19
2.6 Sintesis <i>Carbon Nanotube</i> Terorientasi Tegak melalui Metode Filtrasi	20
2.6.1 Deagglomerasi <i>Carbon Nanotube</i>	22
2.6.2 Fungsionalisasi <i>Carbon Nanotube</i>	24
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Rancangan Penelitian	26
3.2 Rincian Kegiatan Penelitian	28
3.2.1 Ultrasonikasi dan Fungsionalisasi	28
3.2.2 Sintesis dan Deposisi Katalis Cu – Metode Polyol	29
3.2.3 Preparasi Membran Nafion.....	30
3.2.4 Filtrasi Vakum dan Transfer CNT ke Membran NAFION.....	31
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Pengaruh Ultrasonikasi terhadap Agregat CNT.....	33
4.2 Pengaruh Fungsionalisasi pada CNT	34
4.3 Analisa Deposisi Katalis Menggunakan Metode Polyol	39
4.4 Pengaruh Filter Hidrofilik pada Orientasi CNT	41
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	48
Lampiran 1. Spesifikasi <i>Aligned Carbon Nanotube</i> yang dibeli.....	48
Lampiran 2. Hasil FESEM untuk CNT setelah ditransfer ke NAFION.....	49
Lampiran 3. Hasil FTIR	53
Lampiran 4. Hasil EDS untuk CNT setelah melalui metode Polyol.....	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur PEMFC (Wiranata, 2010).....	5
Gambar 2. 2 Jenis-jenis lajur aliran: (a) serpentine channel, (b) parallel channel, (c) parallel serpentine channel, (d) discontinuous channels, (e) spiral channel geometry (Anggraini, 2010)	6
Gambar 2. 3 Diagram skematik struktur MEA. BP – bipolar plate; GDL – gas diffusion layer; ACL – lapisan katalis anoda; CCL – lapisan katalis katoda; PEM – membran penukar proton (Borup, 2007).....	7
Gambar 2. 4 Struktur Nafion® (Hoogers, 2003).....	8
Gambar 2. 5 Kurva polarisasi PEMFC (Barbir, 2005).....	9
Gambar 2. 6 Struktur CNT (O’Connel, 2006).....	11
Gambar 2. 7 CNT menyediakan Triple Phase Boundary pada lapisan katalis (Budevski, 2003)...	13
Gambar 2. 8 Ilustrasi degradasi ionomer (Parry, 2010)	15
Gambar 2. 9 Hasil SEM untuk (a) <i>Aligned Carbon Nanotube</i> melalui penumbuhan in-situ (Di-Jia, 2011), (b) <i>Aligned Carbon Nanotube</i> melalui metode filtrasi (Li et al, 2005).....	16
Gambar 2. 10 Ilustrasi Lapisan Katoda dengan CNT terorientasi tegak dan acak	17
Gambar 2. 11 Sudut kontak permukaan untuk (a) CNT terorientasi tegak, (b) CNT non-orientasi,(c) Carbon Vulcan dengan PTFE 30% (Li et al, 2005).....	18
Gambar 2. 12 Hasil uji satu sel (a)CNT melalui metode filtrasi (Li et al, 2005) , (b)CNT melalui penumbuhan langsung (Di-Jia et al, 2011).....	20
Gambar 2. 13 Skema Proses Filtrasi (Li et al, 2011).....	21
Gambar 2. 14 Hasil SEM (a) CNT sebelum dilakukan perlakuan apapun, (b) CNT setelah mengalami <i>high speed shearing</i> (Yao et al, 2003).....	23
Gambar 2. 15 Hasil SEM untuk (a) <i>Prestine</i> CNT , (b) CNT setelah mengalami perlakuan fisik, (c) CNT setelah mengalami <i>strong acid treatment</i> (Yao et al, 2003).....	23
Gambar 2. 16 Proses fungsionalisasi yang diikuti deposisi katalis menggunakan metode polyol (Amini et al).....	24
Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian.....	27
Gambar 3. 2 Proses ultrasonikasi	28

Gambar 3. 3 Proses sintesis dan deposisi katalis Cu	30
Gambar 3. 4 Proses preparasi membran Nafion®	31
Gambar 3. 5 Filtrasi Vakum	32
Gambar 4.1 Hasil FESEM (a) Serbuk Carbon Nanotube hasil FESEM sendiri, (b) hasil SEM Produsen CNT (kanan) – Chengdu Organic Chemical	33
Gambar 4.2 Hasil FESEM (a) Agregat CNT sebelum Ultrasonikasi, (b) Agregat CNT setelah Ultrasonikasi	34
Gambar 4.3 Pengaruh fungsionalisasi terhadap dispersi CNT pada air	35
Gambar 4.4 Hasil FESEM (a) CNT dengan perlakuan <i>strong oxidation</i> , (b) CNT dengan perlakuan <i>mild oxidation</i>	36
Gambar 4.5 Hasil FESEM (a) CNT sebelum difungsionalisasi , (b) CNT setelah difungsionalisasi menggunakan <i>mild oxidation</i> pada perbesaran 1µm dan 500 nm.....	37
Gambar 4.6 Hasil FESEM (a) Serbuk CNT, (b) CNT yang telah difungsionalisasi	38
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi FTIR untuk CNT sebelum modifikasi, CNT terfungsionalisasi dan CNT yang telah dideposisikan Cu.....	38
Gambar 4.8 Hasil FESEM (a) CNT-Prestine , (b) CNT yang telah dideposisikan Cu pada perbesaran 50.000 kali	39
Gambar 4.9 Hasil FESEM (a) CNT terfungsionalisasi, (b) CNT yang telah dideposisikan Cu pada perbesaran 200.000 kali.....	40
Gambar 4.10 Hasil EDS untuk CNT yang telah mengalami perlakuan Polyol	40
Gambar 4.11 Hasil FESEM (a) CNT pada permukaan filter Whatman, (b) CNT pada permukaan filter hidrofilik (Polikarbonat)	41
Gambar 4.12 Hasil FESEM (a) CNT pada permukaan kertas filter polikarbonat, (b) CNT setelah difilter dan dipindahkan ke membran NAFION.....	42
Gambar 4.13 Hasil FESEM untuk CNT pada membran NAFION pada beragam perbesaran	43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil analisa XPS pada uji durabilitas PEMFC selama 2250 jam.....	14
Tabel 2.2 Hasil analisa XPS pada uji durabilitas PEMFC	14



DAFTAR SINGKATAN

CNT	= <i>Carbon Nanotubes</i>
MWNT	= <i>Multiwalled Carbon Nanotubes</i>
SWNT	= <i>Singlewalled Carbon Nanotubes</i>
GDL	= <i>Gas Diffusion Layer</i>
MEA	= <i>Membrane Electrode Assembly</i>
OCV	= <i>Open Circuit Voltage</i>
ORR	= <i>Oxygen Reduction Reaction</i>
P3TKEBT	= Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Ketenagalistrikan dan Energi Baru Terbarukan
PEM	= <i>Proton Exchange Membrane / Polymer Electrolyte Membrane</i>
PEMFC	= <i>Proton Exchange Membrane Fuel cell</i>
PTFE	= <i>Polytetrafluoroethylene</i> atau Teflon [®]
FESEM	= <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy</i>
FTIR	= <i>Fourier transform Infrared</i>



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1. LATAR BELAKANG

Penggunaan bahan bakar fosil dengan konversi energi menggunakan siklus termodinamik menimbulkan masalah berupa emisi zat sisa pembakaran yang memiliki efek merugikan terhadap lingkungan. *Polymer electrolyte membrane fuel cell* (PEMFC) saat ini pesat dikembangkan sebagai sistem konversi energi ramah lingkungan. *Fuel cell* juga memiliki kelebihan pada bahan bakar yang dipakai, yaitu hidrogen yang dapat dihasilkan dari sumber terbarukan. Ditambah lagi, PEMFC hanya menghasilkan air sebagai sisa buangan. Teknologi *fuel cell* berbahan bakar hidrogen tersebut kini tengah dikembangkan pada banyak aplikasi seperti mobil *zero emission* ataupun pada sumber listrik peralatan elektronik portabel. Namun, pengembangan PEMFC mengalami kendala-kendala sebelum dapat digunakan sebagai alat konversi energi yang dipakai secara massal.

Kendala yang timbul utamanya disebabkan rumitnya *oxygen reduction reaction* (ORR) pada katoda menyebabkan nilai *exchange current density* ORR 10^5 kali lebih rendah dibanding oksidasi hidrogen sehingga pengembangan katoda berperforma tinggi diperlukan. Masalah lain berkaitan dengan durabilitas PEMFC yang sangat dipengaruhi oleh stabilitas lapisan katalis. Kendala tersebut muncul karena penggunaan *carbon black* sebagai penyangga katalis. *Carbon black* memiliki keterbatasan transport massa pada densitas arus tinggi disebabkan oleh strukturnya yang *dense* sehingga memicu rendahnya utilisasi katalis platina. Ditambah lagi, penelitian menunjukkan lapisan katalis berpenyangga *carbon black* mengalami perubahan struktur dan degradasi yang juga memicu degradasi katalis setelah digunakan dalam jangka waktu tertentu (Wang, 2004).

Penggunaan *Carbon Nanotube* (CNT) diharapkan dapat mengatasi kelemahan-kelemahan tersebut mengingat keunggulannya pada stabilitas struktur antar karbon yang mencegah terjadinya degradasi. CNT dengan komponen *graphite* yang lebih tinggi juga menunjukkan konduktivitas elektrik yang jauh lebih baik dibanding *carbon black* (Tang, 2011). Sebagai tambahan, interaksi yang efektif antar CNT-katalis dapat meningkatkan kinerja katalis dengan memfasilitasi transfer elektron untuk reaksi pada PEMFC. CNT juga memiliki

sifat hidrofobik sehingga dapat membantu manajemen air pada lapisan GDL (Li, 2005).

Penelitian lebih lanjut menunjukkan bahwa CNT yang terorientasi tegak memberikan peningkatan kinerja yang lebih baik dibanding yang terorientasi acak. CNT yang terorientasi tegak memiliki konduktivitas elektrik dan transport gas yang lebih baik sehingga menghasilkan densitas daya yang lebih tinggi dibanding CNT terorientasi acak. Untuk menghasilkan CNT terorientasi tegak dapat dilakukan dengan penumbuhan langsung maupun dengan metode filtrasi. Metode filtrasi lebih mudah dan murah untuk diaplikasikan namun CNT yang umumnya teragglomerasi membuat tidak seluruh jenis CNT dapat dipakai untuk metode tersebut. Pada penelitian ini dibahas secara rinci pengaruh tahapan-tahapan filtrasi seperti jenis CNT yang dipakai, fungsionalisasi, deposisi katalis dan filtrasi menggunakan filter hidrofilik terhadap orientasi *carbon nanotube*.

1.2. RUMUSAN MASALAH

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah masih rendahnya efisiensi kinerja PEMFC yang utamanya disebabkan oleh lambatnya reaksi reduksi oksigen di katoda. Penggunaan CNT sebagai penyangga katalis telah terbukti mampu meningkatkan utilisasi dan ketahanan katalis. Lebih lanjut diketahui bahwa CNT yang terorientasi tegak memberikan peningkatan kinerja yang lebih baik dibanding yang terorientasi acak.

1.3. TUJUAN PENELITIAN

Tujuan penelitian ini adalah mensintesis CNT yang terorientasi tegak menggunakan metode vakum filtrasi dan mengkarakterisasi CNT yang terbentuk dengan membandingkan morfologi dan sifat dari CNT terorientasi dengan non-orientasi. Tujuan lainnya adalah memahami pengaruh fungsionalisasi, pengaruh filtrasi, dan jenis CNT yang dipakai terhadap orientasi CNT setelah difilter.

1.4. RUANG LINGKUP MASALAH

Penelitian ini dibatasi dengan :

1. Jenis filter yang digunakan adalah filter polikarbonat dengan pori 0,4 μm yang dibeli dari membrane solution
2. Filtrasi menggunakan vakum filtrasi dengan diameter 4 cm

3. Jenis CNT yang digunakan adalah *Aligned Carbon Nanotube* yang dibeli dari Chengdu Organic Chemical, Chienese Academy of Sciences dengan diameter 10-20 nm dan panjang 30-100 μm .
4. Katalis yang dipakai adalah Cu dengan prekursor CuCl_2 didispersikan menggunakan metode polyol

1.5. SISTEMATIKA PENULISAN

Sistematika penulisan dalam makalah adalah sebagai berikut :

Bab 1: PENDAHULUAN

Menjelaskan latar belakang permasalahan, perumusan masalah, tujuan penelitian, ruang lingkup permasalahan, dan sistematika penulisan.

Bab 2 : TINJAUAN PUSTAKA

Menjelaskan sel bahan bakar, jenis dan prinsip kerja sel bahan bakar, PEMFC dan komponen-komponennya, penggunaan CNT sebagai penyangga katalis, keunggulan CNT terorientasi dibanding yang tidak.

Bab 3 : METODE PENELITIAN

Menjelaskan rancangan penelitian, variabel-variabel yang akan digunakan dalam penelitian dan metode yang digunakan selama penelitian, mulai dari preparasi metode filtrasi hingga jenis karakterisasi yang dipakai.

Bab 4 : PEMBAHASAN

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

BAB 5 : KESIMPULAN

Menjelaskan kesimpulan yang diperoleh dari pembahasan serta saran untuk penelitian selanjutnya

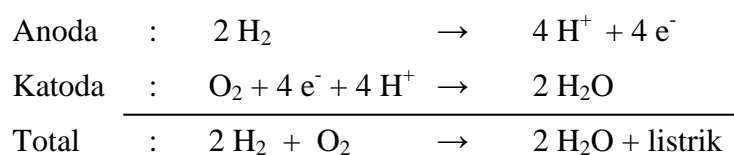
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)

Fuel cell adalah suatu alat elektrokimia yang secara kontinu mengkonversi energi kimia menjadi energi listrik secara langsung sepanjang bahan bakar dan oksidan dialirkan. *Fuel cell* mirip dengan baterai, perbedaannya baterai adalah alat untuk menyimpan energi, sedangkan *fuel cell* adalah alat untuk mengkonversi energi. Selama ada suplay bahan bakar maka *fuel cell* dapat terus memproduksi listrik. Sebuah *fuel cell* tidak mengindahkan semua proses tersebut dan menghasilkan listrik dengan sebuah tahap (Hoogers, 2003). Oleh karena itu, *fuel cell* memiliki efisiensi teoritis yang lebih tinggi dibandingkan mesin yang menggunakan sistem konversi energi berdasarkan siklus termodinamika yang melibatkan pembakaran. Saat gas hidrogen digunakan sebagai bahan bakar, *fuel cell* menghasilkan listrik dan air murni sehingga *fuel cell* disebut juga *zero emission engine*.

Teknologi *fuel cell* yang memiliki efisiensi tinggi dan *zero emission* ini dapat menjadi jawaban atas isu ketahanan energi yang saat ini banyak dikhawatirkan. Oleh karena itu *fuel cell* banyak dikembangkan secara komersial dan aplikasi militer, seperti kendaraan, peralatan listrik *portabel*, dan *power plant*. Banyak tantangan yang harus dihadapi sebelum *fuel cell* dapat diproduksi secara komersial dan berskala besar. Yang utama adalah biaya. Untuk mendapatkan performa yang optimal umumnya dibutuhkan bahan dan alat yang terbaik. Membran, katalis, dan *cell stack* sangat mahal saat ini. Sistem produksi dan penyimpanan hidrogen dalam jumlah besar masih sulit ditemui.

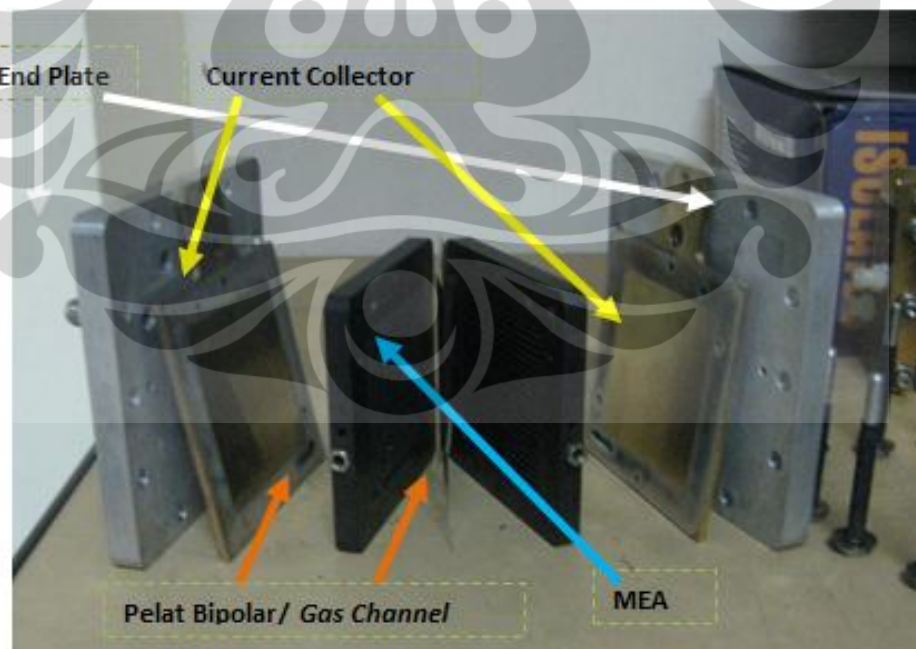
Ada banyak jenis *fuel cell*. Perbedaan utama terletak pada elektrolitnya. Yang akan dibahas disini adalah elektrolit bertipe membran polimer atau *Polymer Electrolyte Membrane* (PEM). PEMFC adalah jenis *fuel cell* dengan membran elektrolit dari polimer dengan bahan bakar hidrogen diumpankan ke anoda dan oksigen ke katoda. Reaksi yang terjadi untuk *fuel cell* jenis ini adalah:



Total reaksi redoks tersebut menghasilkan potensial maksimum sebesar 1,23 Volt dan memiliki nilai energi bebas gibbs yang negative. Hal ini berarti reaksi tersebut dapat berlangsung secara spontan. 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 (Lister dan McLean, 2004).

2.2 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 GDL atau sering juga disebut *porous gas-backing layer*, lapisan katalis (*active layer*), dan membran, dan yang terakhir adalah pelat penutup (*endplate*) (EG&G, 2000). Struktur PEMFC lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2. 1 Struktur PEMFC
(Wiranata, 2010)

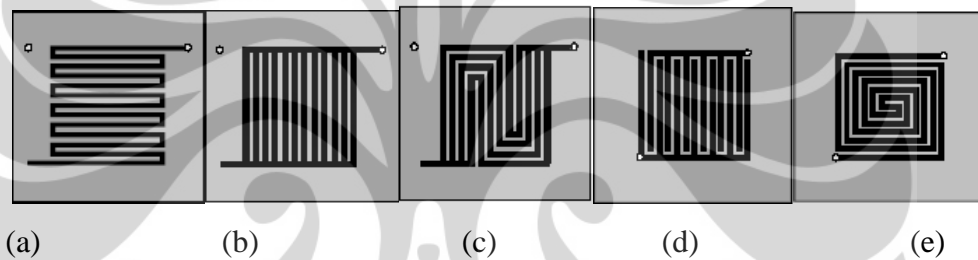
2.2.1 Pelat Bipolar

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*) seperti yang ditunjukkan Gambar 2.2.

Pelat bipolar memiliki beberapa fungsi diantaranya (Hermann, 2005):

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.

