

## Kesan Rawatan Haba Terhadap Mikrostruktur Katod Berliang $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ di atas Substrat Keluli Kalis Karat yang disediakan dengan Kaedah Pengecatan Sluri

(Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Porous  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  Cathode on Stainless Steel Substrates Prepared by the Slurry Painting Method)

DEDIKARNI PANUH, ANDANASTUTI MUCHTAR\*, NORHAMIDI MUHAMAD  
& WAN RAMLI WAN DAUD

### ABSTRAK

Pengaruh rawatan haba terhadap mikrostruktur katod berliang  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas substrat keluli kalis karat telah dikaji. Komposit katod telah diendapkan ke atas substrat dengan menggunakan kaedah pengecatan sluri. Katod yang terhasil dirawat haba pada suhu 400, 500, 600, 700, 800 dan 830°C selama 1 jam dalam tekanan atmosfera. Analisis terma terhadap sluri kering telah dikaji untuk mendapatkan jadual pemanasan bagi penyingkiran komponen organik dengan menggunakan analisis termogravimetri (TGA) dan kalori imbasan kebezaan (DSC). Analisis TGA dan DSC mendapati penyingkiran komponen organik terjadi pada suhu di bawah 418°C dan fasa oksida komposit katod terbentuk pada suhu melebihi 600°C. Mikrostruktur katod terawat haba ditentukan dengan menggunakan mikroskop elektron imbasan (SEM) dan belauan sinar-X (XRD). Keputusan SEM menunjukkan yang saiz ira bagi katod meningkat dengan peningkatan suhu rawatan haba. Analisis pembelauan sinar-X mengesahkan kehadiran fasa  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas katod. Katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  yang diendapkan di atas substrat keluli kalis karat dengan proses pengulangan salutan 1, 2, 3, dan 4 kali didapati masing-masing mempunyai keliangan 53%, 51%, 39% dan 28% setelah melalui proses rawatan haba pada suhu 800°C selama 1 jam.

*Kata kunci:* Bismut oksida; kaedah pengecatan sluri; katod berliang

### ABSTRACT

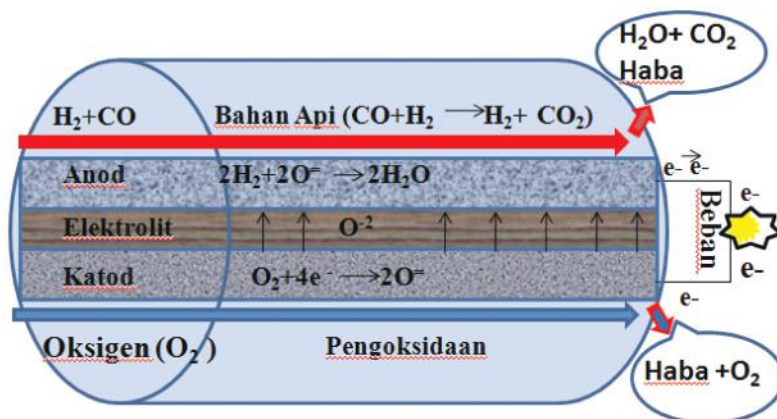
The influence of thermal treatment on the microstructure of  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  porous cathode on stainless steel substrates has been investigated. The composite cathode material has been successfully deposited on the substrates by the slurry painting method. The cathode was later thermally treated at different temperatures of 400, 500, 600, 700, 800 and 830°C for 1 h in the atmosphere. Thermal analysis of the dried slurry was conducted in order to determine the heating schedule for eliminating the organic components using thermogravimetry analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC). The TGA and DSC analyses confirmed that the organic component was fully decomposed below 418°C, whereas the formation of the composite cathode oxide phases took place at temperatures beyond 600°C. The microstructure of the thermally treated cathode was determined using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD), respectively. The SEM results showed that the grain size of the cathode increased with increase in temperature during thermal treatment. The X-ray diffraction (XRD) analyses confirmed the presence of  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$  phase on the cathode. The  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  cathode deposited on the stainless steel substrates was found to have a porosity of 53%, 51%, 39% and 28% after 1, 2, 3, and 4 coatings, respectively, and upon thermal treatment at 800°C for 1 h.

*Keywords:* Bismuth oxide; porous cathode; slurry painting method

### PENDAHULUAN

Sel fuel oksida pepejal (SFOP) merupakan sel fuel yang beroperasi pada suhu yang paling tinggi berbanding dengan jenis sel fuel yang lain. Lazimnya sel fuel oksida pepejal beroperasi dalam julat suhu yang luas, iaitu daripada suhu 600°C hingga suhu 1000°C. Keadaan ini membenarkan beberapa bahan kimia seperti  $\text{H}_2$ , gas semula jadi ( $\text{CH}_4$  dengan bilangan hidrokarbon sedikit), alkohol, dan karbon monoksida, hidrokarbon yang lain digunakan sebagai bahan api dalam SFOP, manakala udara atau oksigen digunakan sebagai pengoksida (Kakac et al. 2007; Prabhakar & Nguyen 2004).