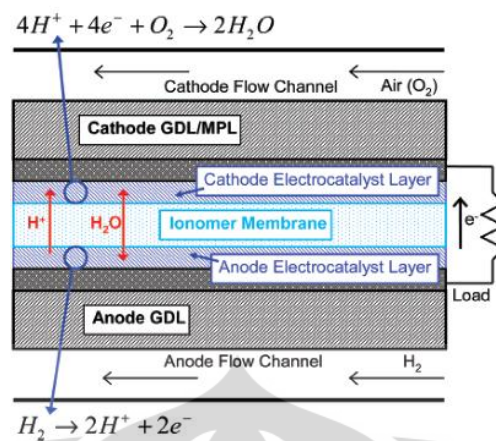
Kriteria sifat fisik dari pelat bipolar yaitu: baik secara konduktivitas listrik dan panas, *gas-tightness*, kuat secara mekanis dan baik secara stabilitas kimia terhadap kondisi oksidasi dan reduksi serta faktor keekonomisannya (Moreira, 2002).



Gambar 2. 2 Jenis-jenis lajur aliran: (a) serpentine channel, (b) parallel channel, (c) parallel serpentine channel, (d) discontinuous channels, (e) spiral channel geometry (Anggraini, 2010)

2.2.2 Membrane Elektrode Assembly (MEA)

Bagian penting pada PEMFC yang mengkonversikan reaktan menjadi listrik terdapat di 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 GDL dengan katalis. Susunan MEA ini disebut dengan MEA dengan lima lapisan (GDL-katalis anoda-membran-katalis katoda-GDL), seperti yang ditunjukkan Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Diagram skematik struktur MEA. BP – bipolar plate; GDL – gas diffusion layer; ACL – lapisan katalis anoda; CCL – lapisan katalis katoda; PEM – membran penukar proton (Borup, 2007)

2.2.2.1 Gas Diffusion Layer

Lapisan pertama adalah (*Gas Diffusion Layer*) GDL yang memiliki fungsi, antara lain:

- melewati gas-gas reaktan dan produk untuk mengalir di antara anoda dan katoda
- penyangga struktural bagi lapisan katalis
- konduktor listrik antara katalis dan *current collector plate*
- terkadang, GDL juga digunakan sebagai substrat untuk deposisi katalis.

GDL umumnya *Carbon Fiber Paper* (CFP) atau *Carbon Cloth* (CC) yang dapat mengumpulkan arus sekaligus melewati gas. MEA yang dibentuk dari kain karbon dapat mencerminkan kinerja daya yang lebih tinggi dibandingkan dengan kertas karbon. Namun golongan akademisi dan industri umumnya menggunakan kertas karbon karena biaya yang lebih murah.

Untuk menjalankan fungsinya dengan baik, GDL harus memiliki ketebalan serendah mungkin dengan hambatan listrik yang rendah. Dengan ketebalan yang rendah, gas-gas reaktan dan produk akan dapat berdifusi dengan lebih mudah (permeabilitas gas tinggi). Untuk menghasilkan transport massa yang optimum, GDL dibuat bersifat porous tanpa terlalu menurunkan konduktivitas listriknya. Berdasarkan praktek, GDL yang terlalu tipis tidak dapat memberikan kontak elektrik yang baik antara *current collector plate* dengan lapisan katalis,

sementara GDL yang terlalu tebal menghasilkan hambatan listrik yang terlalu besar. Oleh karena itu, setiap jenis material yang digunakan sebagai GDL memiliki ketebalan optimum tertentu yang berbeda-beda (Mathur, 2005).

2.2.2.2 Lapisan Katalis Katoda

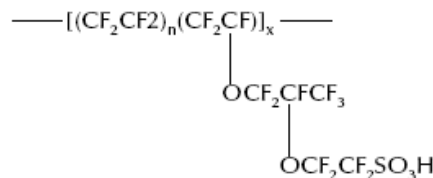
Reaksi reduksi oksigen atau *Oxygen Reduction Reaction* (ORR) adalah reaksi yang terdiri dari banyak reaksi elementer. Kompleksnya jalur reaksi membuat ORR berjalan lambat. Salah satu parameternya adalah nilai *exchange current density*. *Exchange current density* ORR 10^5 kali lebih rendah dari oksidasi hidrogen. Perbedaan inilah yang membuat kinerja PEMFC sangat bergantung pada aktivitas katoda. Oleh sebab itu pengembangan elektroda PEMFC umumnya dilakukan pada katoda.

2.2.2.3 Lapisan 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 PEMFC katalis yang digunakan biasanya adalah Pt, akan tetapi harga katalis ini sangat mahal dan mudah teracuni 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 (Jamal, 2008).

2.2.3 Polimer Elektrolit 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[®]

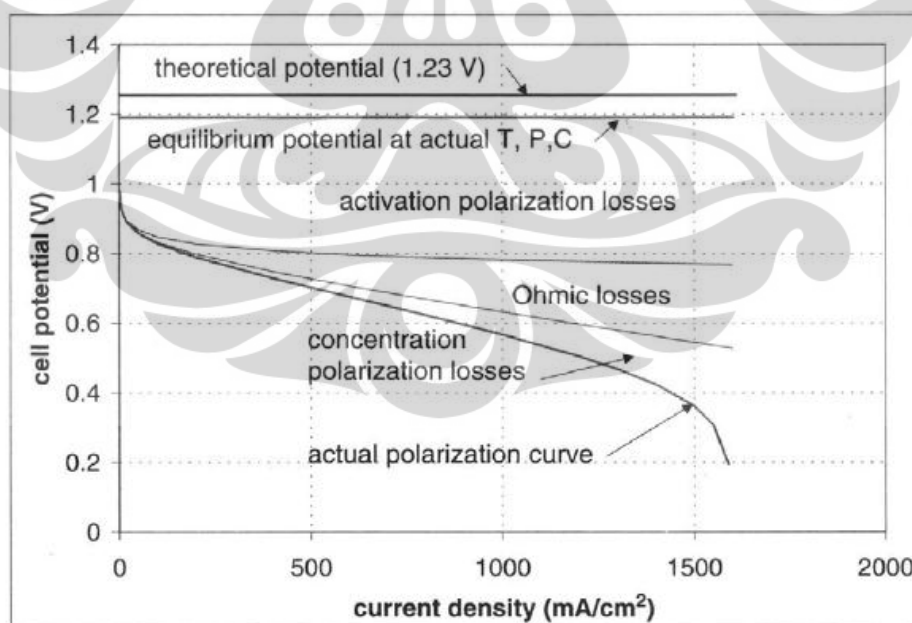
(Hoogers, 2003)

2.2.4 Pelat Penutup

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* (EG&Gdck, 2000).

2.3 Kinerja PEMFC

Kinerja PEMFC biasanya ditentukan melalui kurva polarisasi atau kurva V-I, dimana 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, seperti yang ditunjukkan Gambar 2.5. Kurva 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,.



Gambar 2. 5 Kurva polarisasi PEMFC

(Barbir, 2005)

2.3.1 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. *Activation losses* ini berdasarkan aktivitas katalis. Semakin baik katalisnya, semakin sedikit energy aktivasi yang diperlukan. Untuk saat ini, platinum merupakan katalis terbaik yang dapat digunakan untuk PEMFC.

2.3.2 Crossover Losses

Crossover terdiri dari *crossover* bahan bakar dan *crossover* elektron. *Open Circuit Voltage* (OCV) adalah voltase sel sebelum dibebani. 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 ketidak sempurnaan 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.

2.3.3 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 PEMFC karena sebagian besar kinerjanya dihubungkan dengan *current density*. $V = ir$, dimana i adalah *current density* dan r adalah *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. Penggunaan CNT sebagai penyangga katalis yang memiliki

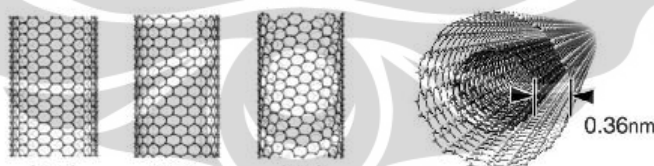
konduktivitas tinggi diharapkan dapat mengurangi kehilangan energi akibat tahanan dan meningkatkan densitas daya yang dihasilkan.

2.3.4 Mass Transport Losses

Penurunan tegangan yang disebabkan oleh masalah transfer massa berhubungan dengan penurunan konsentrasi gas hidrogen dan oksigen di elektroda. Pada arus tinggi, air akan terbentuk dengan jumlah yang cukup banyak pada katoda, hal ini dapat menyebabkan *flooding* pada lapisan katalis atau elektroda dan menghambat penetrasi gas oksigen. Oleh karena itu, penting untuk mencegah *flooding* terjadi pada katoda.

2.4 Carbon Nanotube Sebagai Penyangga Katalis

Carbon Nanotube (CNT) adalah suatu rangkaian karbon berukuran nano yang mempunyai rasio antara panjang dan diameter hingga 28.000.000 : 1 (Wang, 2008). Rasio ini jauh lebih besar dibanding material lain. CNT memiliki sifat-sifat yang baik sehingga berpotensi untuk digunakan pada berbagai aplikasi dalam nanoteknologi, elektronik, optik, termasuk sebagai penyangga katalis. Struktur CNT ditunjukkan pada Gambar 2.6. Sebagai penyangga katalis pada PEMFC, CNT yang berupa tube berukuran nanometer dapat menyediakan saluran transport gas. Volume tube yang kecil tidak memungkinkan mengalirnya material lain selain gas. CNT tersebut didapatkan dengan panjang antara 100 hingga 1.000 nm. Dengan panjang tersebut, suatu tube CNT dapat menembus seluruh lapisan reaksi dan menyediakan ventilasi yang baik bagi reaksi yang terjadi (Budevski, 2003).



Gambar 2. 6 Struktur CNT (O'Connel, 2006)

CNT secara umum dapat dibagi menjadi 2 jenis yaitu :

1. *Single-Walled Carbon Nanotube* (SWNT)

Jenis karbon nanotube berdiameter antara 0.4 nm dan 2.5 nm dengan panjang beberapa mikrometer sampai beberapa milimeter. Karbon nanotube jenis SWNT memiliki 3 jenis bentuk struktur yang berbeda antara lain: *armchair type*, *zig-zag type*, dan *helical type*.

2. *Multi-Walled Carbon Nanotube*(MWNT)

CNT jenis ini merupakan SWNT yang tersusun secara aksial konsentris dengan jarak antara SWNT yang satu dengan yang lainnya sebesar 0.34 nm. Jumlah lapisan yang terdapat MWNT bervariasi dari dua sampai beberapa puluh lapisan, sehingga memungkinkan diameter eksternalnya mencapai 100 nm.

Jenis MWNT lebih banyak diaplikasikan untuk PEMFC karena sifat konduktivitas elektriknya yang lebih tinggi dan biaya pembuatannya yang lebih rendah (Wang, 2004)

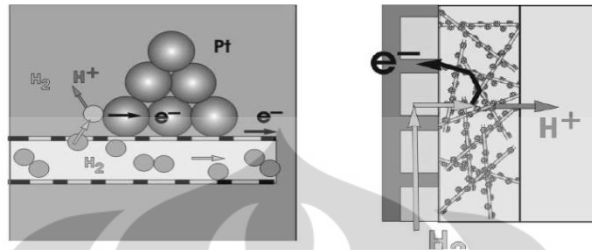
2.4.1 Kelebihan *Carbon Nanotube* sebagai Penyangga Katalis

CNT memiliki kekuatan yang luar biasa dan sifat elektrik yang unik serta merupakan konduktor panas yang efisien. CNT ini dapat dimanfaatkan sebagai pengganti dari penggunaan Carbon Vulcan X72. Tujuannya adalah mengatasi masalah degradasi katalis Pt dan meningkatkan kualitas konduktivitas lapisan elektroda. Pembuktian durabilitas CNT telah dilakukan dengan potensiostatic treatment yang dilakukan selama 168 jam pada Pt yang disangga oleh CNT maupun karbon Vulcan XC-72. Uji tersebut menunjukkan bahwa CNT memiliki oksida permukaan yang lebih sedikit dari Vulcan XC-72. Beberapa kelebihan lain CNT jika dibandingkan dengan *carbon black* Vulcan XC-72 antara lain (O'Connell, 2006):

1. CNT memiliki kekuatan yang jauh lebih tinggi dari *carbon black* karena ikatan antar atom karbon pada CNT merupakan salah satu ikatan terkuat di alam. Ikatan tersebut menyebabkan CNT memiliki modulus Young dan yield strength yang tinggi
2. CNT memiliki konduktivitas elektrik yang tinggi
3. Konduktivitas termal CNT pada suhu ruang mencapai 6000 W/mK

Sebagai tambahan keunggulan CNT dalam meningkatkan performa PEMFC disebabkan CNT memiliki luas area spesifik yang tinggi sehingga jumlah katalis yang dapat terdispersi dan terutilisasi untuk berkontak dengan gas-gas reaktan lebih baik dibanding CB. CB walaupun memiliki luas area permukaan lebih tinggi dibanding CNT namun seringkali menempatkan katalis pada tempat yang terkubur dan tidak teakses oleh reaktan. Dengan demikian, CNT menyediakan *triple phase boundary* (Gambar 2.7) antara gas-elektroda-elektrolit

yang lebih baik dibanding carbon black yang seringkali memberikan posisi Pt pada posisi tidak terjangkau oleh gas maupun elektrolit. Selain itu, CNT memiliki impuritas lebih sedikit dibanding carbon black yang memiliki organosulfur dalam kuantitas yang dapat meracuni katalis Pt.



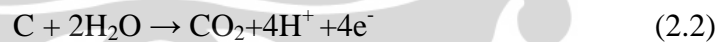
Gambar 2. 7 CNT menyediakan Triple Phase Boundary pada lapisan katalis (Budevski, 2003)

2.4.2 Ketahanan Karbon sebagai Penyangga Katalis

Degradasi karbon terjadi karena korosi yang disebabkan oleh reaksi oksidasi elektrokimia yang dialami karbon pada kondisi operasi PEMFC sehingga karbon membentuk CO₂ dan oksida karbon lainnya ditunjukkan pada reaksi 2.1.

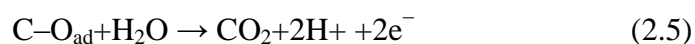
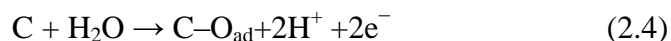


Jika penyangga karbon teroksidasi menjadi CO₂, struktur morfologi karbon penyangga akan berubah menyebabkan Pt ikut hilang dari penyangga karbon. Dengan demikian semakin banyak karbon yang teroksidasi, semakin banyak pula Pt yang hilang sehingga memicu terjadinya penurunan area aktif dan performa PEMFC.



Secara teoritis, mekanisme degradasi pada karbon diterangkan oleh persamaan 2.2 dan 2.3. Pada reaksi 2.2 dan 2.3 (Maass, 2007) karbon di anoda teroksidasi menjadi CO₂ ataupun CO akibat kekurangan hidrogen untuk menghasilkan elektron yang digunakan pada reaksi reduksi oksigen di katoda. Akibatnya karbon yang teroksidasi untuk memenuhi kebutuhan elektron pada katoda. Keberadaan air pada anoda memungkinkan karena oksigen seringkali dapat menembus lapisan membran elektrolit dan masuk kedalam anoda. Peristiwa tersebut juga memicu tegangan yang dihasilkan menjadi negatif akibat operasi PEMFC yang berbalik diantara elektroda sehingga reaksi serupa dapat terjadi pada katoda.

Oksidasi pada permukaan juga dapat menghasilkan ikatan C-O (persamaan 2.4) pada karbon di permukaan dan dapat terjadi oksidasi lebih lanjut seperti yang ditunjukkan persamaan 2.5.



Keberadaan partikel Pt juga mempercepat laju degradasi seperti yang ditunjukkan persamaan 2.6 berikut.



Tabel 2.1 Hasil analisa XPS pada uji durabilitas PEMFC selama 2250 jam

Materials	Pt			C		
	Pt	PtO	PtO ₂	C-C	C-O	C=O
New Pt/C catalyst (%)	55.3	39.6	5.1	92.3	7.7	0
Cathode Pt/C after 2250 h (%)	42.3	42.2	15.5	74.6	15.6	7.8
Anode Pt/C after 2250 h (%)	49.5	38.5	11.9	74.8	18.3	6.9

(Wang, 2009)

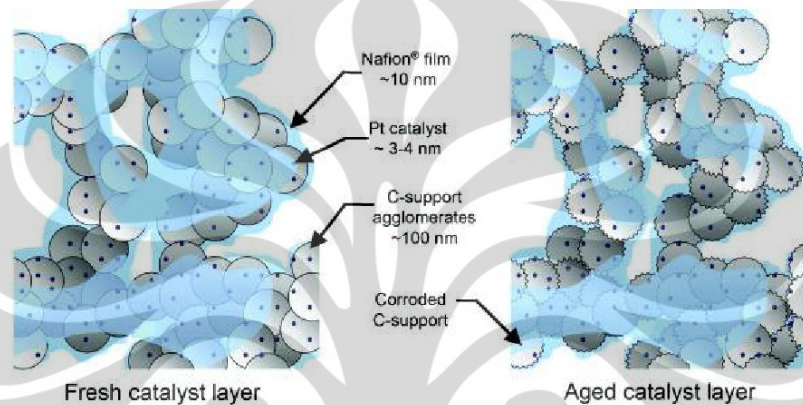
Studi yang dilakukan Zhen-Bo Wang (2009) menunjukkan terdapat peningkatan C-O dan C=O pada permukaan penyangga karbon setelah operasi selama 2250 jam, seperti yang ditunjukkan Tabel 2.1. Valérie Parry (2010) juga melakukan studi serupa pada pengoperasian selama 350 dan 550 jam dengan hasil yang kurang lebih sama dengan Wang. Keberadaan gugus-gugus yang mengandung oksigen akan meningkatkan risiko oksidasi lanjutan permukaan karbon menjadi CO₂ dan menurunkan tingkat hidrofobisitas yang sangat penting dalam pengaturan kadar air. Hasil penelitian Parry ditunjukkan pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Hasil analisa XPS pada uji durabilitas PEMFC

Element	Component	Chemical bonding	Binding energy (eV) (±0.1 eV)	Surface composition (at.%)		
				Fresh	After 350 h Inlet	After 550 h Inlet
Pt	Catalyst	Pt-Pt	71.4	0.39	0.25	0.19
Pt	Catalyst	Pt-O	72.7	0.11	0.06	0.04
C	C-support	C-C	284.5	25.2	27.8	30.0
C	C-support	C-O	286.4	5.1	5.7	10.9
C	C-support	C=O	288.9	2.5	1.9	1.6
C	Nafion®	C-F ₂	291.7	17.9	13.8	11.9
C	Nafion®	C-OF ₂ , C-F ₃	293.1	3.0	4.0	2.9
O	Oxidized elm. and Nafion®	C-O, C=O	532.3	2.0	8.7	10.8
O	Nafion®	S=O	534.5-535.5	2.5	2.3	2.9
F	Nafion®	C-F ₂	688.9	37.9	30.4	23.7
F	Nafion®	C-OF ₂ , C-F ₃	691.6	2.6	4.1	4.5

(Parry, 2010)

Hasil studi yang dilakukan oleh Wang dan Parry juga menunjukkan terjadi oksidasi Pt. Pt teroksidasi menjadi PtO maupun PtO₂. Pt yang teroksidasi menyebabkan penurunan area permukaan aktif katalis pada reaksi ORR. Pada penelitian tersebut juga terlihat terjadinya degradasi lapisan ionomer yang diduga disebabkan perubahan struktur penyangga karbon ditandai dengan berubahnya komposisi C-F dan C-C pada daerah yang dianalisis, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Hal tersebut akan memengaruhi konduktivitas ion-ion dalam pembentukan air. (Wang, Zuo, & Chu, 2009)



Gambar 2. 8 Ilustrasi degradasi ionomer

(Parry, 2010)

Studi lain mengenai ketahanan CNT dilakukan oleh Feng-Yuan Zhang (2009) dengan melihat lapisan katalis PEMFC setelah 300 jam operasi menunjukkan :

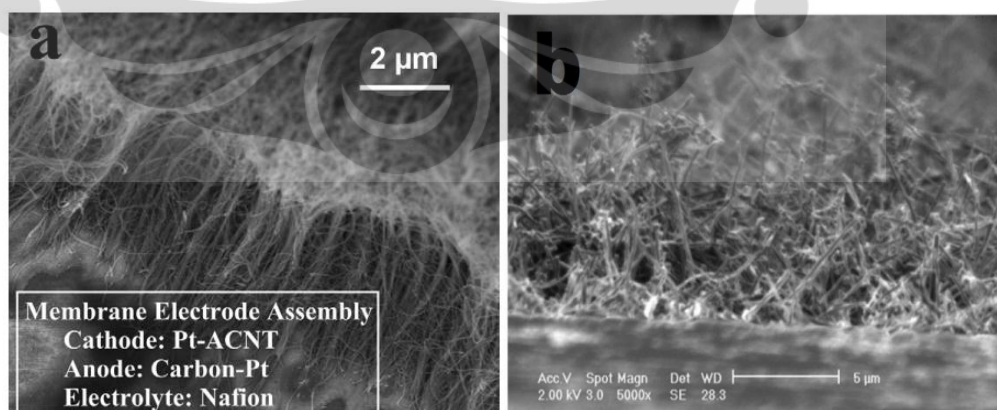
- Penurunan isi platinum (-10.1%)
- Agglomerasi pada platinum yang menyebabkan penurunan permukaan aktif katalis
- Peningkatan oksida karbon (+7.2%)
- Peningkatan oksida pada platinum (+10.1%)
- Migrasi pada platina di sub-surface menuju permukaan lapisan katalis yang menyebabkan penurunan area katalis.
- Penurunan pada senyawa terflourinasi yang menyebabkan penurunan konduktivitas lapisan katalis dicurigai akibat degradasi ionomer Nafion

Penggunaan struktur karbon selain *carbon black* dalam mendapatkan stabilitas kimia terhadap korosi diperlukan untuk meningkatkan durabilitas MEA

yang dihasilkan. Wenzhen Li (2005) telah memelopori penggunaan CNT sebagai penyangga katalis pada katoda untuk memperbaiki utilisasi Pt dan ketahanan lapisan katalis dari degradasi. Penelitian awal mereka yang mendeposisikan partikel Pt berukuran 4 nm pada CNT dapat menunjukkan peningkatan durabilitas PEMFC

2.5 Carbon Nanotube Terorientasi Tegak

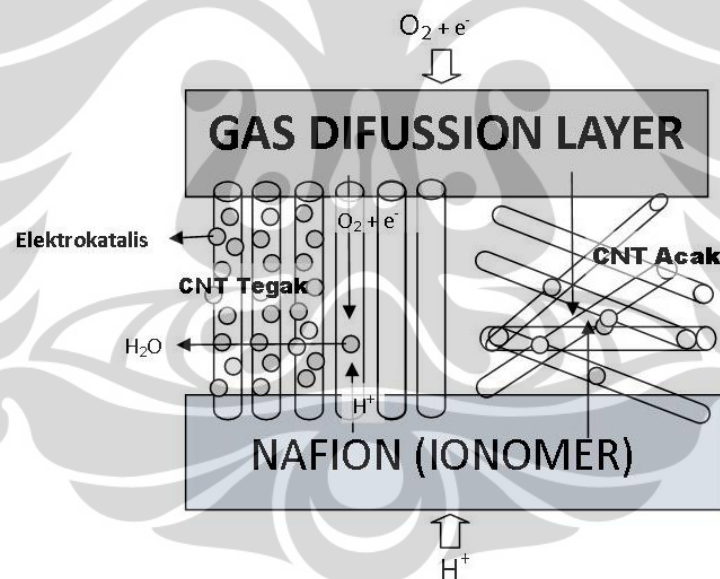
Carbon nanotube dengan orientasi tegak dapat disintesis dengan proses pembuatan langsung (*in situ*) maupun dengan metode filtrasi menggunakan filter hidrofilik. Proses sintesis *in situ* diantaranya dikembangkan oleh Di-Jia Liu menghasilkan CNT dengan struktur tegak dan rapi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 (a). CNT ini dihasilkan dengan proses CVD menggunakan prekursor ferose dan feed gas asetilen dengan reaktor yang memiliki dua region suhu yaitu region suhu dekomposisi ferose (200-300°C) dan suhu dekomposisi *feed* hidrokarbon (700-1000°C) (Di-Jia, 2011). Sedangkan metode lain dikembangkan oleh Wenzhen Li melalui filtrasi CNT menghasilkan CNT yang terorientasi parsial seperti yang ditunjukkan Gambar 2.9 (b). CNT dengan struktur tiga dimensi yang teratur dan terorientasi tegak memiliki keunggulan dibanding dengan CNT yang memiliki struktur acak. Secara umum keunggulan dari struktur CNT yang terorientasi ini adalah pada segi transportasi gas dan konduktivitas elektrik dari CNT yang dihasilkan juga spesifik area dari permukaan katalis (Li et al, 2005).



Gambar 2. 9 Hasil SEM untuk (a) *Aligned Carbon Nanotube* melalui penumbuhan *in-situ* (Di-Jia, 2011), (b) *Aligned Carbon Nanotube* melalui metode filtrasi (Li et al, 2005)

2.5.1 Peningkatan Konduktivitas Elektrik dan Luas Permukaan Spesifik Katalis

Diyakini bahwa elektron yang mengalir didalam *tube* CNT memiliki konduktivitas yang lebih tinggi dibanding dengan yang ‘menyebrangi’ *tube*. Tidak ada kehilangan energi ketika elektron melewati suatu tube CNT yang artinya *ohmic loses* yang dialami oleh CNT yang tegak akan lebih kecil dibanding dengan CNT yang tidak terorientasi. Elektron akan mengalami resistensi yang lebih besar lagi jika terhalangi ionomer proton yang bersifat isolator yang mungkin saja berada diantara *tube-tube* CNT yang saling betumpang tindih maupun diantara lapisan katalis dan GDL. Transfer elektron yang terbaik didapatkan jika elektron ditransfer dari *bipolar plate* langsung menuju *triple phase boundary layer* (TPM) yaitu daerah yang memiliki kontak antara CNT sebagai penghantar elektron, Pt sebagai katalis, gas O_2 dan ionomer (NAFION) sebagai penghantar H^+ seperti yang ditunjukkan gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Ilustrasi Lapisan Katoda dengan CNT terorientasi tegak dan acak

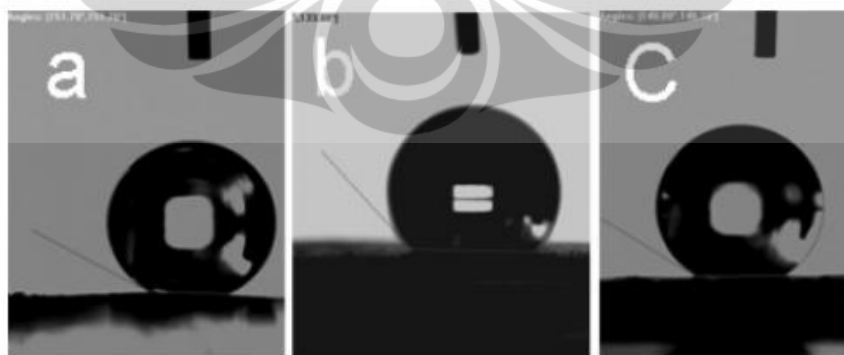
Pada CNT terorientasi juga diyakini terjadi peningkatan *triple phase boundary layer* pada lapisan katalis karena letak partikel-partikel katalis pada dinding CNT yang tegak menyebabkan peningkatan akses gas terhadap partikel katalis dan mengurangi partikel katalis yang tertutupi oleh CNT. Posisi Pt pada

dinding CNT ini juga menyebabkan luas permukaan spesifik tempat terjadinya reaksi ORR semakin luas dan terbuka.

2.5.2 Peningkatan Efisiensi *Mass Transport* dan Manajemen Air

Struktur yang tegak teratur juga akan meningkatkan kinerja PEMFC dari sisi transportasi gas reaktan pada lapisan katalis. Struktur tersebut memberikan permeabilitas gas yang lebih baik. Dengan argumentasi yang mirip dengan sifat konduktivitas elektrik yang dihasilkan CNT terorientasi, transportasi gas reaktan melewati *channel-channel* yang dihasilkan CNT terorientasi akan lebih baik daripada jika gas menembus struktur CNT yang saling tumpang tindih (Di-Jia et al, 2011).

Ditambah lagi CNT terorientasi tegak dilaporkan memiliki sifat superhidrofobik yang akan sangat membantu dalam transportasi air yang terbentuk untuk keluar dari katode. Manajemen air pada katode memiliki peranan sangat penting terhadap kinerja PEMFC secara keseluruhan. *Flooding* akibat buruknya manajemen air menyebabkan penetrasi gas oksigen ke lapisan katalis terhambat dan menyebabkan *mass transport losses* pada PEMFC dan juga mengurangi kerekatan GDL terhadap PEM yang dapat menyebabkan lapisan katode terkelupas (Wiranata, 2010). CNT terorientasi tegak menghasilkan sifat hidrofobik yang lebih baik dibandingkan non-orientasi dan bahkan dengan penggunaan tambahan PTFE pada lapisan katalis (Li et al, 2005). Perbandingan sudut kontak terhadap air ini ditunjukkan pada gambar 2.11.

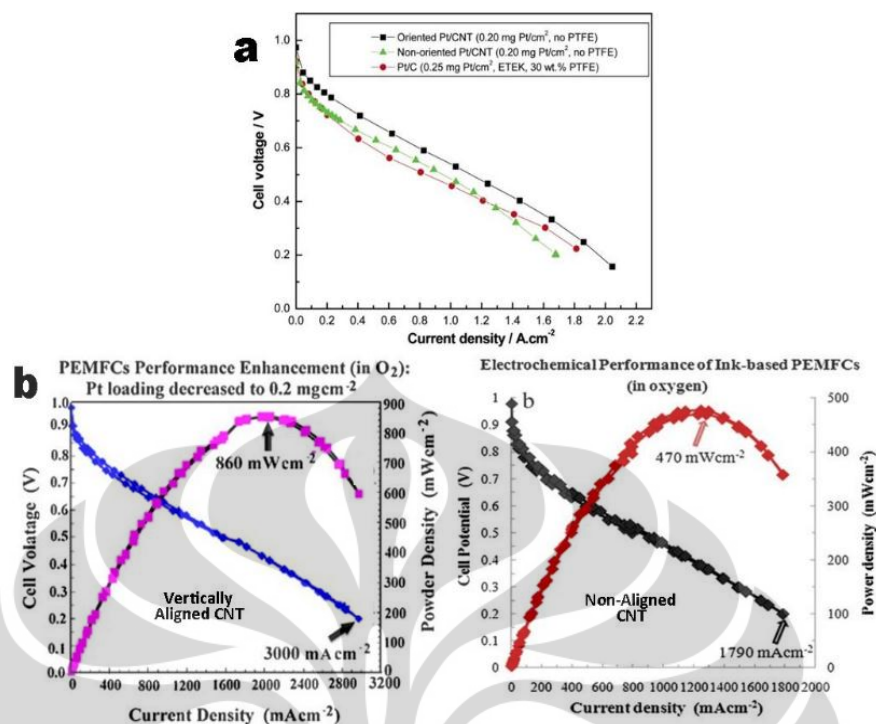


Gambar 2. 11 Sudut kontak permukaan untuk (a) CNT terorientasi tegak, (b) CNT non-orientasi, (c) Carbon Vulcan dengan PTFE 30% (Li et al, 2005)

CNT terorientasi memiliki sudut kontak dengan air sebesar $151,7^\circ$ sedangkan non-orientasi $134,2^\circ$. Bahkan sudut kontak CNT terorientasi lebih tinggi dibandingkan dengan lapisan katalis Pt/C dengan PTFE yang hanya memberikan sudut $147,2^\circ$ (Li et al, 2005). Penggunaan PTFE pada lapisan katalis memiliki efek tertutupnya partikel-partikel katalis Pt oleh lapisan PTFE. Hal ini dikonfirmasi oleh penelitian penggunaan PTFE 30% yang dilaporkan menunjukkan tren penurunan kinerja PEMFC dibandingkan PTFE 20% (Wiranata, 2010). Dengan tanpa menggunakan tambahan PTFE yang akan mengorbankan utilisasi Pt, CNT terorientasi tegak dapat menggapai manajemen air yang lebih baik dibanding penambahan PTFE maupun CNT non-orientasi.

2.5.3 Peningkatan Kinerja PEMFC Keseluruhan

Dengan demikian, secara teoritis CNT terorientasi tegak memiliki kelebihan pada peningkatan konduktivitas elektrik, efisiensi transportasi massa, luas permukaan spesifik katalis dan manajemen air pada lapisan katalis yang akan mengurangi *ohmic*, *mass transport* dan *activation losses* dari PEMFC. Secara praktis hal ini dibuktikan oleh peningkatan kinerja PEMFC melalui penelitian yang dilakukan Wenzhen Li melalui metode filtrasi (Gambar 2.12 a) maupun oleh Di-Jia (Gambar 2.12 b) melalui metode penumbuhan in situ. Kedua metode tersebut memperlihatkan densitas daya yang dihasilkan oleh CNT yang terorientasi tegak selalu lebih besar dibanding CNT non-orientasi.



Gambar 2. 12 Hasil uji satu sel (a)CNT melalui metode filtrasi (Li et al, 2005) , (b)CNT melalui penumbuhan langsung (Di-Jia et al, 2011)

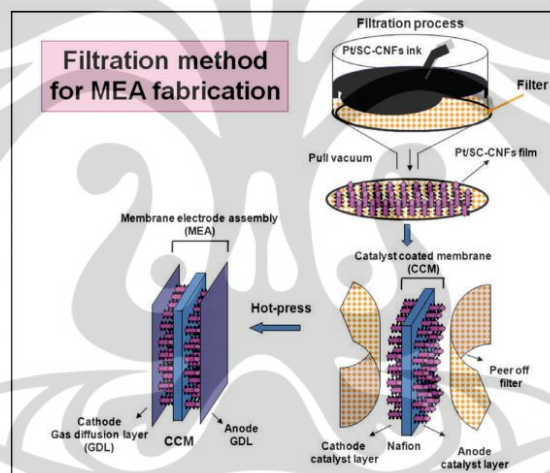
Wenzhen Li melaporkan kinerja PEMFC mengalami peningkatan untuk CNT terorientasi jenis MWNT dan DWNT (US Patent 0159305, 2010). CNT terorientasi menunjukkan kinerja yang lebih tinggi bahkan jika dibandingkan dengan MEA komersial. Di-Jia Liu juga melaporkan CNT yang memiliki struktur terorientasi menghasilkan densitas daya hingga 860 mW/cm 2 padahal penggunaan CNT saja hanya dapat menghasilkan densitas daya maksimum sebesar 470mW/cm 2 .

2.6 Sintesis Carbon Nanotube Terorientasi Tegak melalui Metode Filtrasi

Metode untuk menghasilkan struktur CNT yang tegak memiliki kelebihan dan kelemahan masing-masing. Metode penumbuhan langsung menghasilkan CNT yang seluruhnya terorientasi tegak namun metode ini sulit untuk diaplikasikan pada skala industri dan produksi massal. Metode ini hanya cocok untuk jenis *microfuel cell* dan akan sangat mahal jika digunakan untuk memproduksi lapisan ACNT pada area yang besar. Masalah lain juga muncul pada penggunaan ferrosene sebagai prekursor pada metode penumbuhan langsung karena akan menghasilkan tingginya kandungan Fe disepanjang CNT. Fe yang

ada dapat teroksidasi dan memengaruhi konduktivitas proton pada Nafion selama operasi PEMFC (Di-Jia et al, 2011). Masih diperlukan pengembangan lebih lanjut pada metode penumbuhan langsung untuk mengatasi masalah yang muncul terutama berkaitan dengan feasibilitas untuk produksi massal.

Disisi lain metode filtrasi menawarkan proses yang simpel, murah dan memungkinkan untuk diaplikasikan pada skala besar walaupun struktur CNT yang dihasilkan tidak setentera pada penumbuhan langsung. CNT yang mungkin digunakan pada metode filtrasi juga sangat fleksibel karena berbagai jenis CNT dengan beragam metode deposisi katalis dapat digunakan pada metode ini. Namun, pada dasarnya diperlukan CNT yang terpisah secara individual dan memiliki struktur dasar lurus untuk dapat menghasilkan lapisan CNT yang tegak dan terpengaruh oleh sifat filter yang hidrofilik.



Gambar 2. 13 Skema Proses Filtrasi (Li et al, 2011)

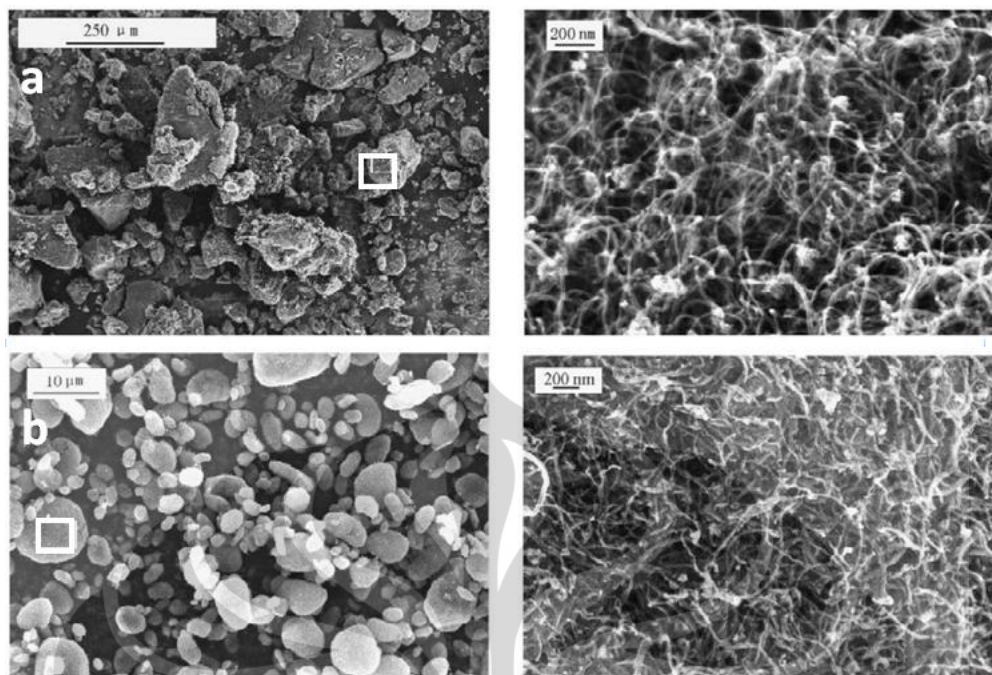
Proses filtrasi ditunjukkan pada Gambar 2.13. Prinsip dasar pada proses filtrasi adalah adanya gaya interaksi antara CNT yang bersifat hidrofobik dengan filter yang hidrofilik. CNT akan menjauhi filter karena perbedaan sifat tersebut dan menyebabkan CNT menjadi tegak (Li et al.2005). Namun pada umumnya CNT yang dihasilkan dari proses *chemical vapour decomposition* (CVD) berskala besar memiliki struktur *bundle* dan saling mengait satu sama lain membentuk agregat. Tentu struktur CNT seperti ini tidak dapat diaplikasikan untuk metode filtrasi karena *bundle-bundle* CNT yang umumnya membentuk bulatan tidak memungkinkan untuk membuat proses penegakan CNT dengan prinsip dasar

filtrasi yang telah disebutkan sebelumnya terjadi. Maka diperlukan proses treatment untuk mengurai *bundle-bundle* tersebut menjadi CNT yang berupa individu-individu terpisah.