Ilustrasi skematik sel fuel oksida pepejal (SFOP) ditunjukkan dalam Rajah 1. Setiap satu stek sel fuel terdiri daripada satu elektrolit dan dua elektrod (anod dan katod). Tindak balas kimia yang menghasilkan arus elektrik berlaku pada elektrolit di antara anod dan katod. Elektrolit juga berfungsi sebagai pembawa zarah bercas yang bergerak dari katod ke anod dan bertindak sebagai mangkin untuk mempercepatkan tindak balas di antara dua elektrod. Elektrolit dalam sel fuel oksida pepejal memiliki kemampuan untuk beroperasi pada suhu yang tinggi. Selain itu, elektrolit untuk sel fuel perlulah nipis supaya pengaliran ion oksigen ( $\text{O}^{2-}$ ) dapat berlaku dengan cekap.



RAJAH 1. Rajah skema sel fuel oksida pepejal

Mikrostruktur elektrolit, katod dan anod mempunyai peranan yang penting dalam meningkatkan prestasi elektrokimia SFOP. Katod merupakan salah satu komponen penting yang perlu diberi perhatian dalam penghasilan sel fuel oksida pepejal pada suhu sederhana dan rendah. Pengaruh sempadan ira, sentuhan antara ira secara terus dan rintangan antara ira berkait erat dengan pensinteran, suhu dan masa rawatan haba. Ia merupakan faktor utama yang perlu diambil kira untuk meningkatkan prestasi suatu bahan terutama katod (Cristie & Van Berkel 1996). Menurut Grunbaum et al. (2006), resapan oksigen merentasi katod berliang merupakan fenomena yang perlu dipertimbangkan dalam peningkatan prestasi katod. Proses penurunan oksigen akibat resapan yang berlaku pada katod dalam SFOP adalah pemangkin untuk terjadinya tindak balas pada katod.

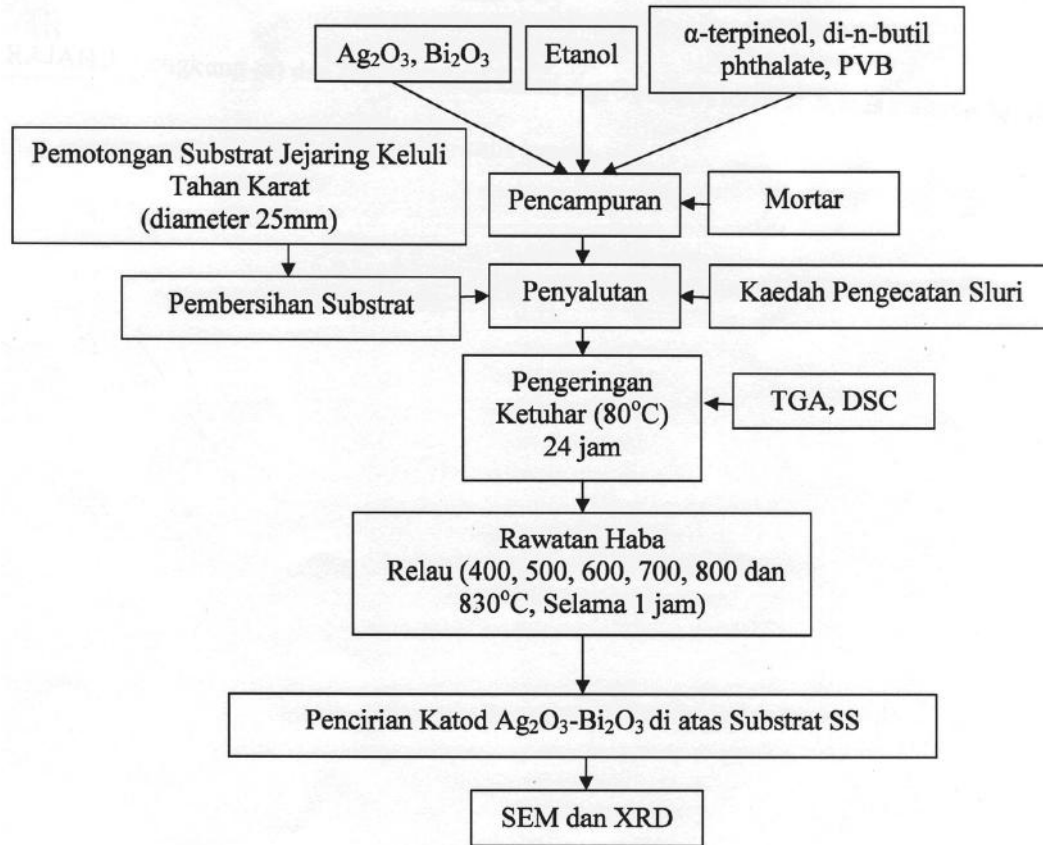
Dalam beberapa dekad terakhir, penyelidikan SFOP telah memfokuskan terhadap penurunan suhu operasi. Penurunan suhu operasi lebih rendah mampu mengatasi dua masalah besar dalam SFOP iaitu jangka hayat dan prestasi sel. Walau bagaimanapun, penurunan suhu operasi lebih rendah boleh menyebabkan penurunan prestasi SFOP. Oleh itu, ramai penyelidik menumpukan penyelidikan terhadap pengembangan sistem dan penyelidikan bahan baru yang dapat beroperasi pada suhu rendah tanpa menjejaskan prestasi SFOP. Suhu operasi di bawah  $650^\circ\text{C}$  merupakan suhu yang dikehendaki dalam SFOP suhu pertengahan dan rendah. Komposit katod Ag-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terstabil yitrium dan erbium adalah antara bahan terkini yang telah dibangunkan sebagai katod dalam SFOP pada suhu  $650^\circ\text{C}$  (Camaratta & Wachsmann et al. 2007). Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan salah satu bahan elektrolit yang diketahui sebagai pengalir ionik yang tinggi apabila beralih fasa menjadi fasa delta ( $\delta$ ). Secara amnya, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki empat struktur hablur iaitu fasa  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dan  $\delta$ . Setiap struktur hablur Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki tahap kekonduksian ionik yang berbeza.  $\delta$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki kekonduksian ionik yang tinggi disebabkan memiliki struktur hablur (jenis fluorit) yang mengandungi nisbah kekosongan oksigen 25% (Laurent et al. 2008). Masalah utama Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ialah kestabilan terma terutama penggunaan di bawah suhu  $650^\circ\text{C}$ . Walau bagaimanapun, ramai