2.6.1 Deagglomerasi *Carbon Nanotube*

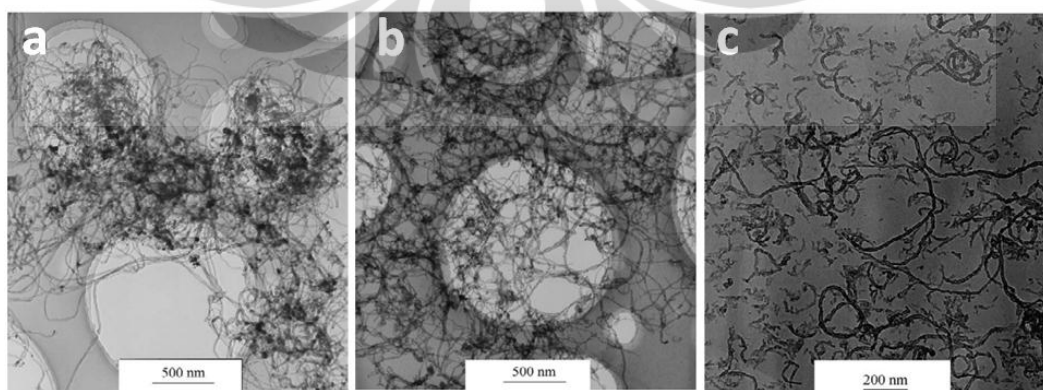
Sebagian besar produksi CNT saat ini menggunakan teknologi CCVD (*catalytic chemical vapour decomposition*) yang menghasilkan CNT yang teragglomerasi membentuk *bundle* dan saling mengait. CNT membentuk agregat disebabkan oleh besarnya aspek rasio dari panjang terhadap diameter CNT juga disebabkan sifat CNT yang sangat fleksibel. Namun alasan utama terbentuknya agregat adalah ikatan van der Waals dengan energi ikatan $500\text{eV}/\mu\text{m}$ antar *tube* yang menyebabkan gaya kohesi antar CNT sangat kuat sehingga tidak akan terlarut baik pada pelarut polar maupun non-polar (Vaisman, 2007)

CNT yang membentuk agglomerat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 (a) ini sangat sulit untuk didispersikan secara merata dan menyebabkan sifat-sifat unggul CNT tidak seperti yang diharapkan. Untuk mendapatkan CNT yang tidak teragglomerasi secara umum dilakukan dua jenis perlakuan, yaitu fisik dan kimia. Perlakuan fisik diantaranya menggunakan ultrasonikasi, *ball milling*, *grinding* dan *high speed shearing*. Namun Yao Wang melaporkan bahwa perlakuan fisik terhadap CNT hanya akan mengubah ukuran agregat dari CNT karena CNT masih memiliki sifat kohesi yang kuat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.14.



Gambar 2. 14 Hasil SEM (a) CNT sebelum dilakukan perlakuan apapun, (b) CNT setelah mengalami *high speed shearing* (Yao et al, 2003)

Maka untuk menghasilkan CNT yang terpisah perlu dilakukan modifikasi sifat dari permukaan *tube-tube* CNT agar memiliki gaya adhesi. Perlakuan kimia seperti dengan *acid treatment* dapat menghasilkan gugus-gugus polar pada permukaan CNT yang akan meningkatkan *wettability* dari CNT sehingga dapat terdispersi pada pelarut polar. *Acid treatment* yang agresif yaitu dengan menggunakan asam kuat seperti *aqua regia* dan pada kondisi mendidih bahkan dapat memutus struktur CNT menjadi lebih pendek seperti yang ditunjukkan Gambar 2.15

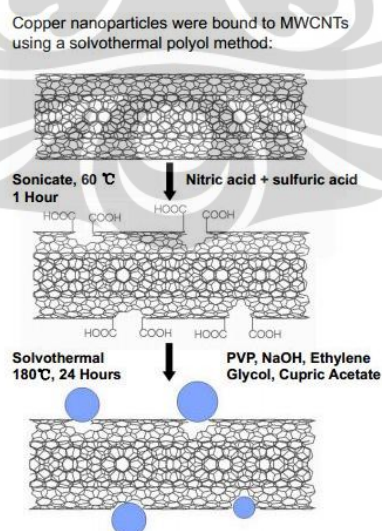


Gambar 2. 15 Hasil SEM untuk (a) *Prestine* CNT , (b) CNT setelah mengalami perlakuan fisik, (c) CNT setelah mengalami *strong acid treatment* (Yao et al, 2003)

CNT dengan ukuran yang lebih pendek jauh lebih mudah untuk terdispersi dan sulit teraglomerasi. Namun proses pemendekan ini juga praktis akan mengubah sifat-sifat CNT seperti konduktivitas elektrik dan inertitas dari permukaan CNT. CNT yang telah mengalami perlakuan ini juga lebih rentan terhadap reaksi kimiawi karena lebih banyak struktur cincin yang terbuka. Tentu hal ini sangat tidak diharapkan untuk aplikasi lapisan katalis pada PEMFC yang menuntut tingginya konduktivitas elektrik dan inertitas CNT sebagai penyangga katalis terhadap lingkungan kerja PEMFC yang korosif. Maka diperlukan *acid treatment* yang lebih *mild* untuk dapat mendeaglomerasikan CNT tanpa harus merusak struktur CNT yang ada.

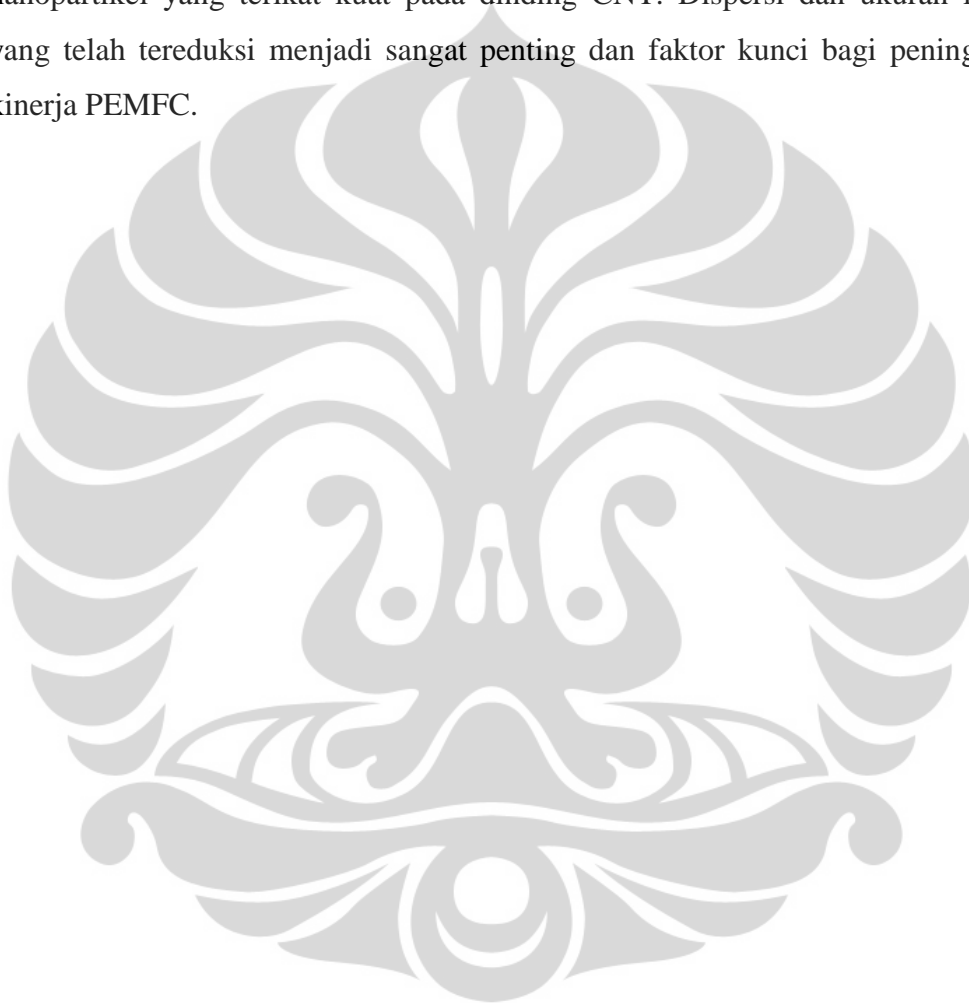
2.6.2 Fungsionalisasi *Carbon Nanotube*

Proses fungsionalisasi *carbon nanotube* adalah proses treatment yang dilakukan pada CNT yang membuat *tube-tube* CNT dapat diutilisasi sesuai kebutuhan seperti deposisi katalis pada aplikasi PEMFC. Fungsionalisasi dilakukan dengan menambahkan gugus-gugus $-OH$ maupun $-COOH$ pada permukaan CNT sehingga CNT yang awalnya inert menjadi dapat dideposisikan logam-logam katalis. Gugus-gugus ini juga berfungsi sebagai *anchoring agent* yang akan menguatkan ikatan antara katalis dengan CNT sehingga setelah katalis digunakan pada waktu yang lama aglomerasi dapat dihindarkan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 16 Proses fungsionalisasi yang diikuti deposisi katalis menggunakan metode polyol (Amini et al)

Proses fungsionalisasi biasanya dilakukan untuk metode deposisi katalis menggunakan metode polyol. Contoh katalis yang mungkin dipakai untuk PEMFC seperti Pt, Pd, Au maupun Cu. Pada proses ini biasanya digunakan pelarut etilen glikol dengan prekursor katalis berupa garam seperti CuCl_2 , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, dan jenis garam lainnya pada kondisi pH diatas 13 dan suhu diatas 180°C . Pada proses ini garam akan tereduksi membentuk logam dalam bentuk nanopartikel yang terikat kuat pada dinding CNT. Dispersi dan ukuran katalis yang telah tereduksi menjadi sangat penting dan faktor kunci bagi peningkatan kinerja PEMFC.



BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

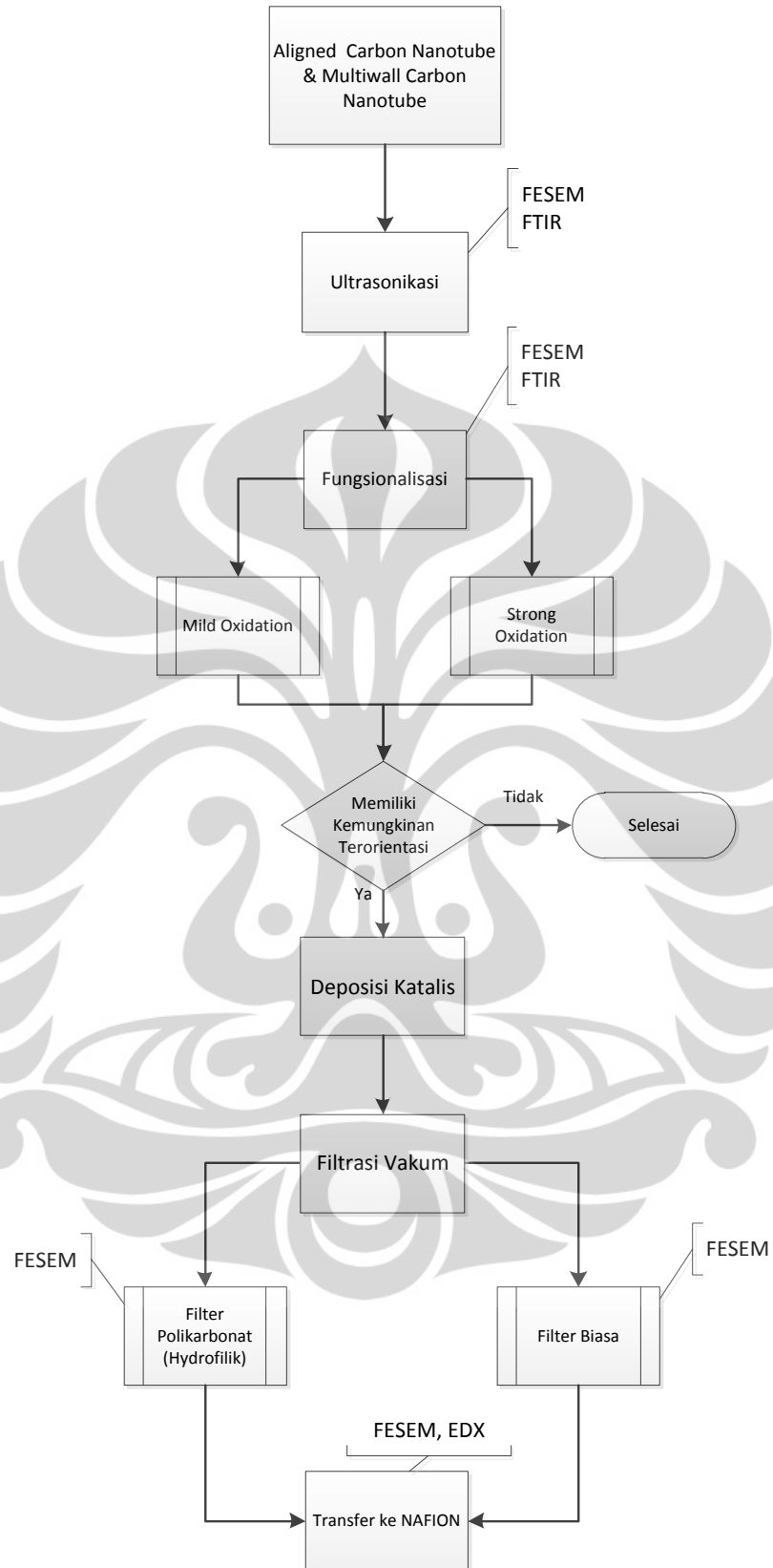
Penelitian ini dapat dibagi menjadi dua tahapan besar yaitu:

1. Sintesis CNT terorientasi tegak

Sintesis CNT terorientasi tegak menggunakan jenis CNT *Multiwalled Carbon Nanotube* (MWNT) yang ditumbuhkan memiliki orientasi tumbuh yang sama atau dikenal sebagai *Aligned Carbon Nanotube* (ACNT) dengan OD 10-20 nm dan panjang 30-100 μm . CNT tersebut dibeli dari Chengdu Organic Chemical, Chinese Academy of Sciences. Langkah awal sintesis adalah ultrasonikasi menggunakan ultrasonikator jenis tip untuk memecah agregat CNT. Selanjutnya dilakukan fungsionalisasi yang bertujuan memberikan gugus -OH dan -COOH sehingga memberikan gaya adhesi pada CNT untuk membuat CNT terurai dan terdispersi pada pelarut. Setelah itu, CNT dideposisikan katalis Cu sebagai representasi katalis Pt yang biasa digunakan sebagai katalis PEMFC, Cu memiliki kemiripan sifat dengan Pt dari segi suhu reaksi yang digunakan pada metode polyol. Langkah terakhir adalah filtrasi CNT di kertas saring polikarbonat yang memiliki sifat hidrofilik sehingga CNT yang telah dideposisikan Cu telah menjadi hidrofobik kembali akan berdiri karena menjauhi kertas saring tersebut. CNT kemudian ditransfer ke membran NAFION 115

2. Karakterisasi CNT

Karakterisasi morfologi permukaan yang terbentuk menggunakan Field Emission-Scanning Electron Microscopy (FE-SEM). Untuk mengetahui gugus yang dihasilkan pada proses fungsionalisasi dan deposisi katalis Cu digunakan Fourier Transform Infra-Red (FTIR) dan untuk mengetahui kandungan permukaan dari CNT yang terbentuk terutama untuk mendeteksi keberadaan unsur Cu digunakan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Rincian Kegiatan Penelitian

3.2.1 Ultrasonikasi dan Fungsionalisasi

Alat dan bahan

1. *Beaker glass*
2. Ultrasonikator jenis tip
3. Magnetic Stirrer
4. HNO₃ 70%
5. H₂SO₄ 95%
6. H₂O₂ 30%

Prosedur

Ultrasonikasi

1. Memasukkan 1 gram CNT kedalam 50 ml etanol
2. Mengeset Ultrasonikator jenis tip pada amplitudo tertinggi (100)
3. Mensonikasi larutan CNT selama satu jam seperti yang ditunjukkan Gambar 3.2.



Gambar 3. 2 Proses ultrasonikasi

Mild Oxidation

1. Menyiapkan larutan HNO₃ 3 M sebanyak 250 ml dan memasukkan CNT 0,5 gram kedalamnya.
2. Mengaduk larutan menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam.

3. Menyaring CNT untuk memisahkan dengan pelarut kemudian masukan kedalam 250 ml H_2O_2 30%.
4. Mengaduk kembali larutan tersebut menggunakan magnetik stirer selama 2 jam.
5. Menyaring larutan yang dihasilkan dan membersihkan endapan yang ada menggunakan *deionized water* hingga pH netral.

Strong Oxidation

1. Menyiapkan HNO_3 65% dan H_2SO_4 95% dengan perbandingan 3:1 sebanyak 200 ml.
2. Memasukan 0,5 gram CNT kedalam larutan tersebut kemudian aduk menggunakan magnetik stirer selama 8 jam pada suhu 110°C .
3. Menyaring larutan tersebut dan bersihkan endapan yang ada menggunakan *deionized water* hingga pH netral

3.2.2 Sintesis dan Deposisi Katalis Cu – Metode Polyol

Alat dan bahan

1. *Beaker glass*
2. Labu Erlenmeyer dengan leher tiga
3. Gas Nitrogen
4. Termometer
5. Etilen Glikol
6. $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
7. NaOH
8. CNT terfungsionalisasi

Prosedur

1. Menyiapkan larutan etilen glikol 12,4 ml dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,081 gram
2. Menyiapkan larutan etilen glikol 12,4 ml dengan NaOH 0,5 M
3. Memasukan kedua larutan tersebut kedalam labu erlenmeyer dengan 3 leher dan sistem refluks seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.3.
4. Memasukan CNT sebanyak 0,3 gram kedalam labu erlenmeyer.
5. Mengalirkan gas N_2 kedalam labu erlenmeyer selama setengah jam dan reaksi yang berlangsung dalam kondisi proteksi N_2 .

6. Mengaduk larutan tersebut menggunakan magnetik stirer dengan rpm sebesar yang memungkinkan dan dengan suhu 185°C selama 2 jam dalam kondisi refluks.
7. Menyaring larutan yang terbentuk dan bersihkan menggunakan *deionized water*.



Gambar 3. 3 Proses sintesis dan deposisi katalis Cu

3.2.3 Preparasi Membran Nafion

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 $4 \times 500\text{ml}$ *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 melebihi 15%. Tidak menyentuh bagian tengah membran.
3. Merendam membran dalam *deionized water* pertama selama satu jam. Untuk semua perendaman, memastikan membran tidak menempel ke bagian dinding *beaker glass* seperti yang ditunjukkan Gambar 3.4.
4. Memindahkan membran secara hati-hati menggunakan penjepit ke dalam *beaker glass* berisi hidrogen peroksida. Merendam 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. Menyimpan membran di tempat yang terlindung dari debu tetapi memungkinkan membran untuk kering.
7. Membiarkan membran kering selama satu malam.



Gambar 3. 4 Proses preparasi membran Nafion®

3.2.4 Filtrasi Vakum dan Transfer CNT ke Membran NAFION

Alat dan bahan

1. Filter Vakum dengan diameter 4 cm
2. Kertas Saring Whatman 40
3. Kertas Saring Polikarbonat dengan pori 0,4 μm
4. CNT yang telah difungsionalisasi dan dideposisikan katalis Cu
5. Ethanol Absolut
6. Larutan Nafion
7. Membran Nafion

Prosedur

1. Mencampurkan CNT sebanyak 0,01 gram kedalam 50 ml ethanol dan menambahkan 180 mg larutan Nafion kemudian ultrasonikasi selama 20 menit.
2. Menyiapkan kertas saring ke filter vakum dengan bagian atas adalah kertas saring polikarbonat dan dilapis kertas saring Whatman 40 di sisi bawah
3. Menyaring larutan CNT dengan menggunakan filter vakum kemudian setelah seluruh pelarut tersaring, menyemprotkan larutan Nafion keatas permukaan kertas saring dan diamkan selama 20 menit untuk membiarkan mengering pada suhu ruang.
4. *Hot Press* kertas saring polikarbonat yang terdapat CNT ke membran Nafion pada suhu 120°C dan tekanan 700 lb selama 15 detik.
5. Kelupas kertas saring polikarbonat dengan perlahan dan siapkan membran Nafion untuk dikarakterisasi.



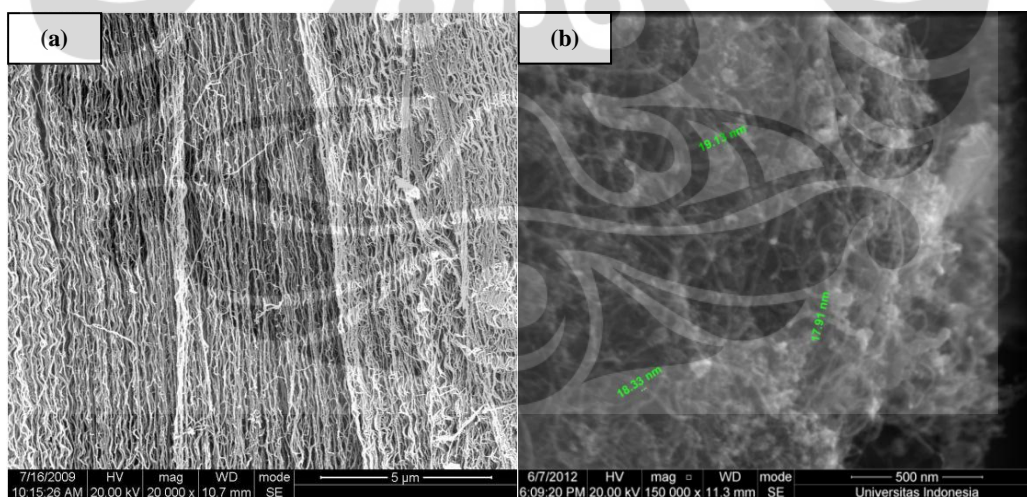
Gambar 3. 5 Filtrasi Vakum

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Ultrasonikasi terhadap Agregrat CNT

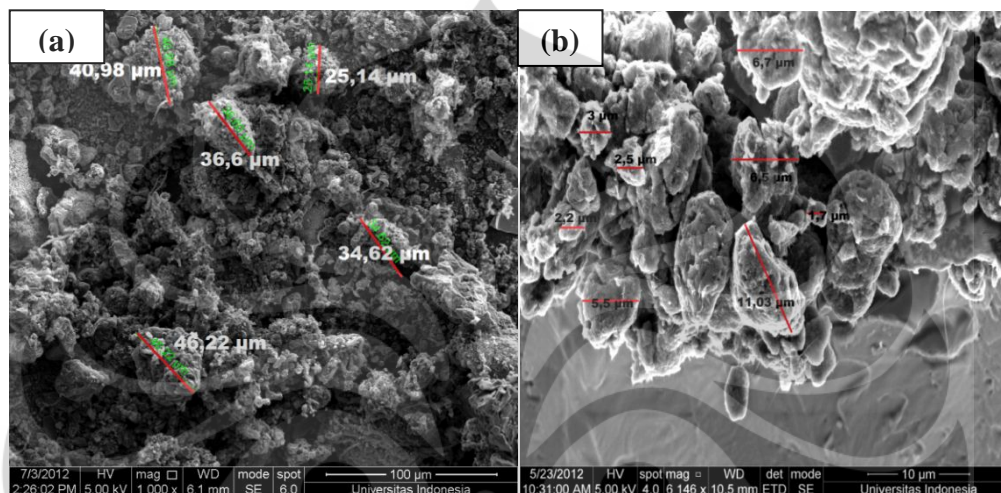
Carbon Nanotube dibeli dari Chengdu Organic Chemical, Chinese Academy of Sciences dengan spesifikasi *Aligned Carbon Nanotube* (ACNT). CNT seharusnya memiliki orientasi yang sama seperti yang ditunjukkan Gambar 4.1 (a) namun setelah dilakukan karakterisasi menggunakan FE-SEM didapatkan bubuk CNT yang diterima ternyata memiliki orientasi yang acak seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1(b). Setelah dikonfirmasi pada produsen CNT tersebut dinyatakan bahwa orientasi CNT dapat berubah karena pengaruh perlakuan setelah CNT disintesis tetapi pada dasarnya CNT tersebut memiliki bentuk dasar tabung dengan diameter 10-20 nm dan panjang 30-100 μm . CNT yang membentuk *bundle* dan saling mengait praktis membuat proses pengorientasian CNT menjadi tegak harus melalui proses deagglomerasi berupa fungsionalisasi untuk mendapatkan CNT individual yang dapat berkontak dengan kertas saring yang akan menyebabkan CNT cenderung menjauh dan ‘berdiri’.



Gambar 4.1 Hasil FESEM (a) Serbuk Carbon Nanotube hasil FESEM sendiri, (b) hasil SEM Produsen CNT (kanan) – Chengdu Organic Chemical

CNT hasil FESEM yang berbentuk bubuk tersebut memiliki agregrat dengan diameter 35-46 μm pada Gambar 4.2 (a). Setelah dilakukan ultrasonikasi selama satu jam agregrat tersebut akan pecah membentuk agregrat-agregrat yang

lebih kecil dengan diameter mulai 11 – 1 μm seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2 (b). Ultrasonikasi terbukti mampu memecahkan agregrat CNT yang ada. Mekanisme utama dari pemecahan agregrat ini adalah efek kavitasi yang membuat gelembung-gelembung udara menabrak partikel zat dalam larutan sehingga memecah agregrat-agregrat berukuran besar menjadi partikel yang lebih kecil.



Gambar 4.2 Hasil FESEM (a) Agregrat CNT sebelum Ultrasonikasi, (b) Agregrat CNT setelah Ultrasonikasi

CNT yang telah mengalami ultrasonikasi masih berupa *bundle-bundle* yang belum terurai karena perlakuan fisik terhadap CNT tidak akan menghilangkan gaya kohesi antar CNT (Yao, 2003). Untuk dapat mengurai *bundle* tersebut diperlukan modifikasi sifat untuk menghasilkan CNT yang lebih adhesif.

4.2 Pengaruh Fungsionalisasi pada CNT

Tujuan utama dari proses fungsionalisasi adalah memberikan gugus-gugus -COOH maupun -OH pada permukaan CNT sehingga CNT menjadi hidrofilik. Gugus-gugus tersebut juga nantinya berguna sebagai *anchoring site* dari katalis yang akan dideposisikan pada permukaan CNT. Fungsionalisasi menggunakan asam terdiri atas *strong* dan *mild oxidation*. Proses *strong oxidation* menggunakan *aqua regia* selain menghasilkan gugus-gugus karboksil juga akan menyebabkan perubahan struktur CNT menjadi lebih pendek dan berdiameter lebih kecil

sehingga diharapkan CNT dapat saling terpisah sedangkan proses mild oxidation menggunakan HNO_3 dan H_2O_2 berkonsentrasi rendah diharapkan dapat memberikan gugus-gugus karboksil dengan meminimalisir perubahan struktur CNT yang ada.

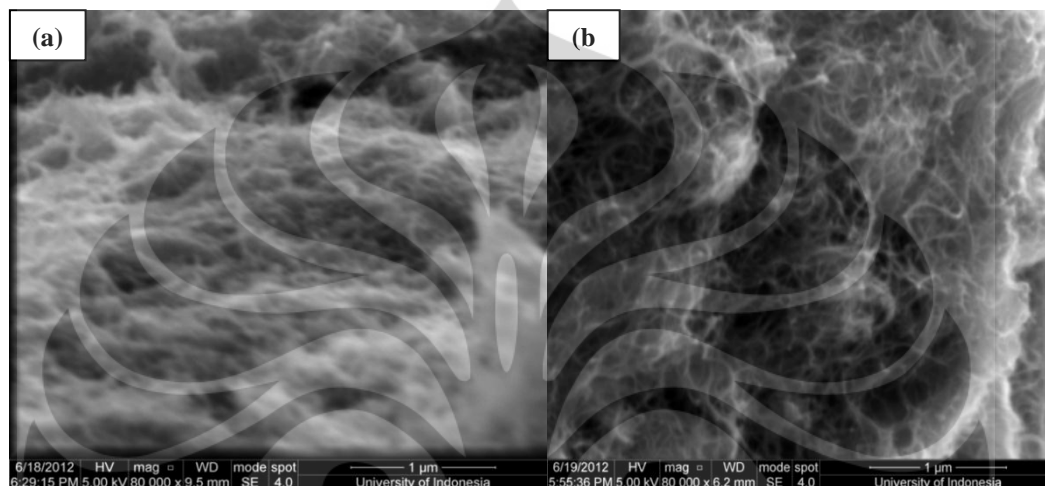
Jika serbuk CNT yang telah difungsionalisasi dilarutkan kedalam air atau pelarut polar lainnya. CNT yang terfungsionalisasi akan lebih sukar mengendap dibandingkan dengan CNT yang tidak diberikan perlakuan apapun. Gugus-gugus polar pada permukaan CNT terfungsionalisasi membuat gaya adhesi pada CNT meningkat dan juga praktis meningkatkan *wettability* CNT pada pelarut polar sehingga lebih sukar mengendap dibanding CNT-*pristine* yang bersifat hidrofobik.



Gambar 4.3 Pengaruh fungsionalisasi terhadap dispersi CNT pada air

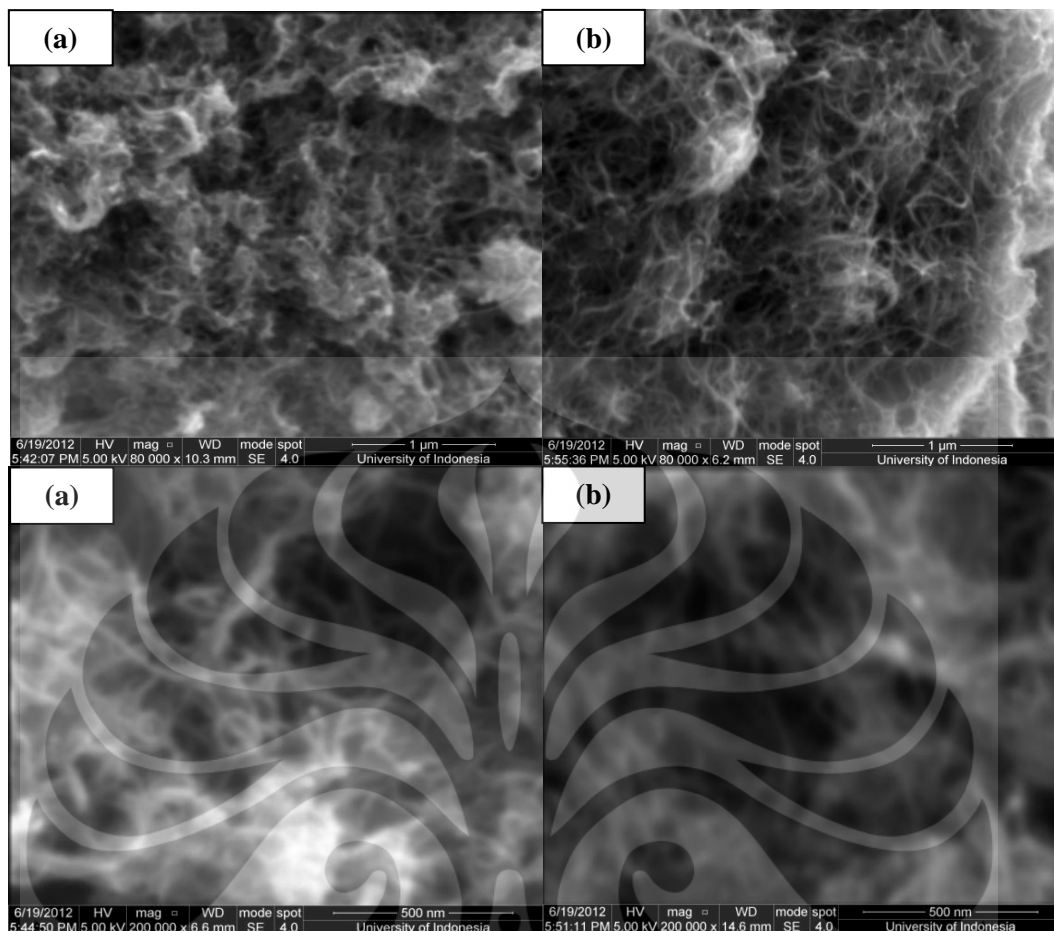
Hal tersebut diperlihatkan pada Gambar 4.3, CNT yang didispersikan ke pelarut polar seperti air menunjukkan perbedaan lama pengendapan. CNT dengan perlakuan *strong oxidation* jauh lebih lama untuk mengendap diperkirakan akibat

adanya pengaruh gugus-gugus polar pada permukaan CNT dan perubahan struktur pada CNT. CNT dengan perlakuan *mild oxidation* walaupun lebih mudah mengendap dibandingkan *strong oxidation* namun lebih sukar mengendap dibandingkan CNT tanpa perlakuan apapun. Hal tersebut menunjukkan adanya pengaruh fungsionalisasi walaupun dalam pengaruh yang lebih kecil jika dibandingkan proses *strong oxidation*.



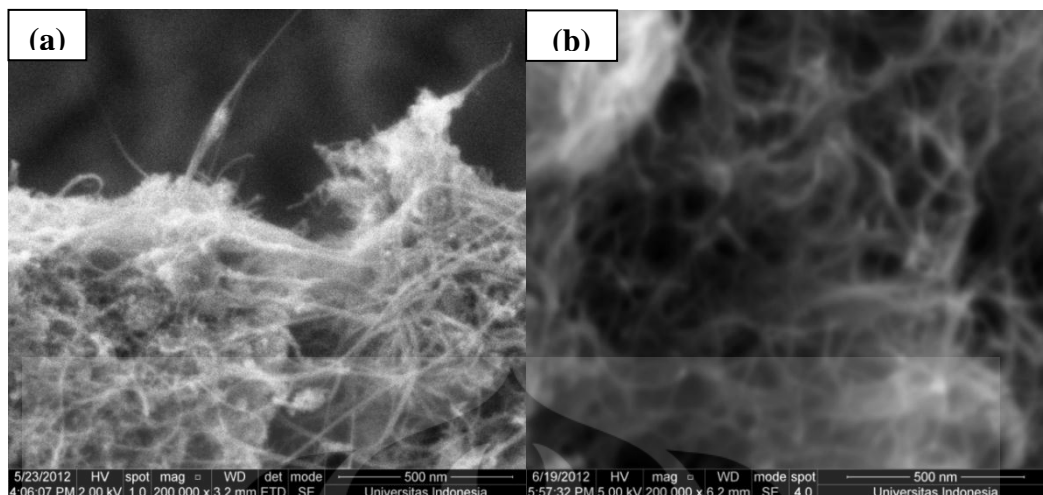
Gambar 4.4 Hasil FESEM (a) CNT dengan perlakuan *strong oxidation*, (b) CNT dengan perlakuan *mild oxidation*.

Selain didispersikan kedalam air struktur morfologi CNT yang dihasilkan lebih lanjut dikarakterisasi menggunakan FESEM. Hasil fungsionalisasi *strong oxidation* menggunakan karakterisasi FESEM yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 (a) tidak memperlihatkan CNT yang terpisah melainkan CNT yang masih saling mengait satu sama lain sehingga membentuk struktur yang padat. Struktur padat tersebut tidak dapat diharapkan untuk diorientasikan. Struktur ini tidak sesuai ekspektasi awal untuk proses ini yakni menghasilkan CNT terpisah-pisah sehingga diharapkan dapat ditegakkan dengan proses filtrasi pada akhirnya. Hasil fungsionalisasi *mild oxidation* ditunjukkan pada Gambar 4.3 (b) menghasilkan struktur *bundle* yang lebih renggang. Struktur yang lebih renggang ini diharapkan dapat terurai sepenuhnya ketika difiltrasi. Dari kedua metode fungsionalisasi asam tersebut, metode *mild oxidation* lebih memungkinkan untuk proses filtrasi sehingga untuk selanjutnya pembahasan difokuskan pada hasil fungsionalisasi menggunakan *mild oxidation*.



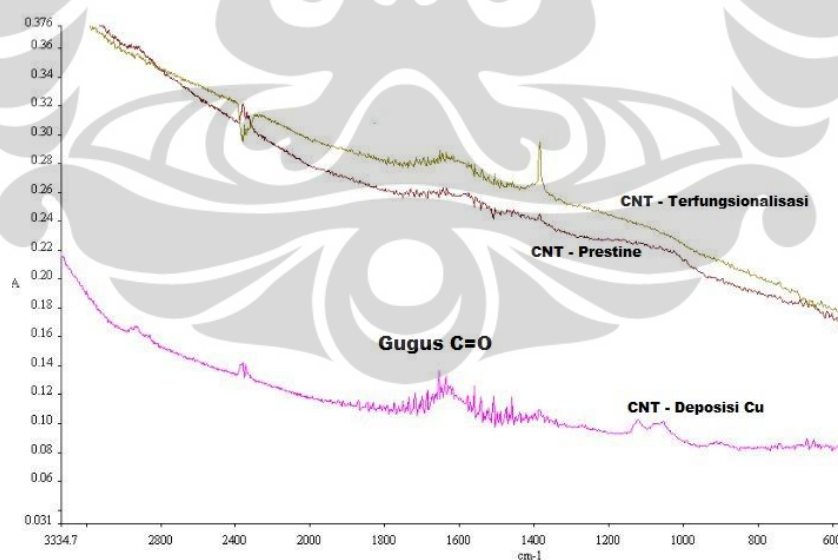
Gambar 4.5 Hasil FESEM (a) CNT sebelum difungsionalisasi, (b) CNT setelah difungsionalisasi menggunakan *mild oxidation* pada perbesaran 1 μm dan 500 nm

Hasil *mild oxidation* lebih lanjut dibandingkan dengan struktur CNT sebelum difungsionalisasi. *Bundle* pada CNT walaupun tidak secara kontras terlihat pada Gambar 4.4 menunjukkan peregangan antar CNT. Hal tersebut terlihat dari area yang berwarna hitam meningkat pada CNT yang telah difungsionalisasi yang menunjukkan daerah tersebut memiliki kepadatan CNT yang lebih kecil. Hasil lebih jelas ditunjukkan pada Gambar 4.5. CNT yang masih berbentuk serbuk terlihat memiliki *bundle* yang sangat padat. Jika dibandingkan dengan CNT terfungsionalisasi yang telah didispersikan, kepadatan dari *bundle* CNT tersebut terlihat jauh berbeda.