penyelidik berusaha untuk memperluas julat suhu stabil bagi Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Penurunan suhu operasi dan memperluas julat suhu stabil bagi Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat meningkatkan kekonduksian ionik Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai elektrolit.

Beberapa kajian telah dilakukan untuk meningkatkan kestabilan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Salah satunya adalah dengan menstabilkan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan unsur-unsur nadir bumi tetapi keadaan ini menyebabkan penurunan kekonduksian elektrik. Bohannon et al. (2000) telah berjaya menstabilkan filem nipis  $\delta$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu rendah di atas substrat emas. Walau bagaimanapun, penggunaan substrat emas sebagai elektrod adalah kurang praktikal kerana emas adalah bahan yang mahal. Laurent et al. (2008) telah berhasil menstabilkan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di atas plat perak sebagai pengganti substrat emas untuk menstabilkan filem nipis  $\delta$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Bagaimanapun, substrat perak yang diperbuat daripada plat perak atau keluli kalis karat (SS) hanya digunakan untuk sel separuh. Menurut Deseure et al. (2005), substrat perak yang terbuat daripada plat perak atau keluli kalis karat (SS) tidak sesuai digunakan secara terus menjadi elektrod untuk sel tunggal kerana diperlukan keliangan untuk ketelapan gas. Oleh itu, dalam kertas kerja ini salutan bahan komposit katod Ag<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan ke atas substrat jenis jejaring keluli kalis karat. Proses penyalutan bahan komposit katod ke atas substrat dilakukan beberapa kali sehingga mencapai keliangan sasaran. Julat keliangan sasaran boleh dicapai dengan penyalutan bahan katod Ag<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan kaedah pengecatan sluri. Selain itu, jadual pemanasan bagi penghapusan bahan organik serta kesan rawatan haba terhadap struktur katod untuk sel fuel oksida pepejal juga dikaji.

#### BAHAN DAN KAEDAH

Carta alir pembuatan komposit katod Ag<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di atas jejaring keluli kalis karat (SS) yang meliputi penyediaan bahan, pencampuran, penyalutan, pengeringan, rawatan haba dan pencirian adalah seperti ditunjukkan dalam Rajah 2. Penghasilan katod Ag<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bermula dengan penyediaan substrat jejaring keluli kalis karat berdiameter 25 mm. Selepas substrat jejaring keluli kalis karat dipotong, substrat direndam dalam air suling dan etanol untuk



RAJAH 2. Carta alir pembuatan komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas jejaring keluli kalis karat

membersihkannya daripada kotoran dalam mesin pengaduk bermagnet (Spatech SUG-300/600). Selepas itu, jejaring keluli kalis karat dikeringkan dalam ketuhar (Jeio Tech OF-O2G) pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 24 jam.