Gambar 4.6 Hasil FESEM (a) Serbuk CNT, (b) CNT yang telah difungsionalisasi

Hasil lebih jelas juga diperlihatkan dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR yang ditunjukkan Gambar 4.7. CNT yang telah difungsionalisasi dan yang selanjutnya dideposisikan Cu pada permukaannya menunjukkan *peak-peak* keberadaan gugus C=O pada rentang absorbansi 1400-1800. Sedangkan CNT yang belum difungsionalisasi menunjukkan *peak* tersebut hampir tidak terdeteksi. Gugus C=O menunjukkan keberadaan gugus -COOH pada permukaan CNT.



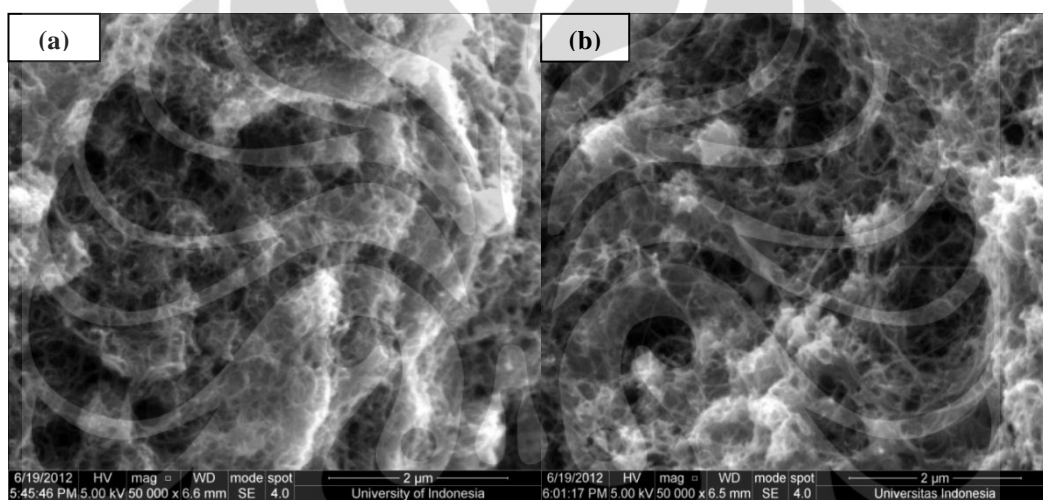
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi FTIR untuk CNT sebelum modifikasi, CNT terfungsionalisasi dan CNT yang telah dideposisikan Cu

Maka, proses fungsionalisasi menggunakan metode mild oxidation dapat dikatakan telah berhasil. Setelah dideposisikan katalis pun gugus ini masih ada

karena keberadaan gugus ini yang diharapkan dapat mengikat partikel Cu agar tetap dalam ukuran nano dan juga meningkatkan interaksi antara Cu sebagai katalis dan CNT sebagai *support*.

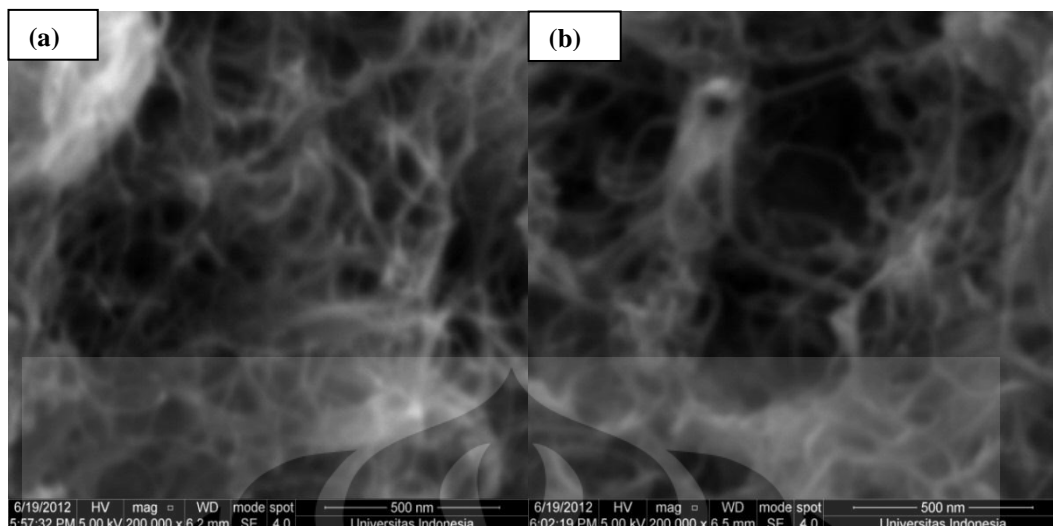
4.3 Analisa Deposisi Katalis Menggunakan Metode Polyol

Metode polyol mensintesis katalis Cu yang berasal dari $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan sekaligus mendeposisikan Cu pada permukaan CNT dengan menempati gugus-gugus hasil fungsionalisasi. Setelah dikarakterisasi menggunakan FESEM tidak terlihat jelas perbedaan antara CNT sebelum dideposisikan katalis dan yang sudah seperti yang ditunjukkan Gambar 4.8.



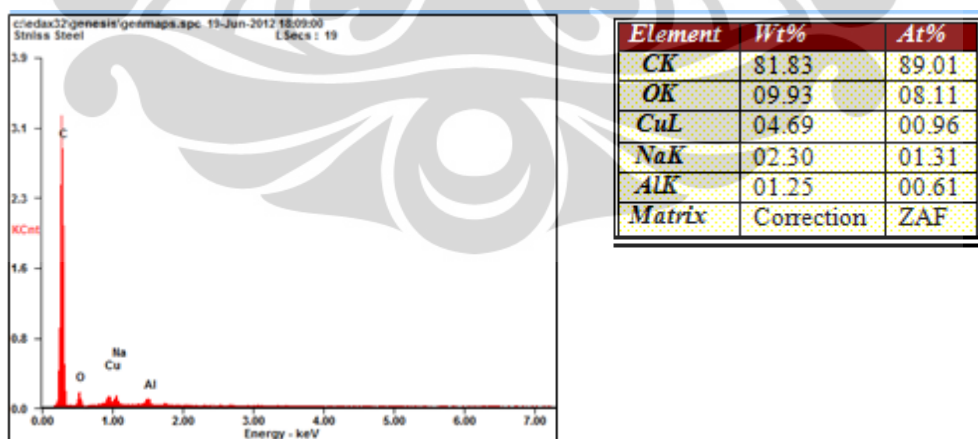
Gambar 4.8 Hasil FESEM (a) CNT-Prestine ,
(b) CNT yang telah dideposisikan Cu pada perbesaran 50.000 kali

Perbedaan juga tidak terlihat dari hasil karakterisasi FESEM CNT yang telah terfungsionalisasi dengan yang sudah dideposisikan Cu (Gambar 4.9) pada perbesaran 200.000 kali. Maka perlu dilakukan karakterisasi lain untuk membuktikan keberadaan partikel Cu . Keberhasilan proses deposisi dan sintesis katalis Cu tersebut akan mengubah sifat dinding CNT yang sebelumnya hidrofilik karena pengaruh gugus polar menjadi hidrofobik kembali. Hal tersebut diakibatkan gugus-gugus polar yang ada akan tertutupi partikel Cu sehingga akan sangat memengaruhi proses filtrasi pada tahap berikutnya.



Gambar 4.9 Hasil FESEM (a) CNT terfungsionalisasi, (b) CNT yang telah dideposisikan Cu pada perbesaran 200.000 kali

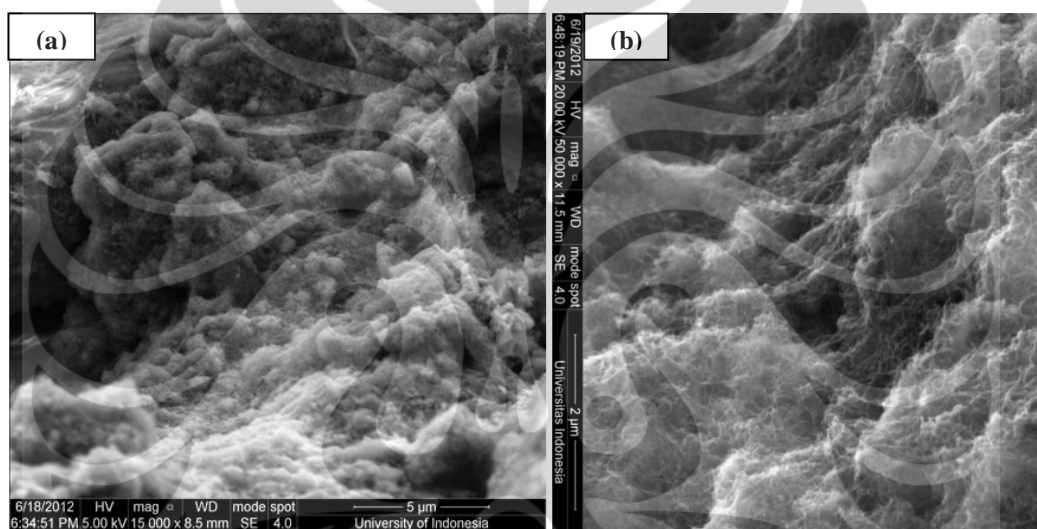
Untuk dapat melihat keberadaan Cu pada CNT digunakan karakterisasi menggunakan EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*). Hasil dari EDS seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.10 memperlihatkan terdapat kandungan Cu pada sampel yang telah mengalami metode polyol. Keberadaan Cu ditunjukkan oleh *peak-peak* pada keV 1,00 . Dari hasil perhitungan EDS, besar fraksi berat yang teramati sebesar 4.69 % Cu. Hal tersebut cukup membuktikan keberhasilan proses deposisi Cu pada permukaan CNT.



Gambar 4.10 Hasil EDS untuk CNT yang telah mengalami perlakuan Polyol

4.4 Pengaruh Filter Hidrofilik pada Orientasi CNT

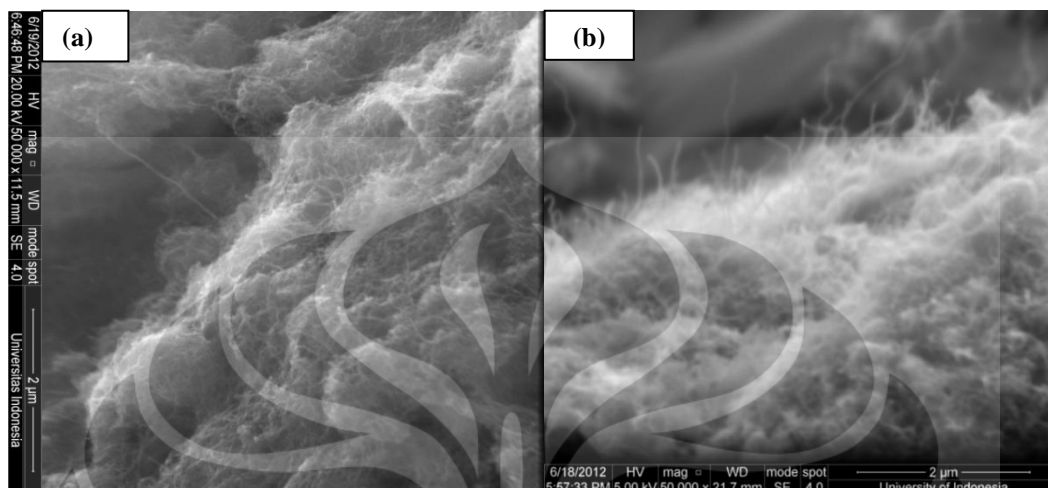
Proses filtrasi menggunakan filter hidrofilik diharapkan dapat membuat orientasi CNT yang sebelumnya acak menjadi tegak terhadap kertas filter. Proses ini tentu saja membutuhkan CNT dalam bentuk *tube-tube* terpisah sehingga interaksi antara *tube* CNT yang individual dengan kertas filter dapat berlangsung. Namun hasil FESEM yang ditunjukkan Gambar 4.11 menunjukkan CNT yang difilter menggunakan filter biasa (kertas Whatman) maupun filter hidrofilik tidak menunjukkan CNT yang tegak. Hal tersebut terjadi karena memang CNT yang difilter masih berupa *bundle* dan bukan CNT dalam bentuk *tube* individual.



Gambar 4.11 Hasil FESEM (a) CNT pada permukaan filter Whatman, (b) CNT pada permukaan filter hidrofilik (Polikarbonat)

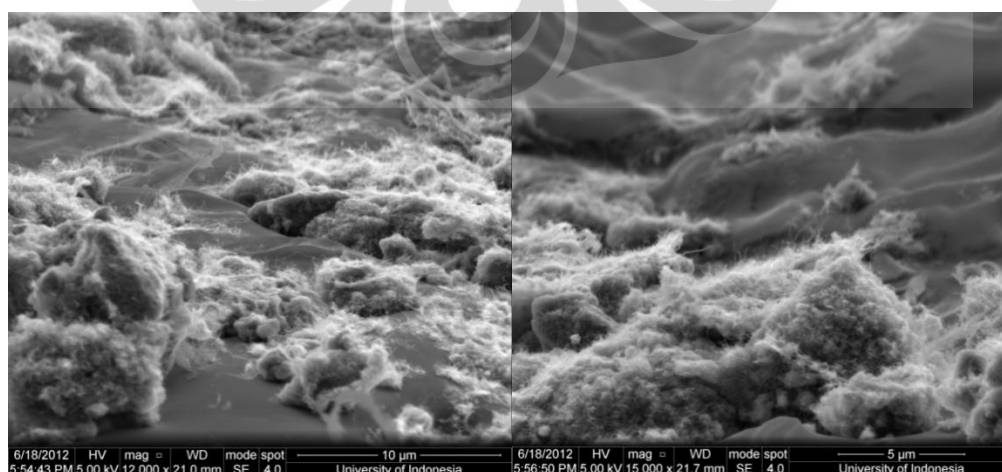
CNT yang telah difilter ke permukaan kertas saring polikarbonat ditunjukkan pada Gambar 4.12 (a). CNT tersebut berupa gumpalan yang tidak terpisah sendiri-sendiri. Hal tersebut menyebabkan efek dari filter yang bersifat hidrofilik tidak terlihat pengaruhnya terhadap orientasi CNT yang dihasilkan. Setelah CNT ditransfer ke membran NAFION melalui proses *hot press* (Gambar 4.12 (b)), terlihat bagian paling atas dari *bundle* memiliki serabut-serabut CNT yang berdiri atau terorientasi tegak. Namun diragukan peran filter hidrofilik pada fenomena tersebut. Kemungkinan dari CNT tersebut berdiri adalah pengaruh dari proses pengelupasan filter ketika CNT ditransfer ke membran NAFION. Serabut-serabut CNT yang menempel pada permukaan kertas filter kemungkinan tertahan

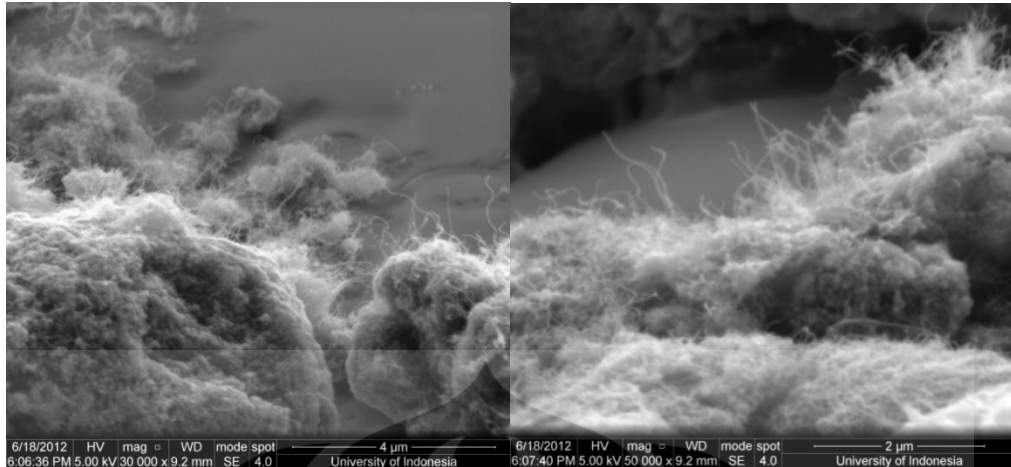
dan kemudian ketika dipindah serabut yang tertahan tersebut masih menempel pada kertas filter sehingga menghasilkan CNT yang tegak. Kemungkinan lain hal tersebut disebabkan oleh pengaruh gaya vakum pada proses filtrasi yang menyebabkan serabut-serabut CNT tertarik ke pori dari kertas saring



Gambar 4.12 Hasil FESEM (a) CNT pada permukaan kertas filter polikarbonat, (b) CNT setelah difilter dan dipindahkan ke membran NAFION

Lebih lanjut hasil akhir CNT yang dihasilkan pada permukaan membran NAFION ditunjukkan pada Gambar 4.9 . Terlihat di hampir seluruh permukaan *bundle-bundle* CNT yang ada terdapat serabut-serabut yang terorientasi tegak namun tidak terlihat CNT yang terdispersi menjadi individu-individu yang terpisah dari *bundle* yang ada. CNT yang masih membentuk *bundle* ini tidak akan memberikan keuntungan yang sama dengan CNT yang tegak sendiri-sendiri karena orientasi *bundle* yang acak tidak akan membuat keuntungan terhadap transportasi gas reaktan dan konduktivitas elektrik yang lebih baik tercapai.





Gambar 4.13 Hasil FESEM untuk CNT pada membran NAFION pada beragam perbesaran

Dari hasil yang didapatkan disimpulkan bahwa hasil dari *mild oxidation* pada CNT walaupun menghasilkan dispersi CNT pada larutan yang lebih baik dan CNT yang lebih tidak padat tidak menghasilkan struktur CNT yang terpisah sendiri-sendiri sehingga pada akhirnya proses filtrasi yang dilakukan tidak memberikan efek terhadap orientasi CNT yang dihasilkan.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

Carbon nanotube dengan diameter luar 10-20 nm dan panjang 20-100 μm masih mengalami aglomerasi walaupun telah difungsionalisasi baik menggunakan *strong oxidation* maupun *mild oxidation*. Fungsionalisasi menghasilkan CNT yang lebih terdispersi pada pelarut polar dan memiliki struktur morfologi lebih renggang dibandingkan CNT tanpa perlakuan apapun namun CNT masih tetap dalam *bundle-bundle* yang saling mengait satu sama lain dan tidak terpisah menjadi *tube* individual. Hal tersebut menyebabkan proses filtrasi tidak membuat CNT menjadi tegak terhadap filter. CNT yang telah ditransfer ke membran NAFION menghasilkan serabut-serabut tegak diatas struktur *bundle* dibawahnya. Fenomena tersebut kemungkinan disebabkan oleh proses pengelupasan kertas filter ketika CNT selesai di *hot press* pada membran NAFION ataupun karena pengaruh gaya vakum ketika CNT difiltrasi.