Bahan komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  terdiri daripada serbuk oksida perak ( $\text{Ag}_2\text{O}_3$ ) dan serbuk oksida bismut ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) dengan nisbah berat (60:40) dan pembawa organik. Pembawa organik terdiri daripada  $\alpha$ -terpineol sebagai pelarut, di-n-butyl ftalat sebagai bahan pemplastik dan polivinilbuteral sebagai bahan pengikat dicampurkan dengan nisbah isipadu (3:1:2) sehingga menjadi buburan yang sesuai untuk proses pengecatan sluri. Bahan kimia bagi penghasilan komposit katod dan bahan pembawa organik diperolehi dari Sigma Aldrich Sdn. Bhd dan Merck Sdn. Bhd.

Seterusnya, campuran bahan komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  dengan bahan pembawa organik dimasukkan ke dalam mortar dan dikacau hingga menjadi sekata. Etanol ditambahkan ke dalam campuran bahan tersebut dengan kadar 1 g bahan komposit berbanding 1 mL etanol. Bahan komposit katod tersebut kemudian disalutkan ke atas substrat jejaring keluli kalis karat dengan kaedah pengecatan sluri. Penyalutan buburan dilakukan dengan sekata ke atas permukaan jejaring keluli kalis karat supaya permukaan jejaring keluli kalis karat ditutup sepenuhnya oleh buburan tersebut. Buburan  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  yang disalut pada permukaan jejaring keluli kalis karat menjadikan

jejaring keluli kalis karat sebagai sampel komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Pengulangan salutan buburan ke atas jejaring keluli kalis karat dilakukan sebanyak empat kali.

Sampel komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  dibahagikan kepada dua bahagian. Bahagian pertama dianalisis terma dari suhu bilik hingga suhu  $830^\circ\text{C}$  dengan menggunakan TGA dan DSC (Jupiter 449F3). Analisis terma dilakukan untuk menentukan jadual pemanasan bagi menyingkirkan komponen organik dan menyelidiki pengaruh haba terhadap komposit  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Bahagian kedua sampel komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  pula dirawat haba pada suhu yang berbeza iaitu 400, 500, 600, 700, 800 dan  $830^\circ\text{C}$  selama 1 jam dengan peningkatan  $5^\circ\text{C}$  setiap minit. Rawatan haba dilakukan menggunakan relau (Loren Tan VSTF-35-1100) dalam tekanan atmosfera. Seterusnya, kesan suhu rawatan haba ke atas mikrostruktur, morfologi permukaan dan keliangan sampel dikaji. Kesan suhu rawatan haba dan pengulangan salutan buburan komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas keluli kalis karat terhadap mikrostruktur, morfologi permukaan dan keliangan katod dicirikan menggunakan SEM (Zeiss EVO MA10) dan kaedah *Archimedes*. Penggunaan prinsip *Archimedes* untuk menentukan nilai keliangan komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  adalah mengikut piawai *American Standart Test Method* (ASTM) C373-72 (t.th). Perubahan fasa substrat dan komposit katod ditentukan melalui analisis pembelauan sinar-X (Siemen D-500) dengan sinar-X,  $\text{CuK}_\alpha$ .

## HASIL DAN PERBINCANGAN

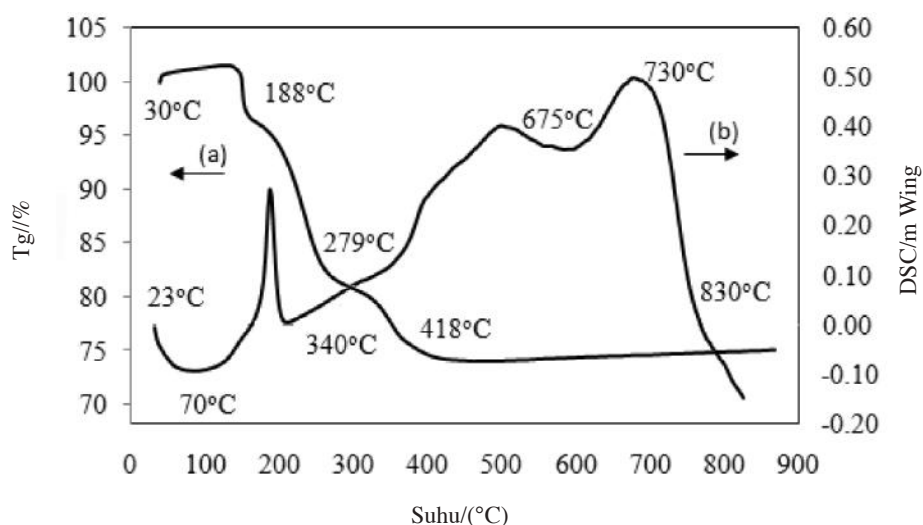
Lengkung TG dan DSC untuk komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  pada suhu bilik hingga suhu  $830^\circ\text{C}$  ditunjukkan dalam Rajah 3. Kehilangan jisim didapati berlaku dengan peningkatan suhu dari suhu bilik hingga suhu  $188^\circ\text{C}$  dan  $418^\circ\text{C}$  seperti ditunjukkan oleh lengkung TG dalam Rajah 3(a). Peringkat ini menunjukkan penyahjerapan molekul-molekul pembawa organik sehingga bahan pembawa organik yang terjerap di atas permukaan substrat keluli kalis karat disingkirkan.

Peningkatan suhu melebihi  $418^\circ\text{C}$  didapati tidak menunjukkan kehilangan jisim, kerana pada fasa ini semua bahan pembawa organik telah mengalami penguraian. Walau bagaimanapun, lengkung DSC masih menunjukkan terjadinya proses serap haba dan luah haba pada julat suhu  $675^\circ\text{C}$  hingga  $730^\circ\text{C}$ . Kesan peningkatan suhu daripada  $675^\circ\text{C}$  hingga  $730^\circ\text{C}$  pada analisis DSC menghasilkan lengkung luah haba seperti ditunjukkan dalam Rajah 3(b). Lengkung luah haba ini berlaku seiring dengan penjelmaan fasa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  daripada fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$  kepada fasa  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Seperti yang diperolehi oleh Alizadeh et al. (2007) penjelmaan fasa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  daripada fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$  kepada fasa  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$  terjadi pada suhu  $730^\circ\text{C}$ .

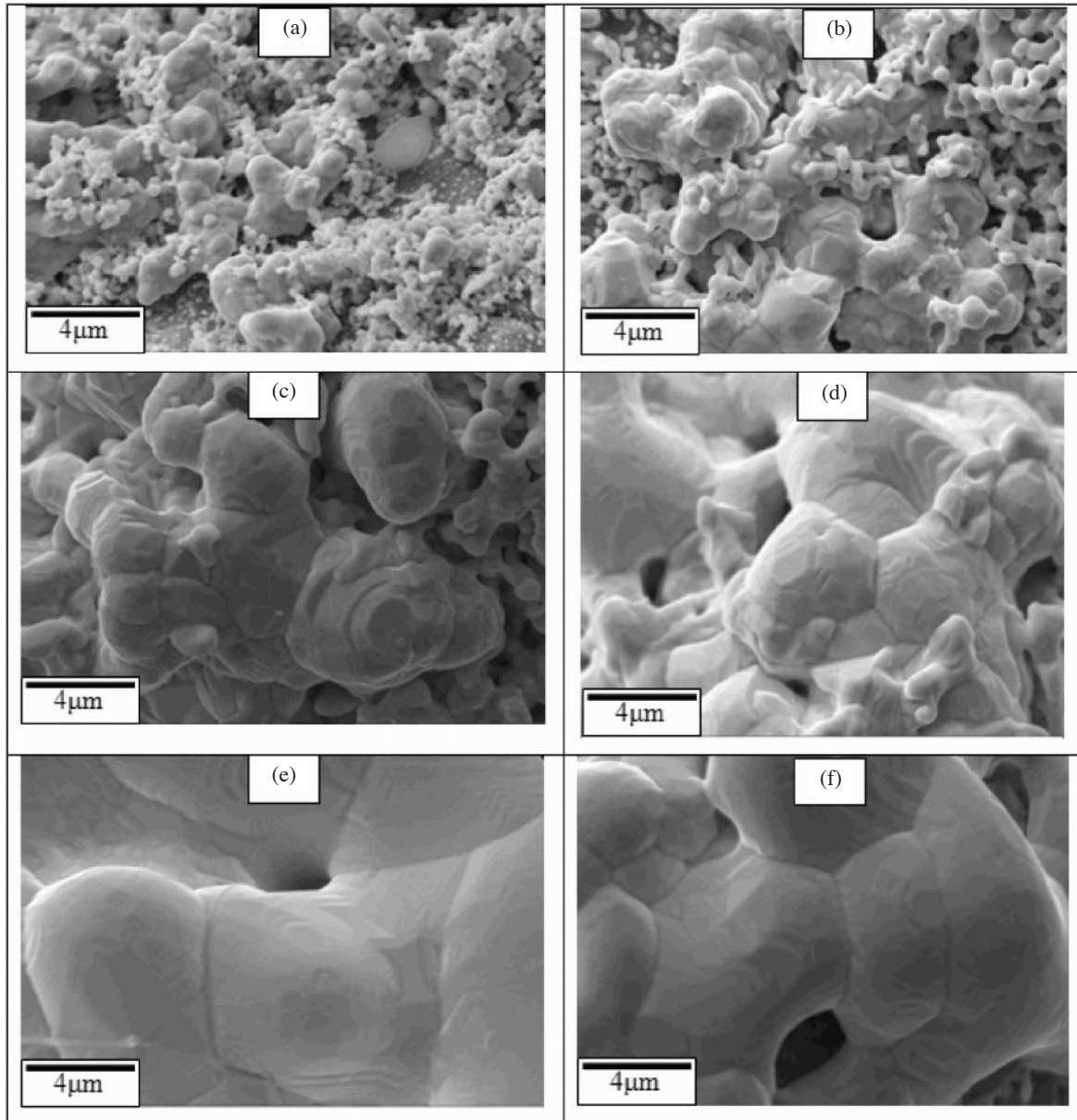
Mikrograf SEM bagi katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  setelah dirawat haba pada suhu (a)  $400^\circ\text{C}$ , (b)  $500^\circ\text{C}$ , (c)  $600^\circ\text{C}$ , (d)  $700^\circ\text{C}$ , (e)  $800^\circ\text{C}$  dan (f)  $830^\circ\text{C}$  ditunjukkan dalam Rajah 4. Rajah 4(a) hingga 4(e) menunjukkan pertumbuhan ira dan ira bergabung seiring dengan peningkatan suhu rawatan haba. Peningkatan rawatan haba hingga  $800^\circ\text{C}$  telah menyebabkan peningkatan saiz ira. Fenomena ini telah dilaporkan oleh Chang dan Gyeong (2001) bahawa saiz ira meningkat secara berterusan dengan peningkatan suhu rawatan haba. Peningkatan suhu rawatan haba hingga suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 1 jam menyebabkan pengurangan tenaga bebas pada permukaan ira dan sebagai dorongan terjadinya penyatuan ira. Rajah 4(a) hingga 4(e) juga