Penelitian lebih lanjut perlu dilakukan untuk mengatasi masalah aglomerasi CNT yang menyebabkan metode filtrasi tidak dapat diterapkan. Salah satu sebab utama aglomerasi yang harus diatasi diduga akibat panjangnya *tube* CNT yang digunakan dan diameter CNT yang kecil. Diameter CNT yang kecil secara teoritis merupakan struktur terbaik untuk aplikasi PEMFC sehingga modifikasi untuk hal tersebut tidak perlu dilakukan. Modifikasi yang perlu dilakukan adalah dengan mengurangi panjang CNT tanpa merusak sifat unggul yang dimiliki CNT. Maka perlu dilakukan penelitian mengenai metode pemendekan CNT yang biasanya sekaligus dengan proses fungsionalisasi yang sesuai untuk proses filtrasi agar menghasilkan CNT terorientasi tegak tanpa merusak struktur yang ada. Lebih lanjut evaluasi mengenai jenis CNT yang sesuai baik dalam proses filtrasi dan aplikasinya pada PEMFC perlu ditelaah lebih jauh.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggraini, Dewi. (2010). Pengembangan Kinerja Polymer Electrolyte Membrane *Fuel cell* melalui Fabrikasi Membrane Electrode Assembly dengan CNT sebagai Penyangga Katalis. Skripsi, Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Amini, Z., & Li, Y. Deposition of Copper Nanoparticles onto Multi-Walled Carbon Nanotubes.
- Barbir, F. (2005). PEM *Fuel cells*: Theory and Practice. Istanbul: UNIDO-International Centre for Hydrogen Energi Technologies.
- Budevski, E. (2003). Structural Aspects of *Fuel cell* Electrodes. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 5, 1319-1325. 2003.
- Cindrella, L., Kannan, A. M., Lin, J. F., Saminathan, K., Ho, Y., Lin, C. W., & Wertz, J. (2009). Gas diffusion layer for proton exchange membrane fuel cells—A review. *Journal of Power Sources*, 194(1), 146-160. doi: 10.1016/j.jpowsour.2009.04.005
- EG&G. (2000). *Fuel cell Handbook*. West Virginia: U.S Department of Energi.
- Hermann, A. (2005). Bipolar Plate for PEMFC. *International Journal of Hydrogen Energy*, 1297-1302.
- Hoogers, G. (2003). *Fuel cell Technology Handbook*. New York: CRC Press.
- Jamal, N. (2008). Evaluasi Sistem dan Aplikasi Teknik Sputtering untuk Deposisi Katalis pada Polymer Electrolyte Membrane *Fuel cell* dan Direct Methanol *Fuel cell*. Skripsi. Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Li, W., Liang, C., Qiu, J., Zhou, W., Han, H., Wei, Z., . . . Xin, Q. (2002). Carbon nanotubes as support for cathode catalyst of a direct methanol fuel cell. *Carbon*, 40(5), 791-794. doi: 10.1016/s0008-6223(02)00039-8
- Li, W., Liang, C., Zhou, W., Qiu, J., Zhou, Sun, G., & Xin, Q. (2003). Preparation and Characterization of Multiwalled Carbon Nanotube-Supported Platinum for Cathode Catalysts of Direct Methanol Fuel Cells. *The Journal of Physical Chemistry B*, 107(26), 6292-6299. doi: 10.1021/jp022505c

- Li, W., Waje, M., Chen, Z., Larsen, P., & Yan, Y. (2010). Platinum nanoparticles supported on stacked-cup carbon nanofibers as electrocatalysts for proton exchange membrane fuel cell. *Carbon*, 48(4), 995-1003. doi: 10.1016/j.carbon.2009.11.017
- Li, W., Wang, X., Chen, Z., Waje, M., & Yan, Y. (2006). Pt–Ru Supported on Double-Walled Carbon Nanotubes as High-Performance Anode Catalysts for Direct Methanol Fuel Cells. *The Journal of Physical Chemistry B*, 110(31), 15353-15358. doi: 10.1021/jp0623443
- Lister, S., & McLean, G. (2004). PEM *Fuel cell* Electrodes. Power Source.
- Liu, M.-S., Lin, M. C.-C., Tsai, C. Y., & Wang, C.-C. (2006). Enhancement of thermal conductivity with Cu for nanofluids using chemical reduction method. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(17–18), 3028-3033. doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.02.012
- Liu, P., & Wang, T. (2009). Ultrasonic-assisted chemical oxidative cutting of multiwalled carbon nanotubes with ammonium persulfate in neutral media. *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 97(4), 771-775. doi: 10.1007/s00339-009-5314-z
- Mass, S., Finsterwalder, F., & Frank, G. (2007). Carbon support oxidation in PEM *fuel cell* cathodes. *Journal of Power Source*.
- Mathur, Virendra, K. dan Crawford, J. (2009). Fundamentals of Gas Diffusion Layers in PEM *Fuel cells*. New Delhi: Anamaya Publishers.
- Moreira, J., Sebastian, P.J., Ocampo, A.L., Castellanos, R.H., Cano, U. dan Salazar, M.D. (2002). Dependence of PEM *Fuel cell* Performance on the Configuration of the Gas Diffusion Electrodes. *Journal New Materials for Electrochemical Systems*, 5. Pp. 173-175.
- O'Connell, M. J. (2006). CNTs : Property and Applications. London: Taylor and Francis.
- Parry, V., Berthomé, G., & Joud, J.-C. (2010). XPS Investigations of The Proton Exchange Membrane *Fuel cell* Active Layers Aging Characterization of The Mitigating Role of an Anodic CO Contamination on Cathode Degradation. *Journal of Power Sources*.

- Popov, V. N. (2004). *CNTs: Properties and Application*, Materials Science and Engineering.
- Shen, P.K. (2008). *PEM Fuel cell Catalyst Layers and MEAs*. New York: Elsevier Academic Press.
- Tang, Z., Poh, C. K., & Tian, Z. (2011). In situ Grown CNTs on Carbon Paper as Integrated Gas Diffusion and Catalyst Layer for PEMFC. *Electrochimica Acta*.
- Wang, C., Waje, M., & Wang, X. (2004). Proton Exchange Membrane *Fuel cells* with CNT Based Electrodes.
- Wang, Z.-B., Zuo, P.-J., & Chu, Y.-Y. (2009). Durability Studies on Performance Degradation of Pt/C Catalysts of Proton Exchange Membrane *Fuel cell*. *International Journal of Hydrogen Energy*.
- Wang, Y., Wu, J., & Wei, F. (2003). A treatment method to give separated multi-walled carbon nanotubes with high purity, high crystallization and a large aspect ratio. *Carbon*, 41(15), 2939-2948. doi: 10.1016/s0008-6223(03)00390-7
- Wilson, M.S., Springer, T.E., Davey, J.R. dan Gottesfeld, S. (1995). In: S. Gottesfeld, G. Halpert, A. Landgrebe (Eds.). *Proceedings of the First International Symposium on Proton Conducting Membrane Fuel cells I*, PV95-23. The Electrochemical Society, p. 115.
- Wiranata, K. (2010). Pengaruh Komposisi PTFE Pada MPL untuk Meningkatkan Kinerja PEMFC. Skripsi, Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Yuan, Y., Smith, J. A., Goenaga, G., Liu, D.-J., Luo, Z., & Liu, J. (2011). Platinum decorated aligned carbon nanotubes: Electrocatalyst for improved performance of proton exchange membrane fuel cells. *Journal of Power Sources*, 196(15), 6160-6167. doi: 10.1016/j.jpowsour.2011.03.026
- Zhang, F.-Y., Advania, S. G., & Prasad, A. K. (2009). Quantitative Characterization of Catalyst Layer Degradation in PEM *Fuel cells* by Xray Photoelectron Spectroscopy. *Electrochimica Acta*.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Spesifikasi *Aligned Carbon Nanotube* yang dibeli



Chengdu Organic Chemicals Co., Ltd., Chinese Academy of Sciences
Mail to: carbon@cioc.ac.cn times@cioc.ac.cn Http://www.timesnano.com
Tel: +86-28-85236765 / 85228839 Fax: +86-28-85215069 / 85223978

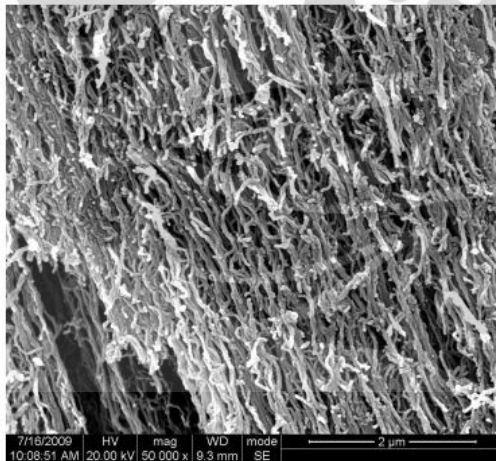
Technical data

Categories No: TNAIM
Name: Aligned Multi-walled carbon nanotubes
Purity: >95%
OD: 10-20nm [OD=Outer Diameter]
ID: 5-10nm [ID=Inner Diameter]
Length: 30-100um
SSA: >165m²/g [SSA=Special Surface Area]
Color: Black
Tap density: 0.07 g/cm³
True density: ~2.0 g/cm³
EC: >1250s/cm [EC=Electric Conductivity]
Making method: CVD



Chengdu Organic Chemicals Co., Ltd., Chinese Academy of Sciences
Mail to: carbon@cioc.ac.cn times@cioc.ac.cn Http://www.timesnano.com
Tel: +86-28-85236765 / 85228839 Fax: +86-28-85215069 / 85223978

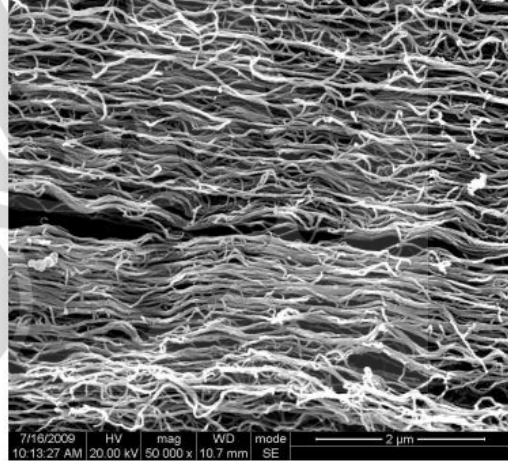
Testing pictures



Transmission Electron Microscopy (SEM)

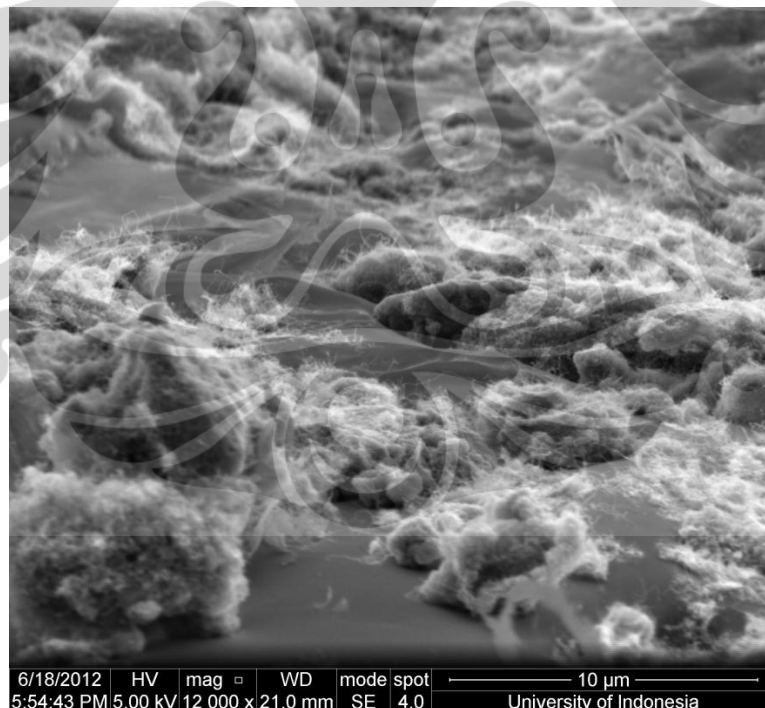
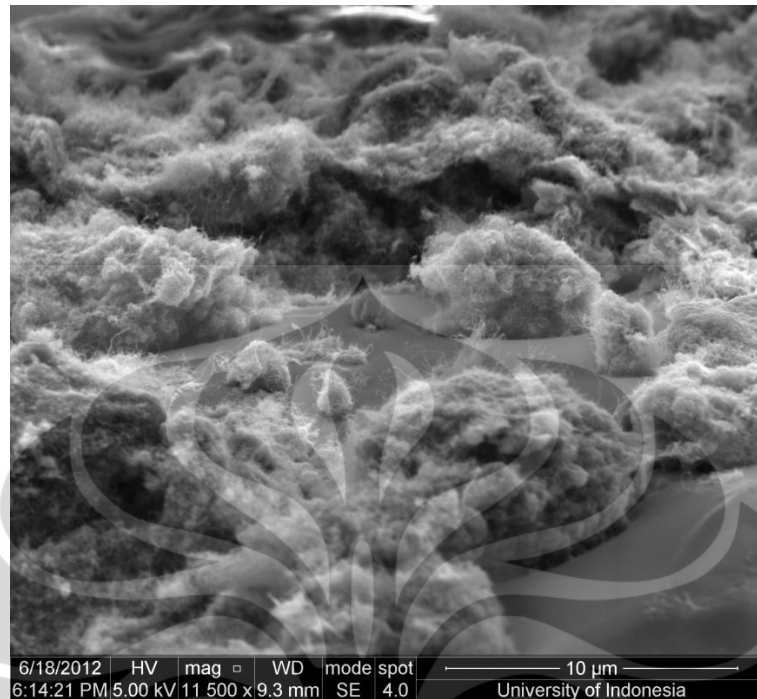


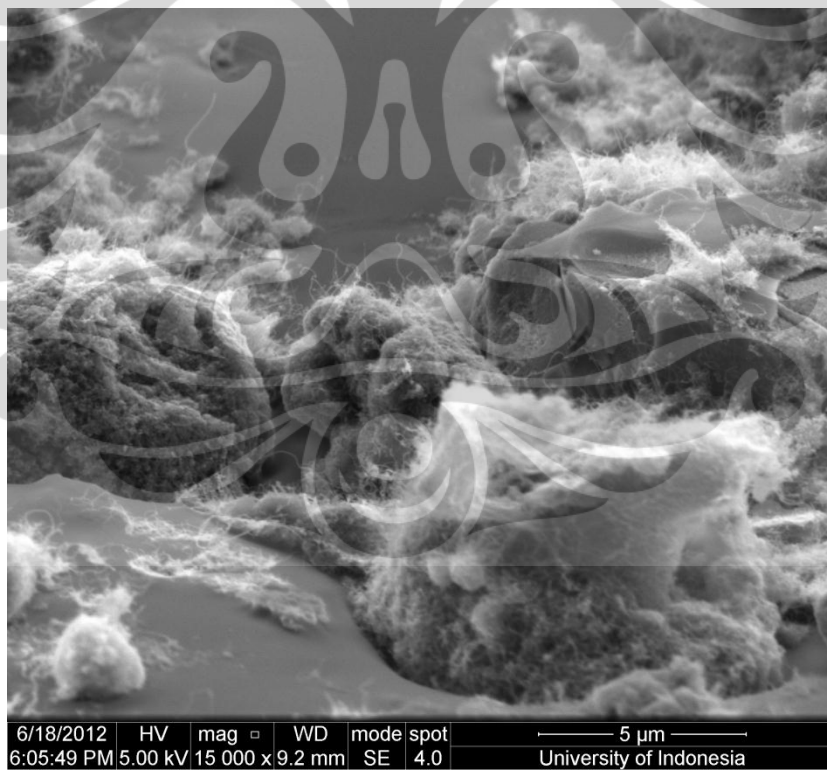
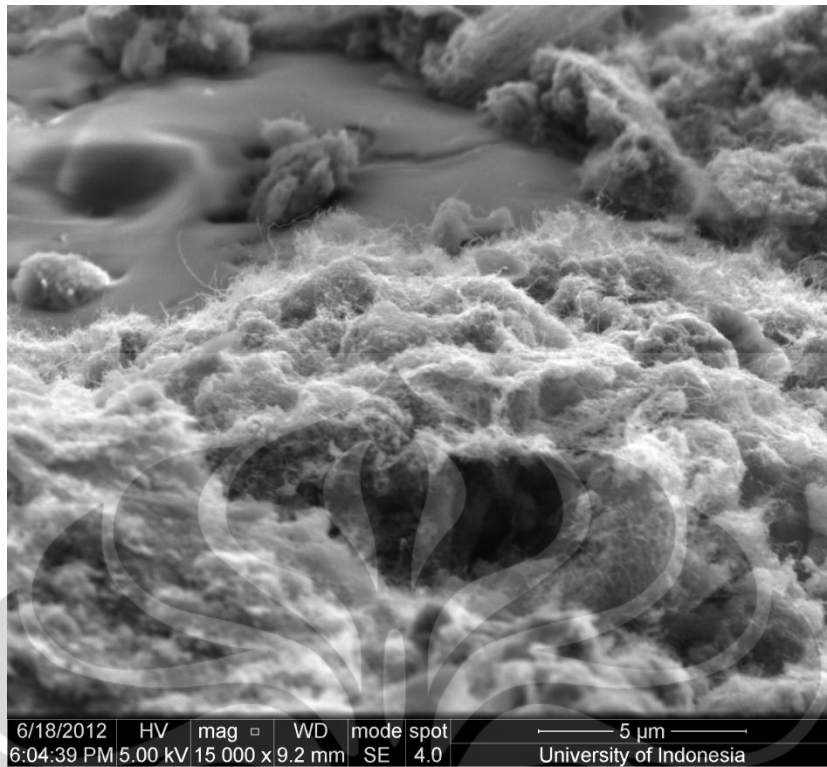
Chengdu Organic Chemicals Co., Ltd., Chinese Academy of Sciences
Mail to: carbon@cioc.ac.cn times@cioc.ac.cn Http://www.timesnano.com
Tel: +86-28-85236765 / 85228839 Fax: +86-28-85215069 / 85223978