menunjukkan keliangan terbuka menurun dengan peningkatan suhu rawatan haba, sebaliknya pertumbuhan ira meningkat selari dengan peningkatan suhu rawatan haba. Perbezaan saiz ira menyebabkan pertumbuhan leher antara ira menjadi lebih cepat hingga mempercepat terjadinya penyatuan ira (Li et al. 2007). Rajah 4(e) juga menunjukkan morfologi pengoksidaan salutan filem katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  pada suhu  $800^\circ\text{C}$  dengan purata saiz ira lebih besar berbanding dengan Rajah 4(a) hingga Rajah 4(d). Bagaimanapun, setelah rawatan haba ditingkatkan hingga suhu  $830^\circ\text{C}$  seperti ditunjukkan pada Rajah 4(f) keliangan mula meningkat kerana  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  mula melebur pada suhu  $817^\circ\text{C}$ .

Hasil pembelauan sinar-X pada substrat keluli kalis karat dan pada komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas substrat keluli kalis karat dengan empat kali pengulangan salutan setelah dirawat haba pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$  dan  $830^\circ\text{C}$  ditunjukkan dalam Rajah 5. Spektrum pembelauan sinar-X bagi substrat dibandingkan dengan hasil pembelauan sampel komposit katod selepas rawatan haba pada pelbagai suhu. Hasil perbandingan mendapati bahawa spektrum substrat tidak terlihat lagi kerana telah ditutupi oleh bahan komposit katod. Hasil spektrum pembelauan komposit katod pada suhu  $400^\circ\text{C}$  menunjukkan fasa  $\text{Ag}_2\text{O}_3$  lebih dominan berbanding fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Rajah 5 (c) dan (d) menunjukkan spektrum pembelauan sampel setelah dirawat haba pada suhu  $500^\circ\text{C}$  hingga  $600^\circ\text{C}$  menyebabkan berlakunya peningkatan fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Spektrum pembelauan sampel setelah dirawat haba pada suhu  $700^\circ\text{C}$  dan  $800^\circ\text{C}$  adalah seperti ditunjukkan dalam Rajah 5 (e) dan (f). Rawatan haba ini menyebabkan berlakunya penjelmaan fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$  kepada fasa  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Rajah 5 (g) menunjukkan spektrum pembelauan sampel setelah dirawat haba pada suhu  $830^\circ\text{C}$ , ia menunjukkan spektrum fasa  $\text{Ag}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  yang mula berbentuk amorfus. Ini kerana rawatan haba  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  melebihi suhu  $830^\circ\text{C}$  menyebabkan struktur fluorit



RAJAH 3. Lengkung (a) TG dan (b) DSC bagi katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  tersalut di atas substrat kalis karat



RAJAH 4. Mikrograf katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas substrat keluli kalis karat dengan empat kali salutan setelah dirawat haba pada suhu: (a) 400°C, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 700°C, (e) 800°C dan (f) 830°C

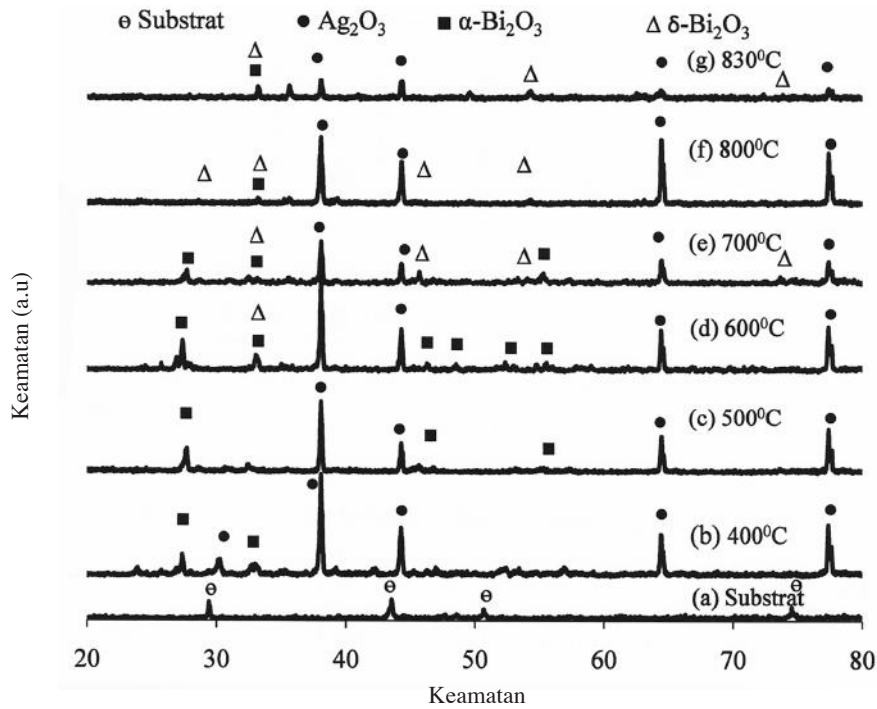
(δ) tidak stabil dan oksida bismut mula melebur (Azad et al. 1994; Harwig & Gerards 1978; Helfen et al 2005; Sammes et al. 1999).

Pengaruh rawatan haba terhadap keliangan katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  yang disalut dengan proses pengulangan salutan satu hingga empat kali di atas substrat keluli kalis karat adalah seperti ditunjukkan dalam Rajah 6. Salutan kali keempat menunjukkan saiz keliangan paling kecil jika dibandingkan dengan salutan pertama hingga salutan ketiga. Saiz keliangan menurun hingga 28% dengan rawatan haba 800°C setelah salutan kali keempat. Saiz keliangan katod 28% adalah yang terbaik kerana ia dalam julat sasaran. Merujuk kepada model yang dibangunkan oleh Deseure et al. (2005), kekonduksian ionik katod lebih

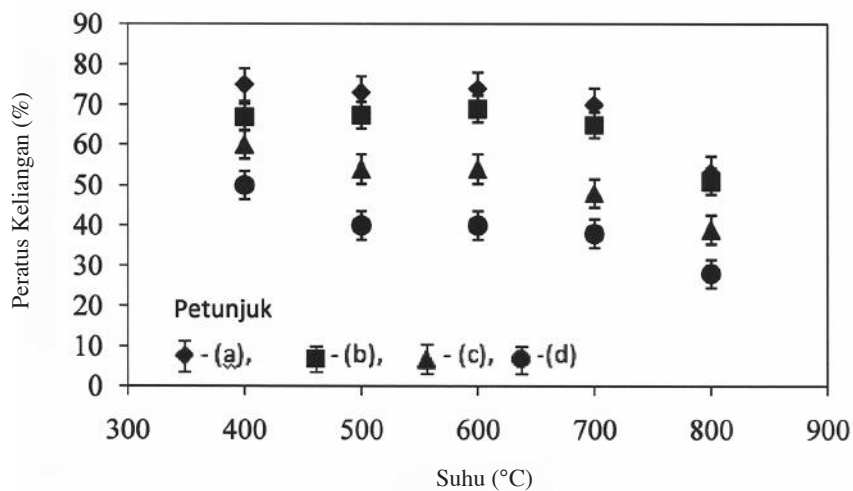
berkesan apabila memiliki saiz keliangan pada julat 20% hingga 30%. Keliangan optimum sebanyak 30% setelah disinter pada suhu 900°C untuk bahan perovskit lanthanum strontium kobalt ferit (LSCF) membolehkan tindak balas penurunan oksigen berlaku dengan lebih cekap (Noor Ashrina et al. 2009).