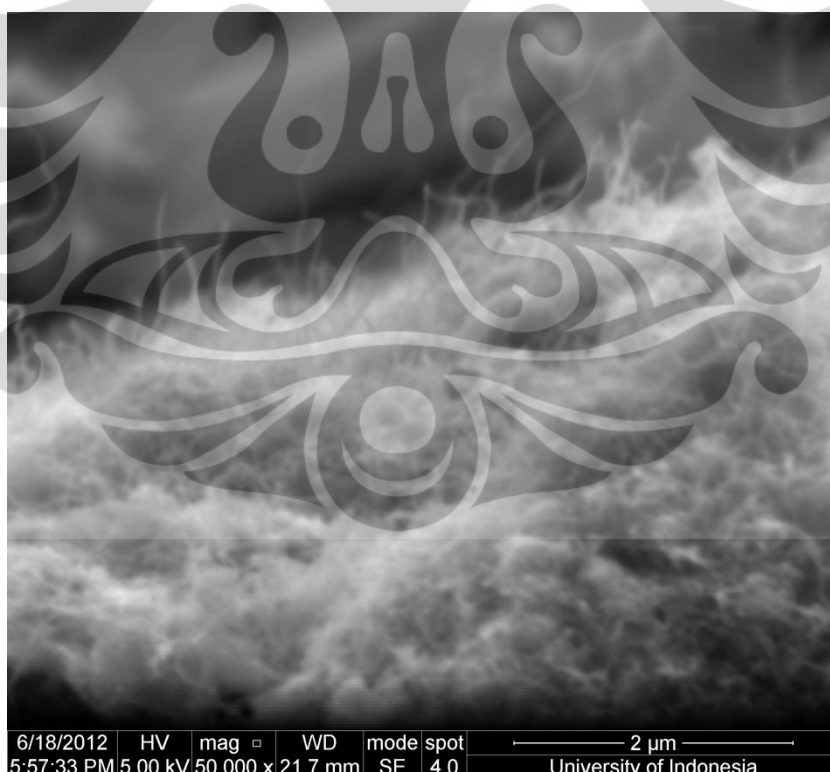
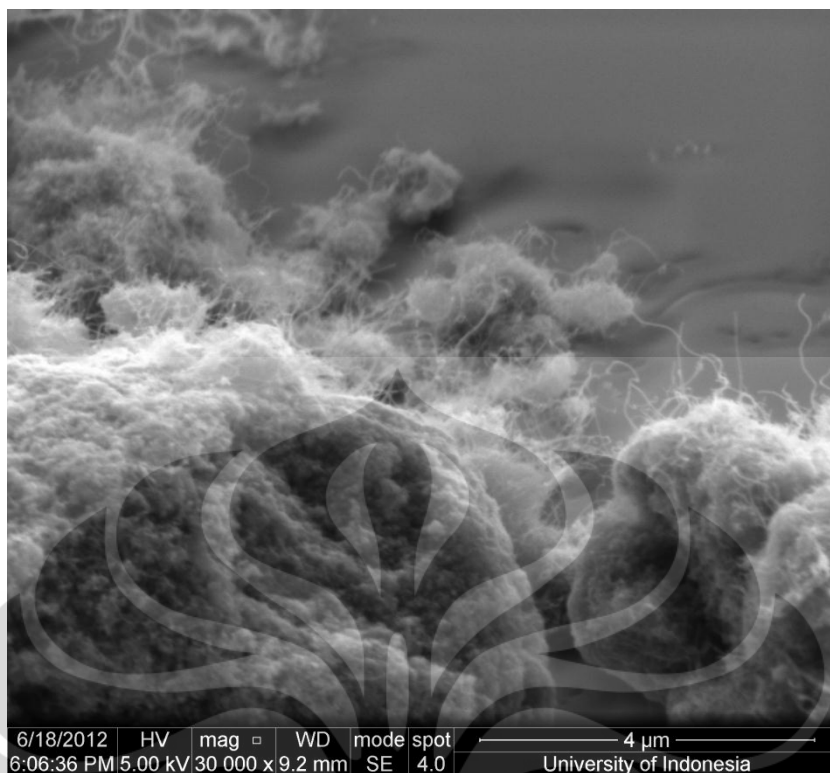


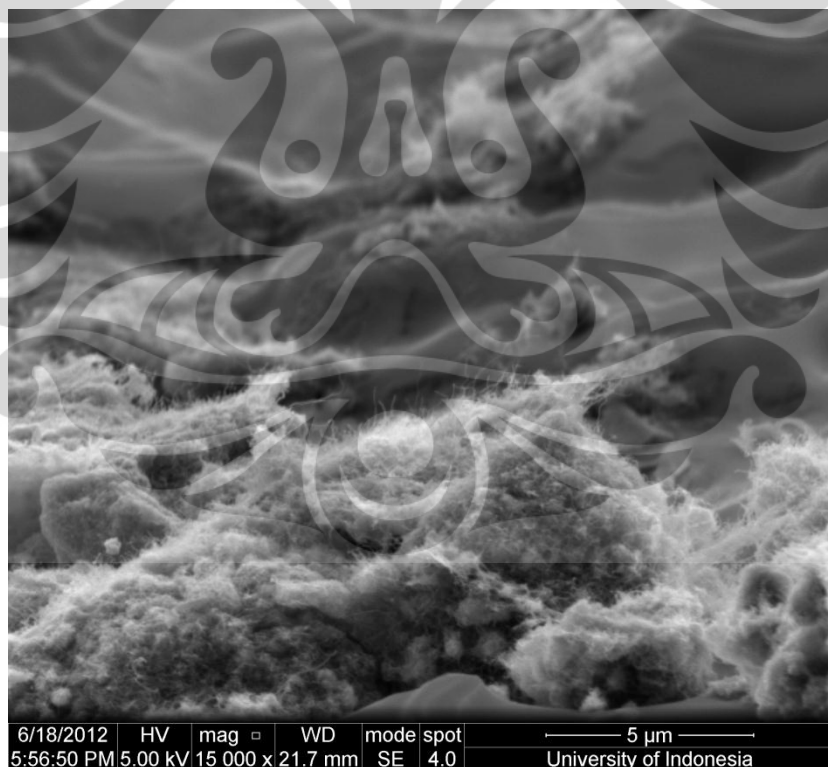
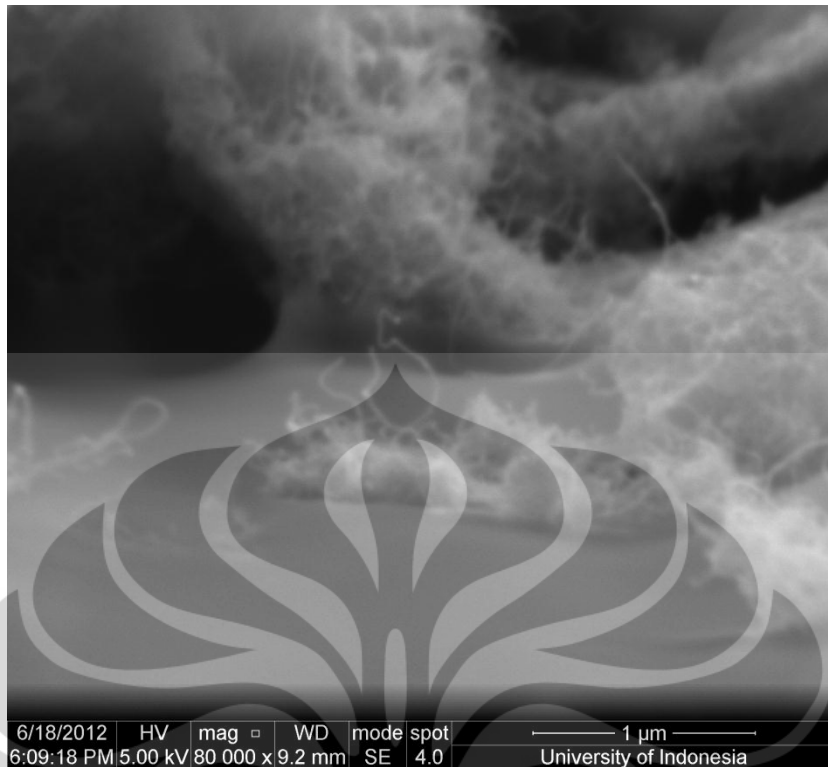
SEM

Lampiran 2. Hasil FESEM untuk CNT setelah ditransfer ke membran NAFION

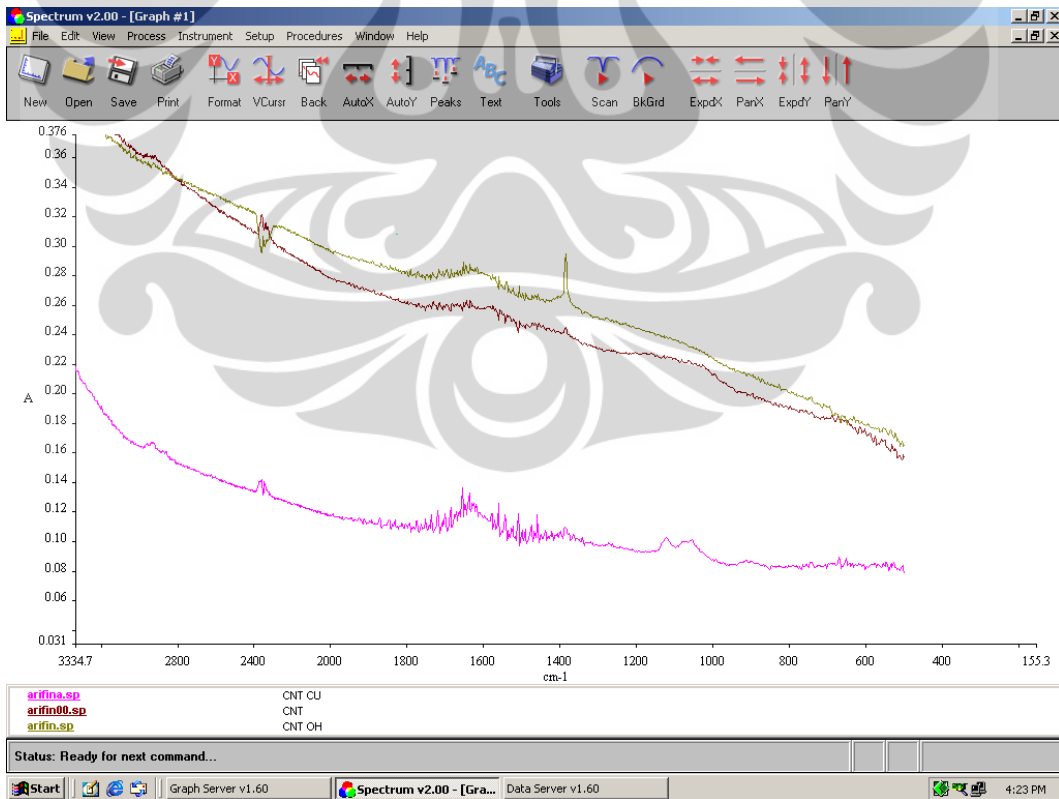
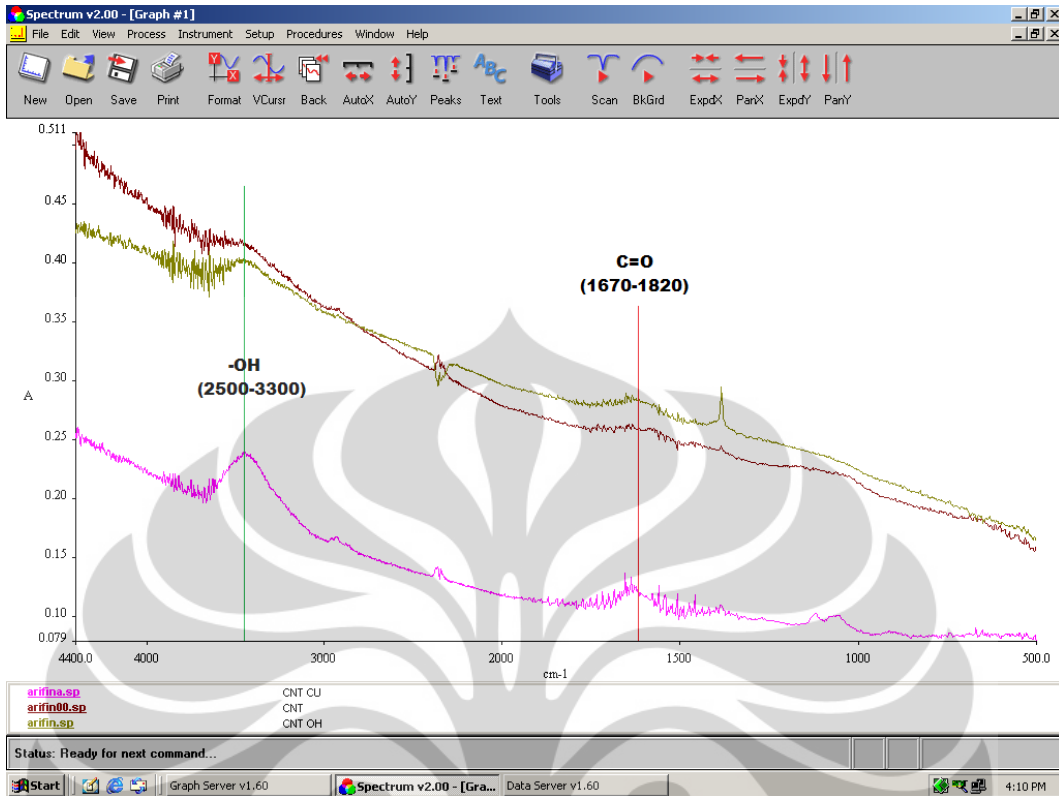


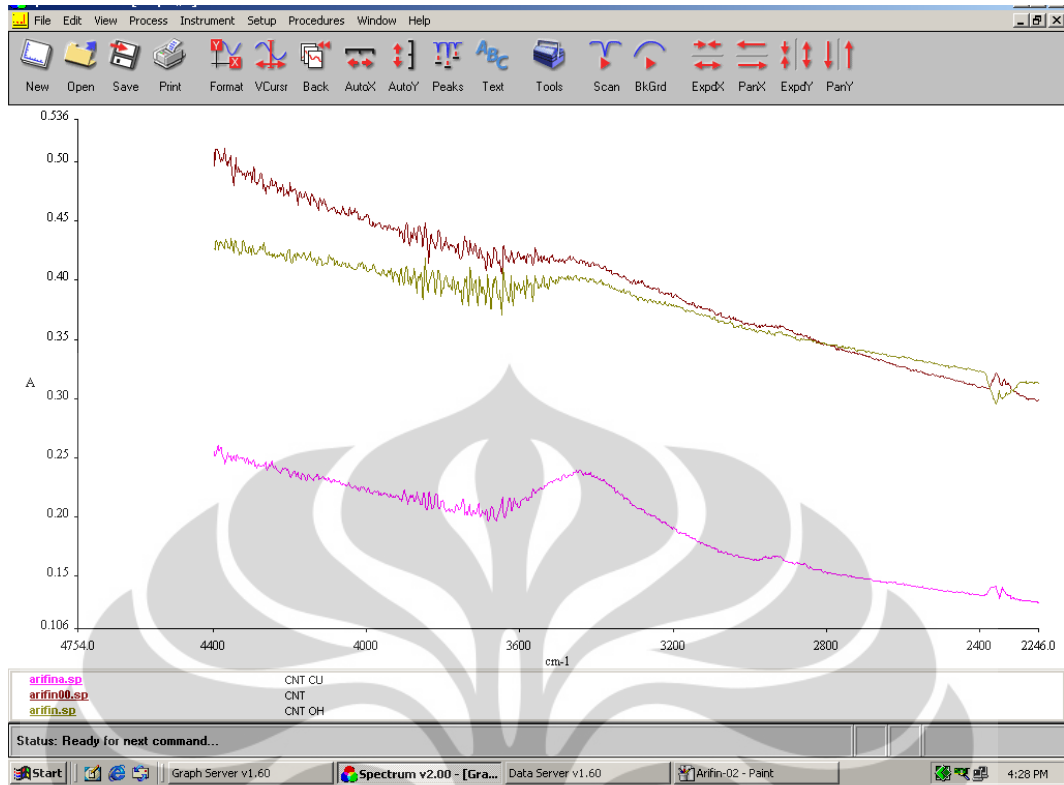






Lampiran 3. Hasil FTIR





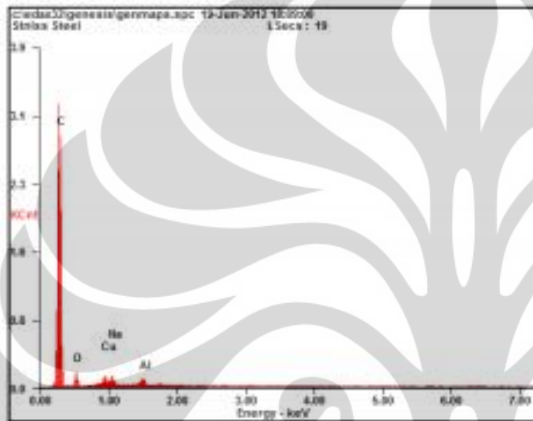
Lampiran 4. Hasil EDS untuk CNT setelah melalui metode Polyol

Microanalysis Report

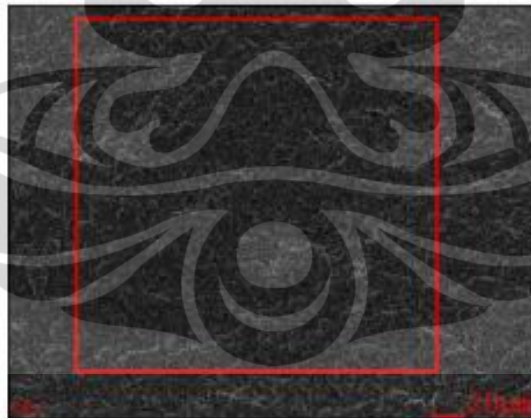
Prepared for: *Company Name Here*

Prepared by: *Your Name Here*

6/19/2012



Element	Wt%	At%
CK	81.83	89.01
OK	09.93	08.11
CuL	04.69	00.96
NaK	02.30	01.31
AlK	01.25	00.61
Matrix	Correction	ZAF



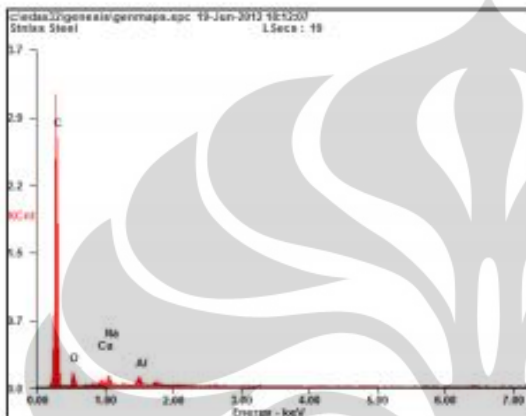
Microanalysis Report



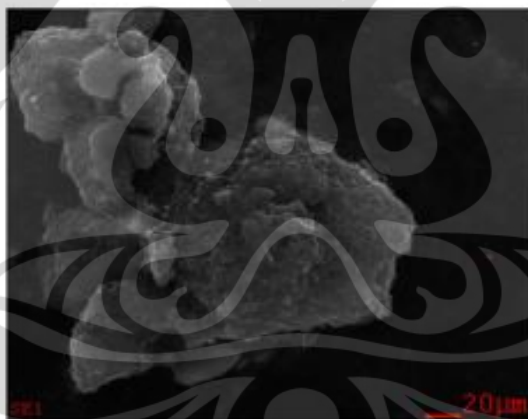
Prepared for: *Company Name Here*

Prepared by: *Your Name Here*

6/19/2012



Element	Wt%	At%
CK	81.82	88.12
OK	11.37	09.20
CuL	02.83	00.58
NaK	02.43	01.37
AlK	01.55	00.74
Matrix	Correction	ZAF



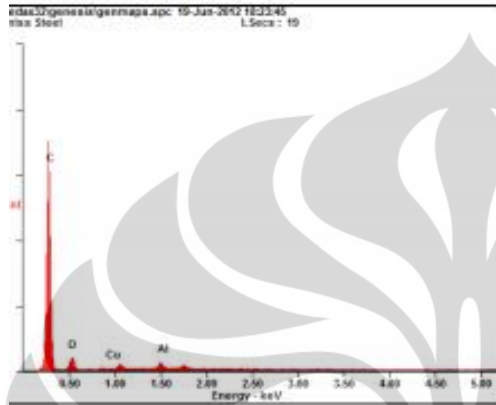
Microanalysis Report



Prepared for: *Company Name Here*

Prepared by: *Your Name Here*

6/19/2012



Element	Wt%	At%
CK	83.50	87.79
OK	14.45	11.41
CuL	00.60	00.12
AlK	01.45	00.68
Matrix	Correction	ZAF