#### KESIMPULAN

Komposit katod ( $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ) tersalut di atas keluli kalis karat telah dihasilkan dengan menggunakan kaedah pengecatan sluri. Analisis terma mendapati bahawa pembawa organik telah mengalami penguraian pada suhu dibawah 418°C dan terjadi proses serap haba dan luah



RAJAH 5. Pembelauan sinar-X pada (a) substrat keluli kalis karat dan pada komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas substrat keluli kalis karat dengan empat kali pengulangan salutan dan dirawat pada suhu (b)  $400^\circ\text{C}$ , (c)  $500^\circ\text{C}$ , (d)  $600^\circ\text{C}$ , (e)  $700^\circ\text{C}$ , (f)  $800^\circ\text{C}$  dan (g)  $830^\circ\text{C}$



RAJAH 6. Pengaruh rawatan haba terhadap keliangan katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  di atas substrat keluli kalis karat pada suhu  $400$ ,  $500$ ,  $600$ ,  $700$  dan  $800^\circ\text{C}$  dengan pengulangan salutan sebanyak: (a) 1, (b) 2, (c) 3 dan (d) 4 kali

haba pada julat suhu  $418^\circ\text{C}$  hingga  $675^\circ\text{C}$ . Keputusan SEM menunjukkan saiz ira komposit katod  $\text{Ag}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$  yang disalut ke atas substrat keluli kalis karat semakin meningkat apabila suhu rawatan haba meningkat. Difraktogram XRD komposit katod pada suhu  $700^\circ\text{C}$  hingga suhu  $800^\circ\text{C}$  menunjukkan berlaku penjelmaan fasa  $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$  kepada  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ . Keputusan ujian keliangan katod menunjukkan saiz keliangan sasaran pada julat 20% hingga 30% dicapai setelah proses pengulangan salutan sebanyak empat kali dan rawatan haba pada suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

#### PENGHARGAAN

Penulis merakamkan penghargaan kepada Universiti Kebangsaan Malaysia dan Kementerian Pengajian Tinggi Malaysia di atas tajaan projek ini melalui geran penyelidikan UKM-GUP-TK-08-17-324 dan UKM-OUP-TK-17-78/2008. Penulis juga merakamkan penghargaan kepada Loh Soon Chong atas perolehan sebahagian data kajian.

## RUJUKAN

- Alizadeh, M., Maghsoudipour, A., Mortarzadeh, F., Ahmadi, K. & Saremi, M. 2007. Sintering behaviour of  $Y_2O_3$  doped  $Bi_2O_3$  Ceramics. *Science of Sintering* 39: 215-221.
- American Standard Test Method (ASTM) C373-72. t.th. *Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Product* pp. 328-329.
- Azad, A.M., Larose, S. & Akbar, S.A. 1994. Review Bismuth Oxide-based solid electrolytes for fuel cells. *Journal of Materials Science* 29: 4135-4151.
- Bohannon, E.W., C. Christopher, Jaynes, M.G. Shumsky, J.K. Barton & J.A. Switzer, 2000. Low-temperature electrodeposition of the high-temperature cubic polymorph of bismuth (III) oxide. *Solid State Ionics* 31: 97-107.
- Camaratta, M. & Wachsmann, E. 2007. Silver-bismuth oxide cathodes for IT-SOFCs; Part I-Microstructural instability. *Solid State Ionics* 178: 1242-1247.
- Chang, W. B. & Gyeong, M.C. 2001. The effect of sintering on the grain boundary conductivity of lithium lanthanum titanates. *Solid State Ionics* 140: 285-292.
- Cristie, G.M. & Van Berkel, F.P.F. 1996. Microstructure-ionic conductivity relationships in ceria-gadolinia electrolytes. *Solid State Ionics* 83: 17-27.
- Deseure, J., Bultel, Y., Dessemond, L. & Siebert, E. 2005. Theoretical optimisation of a SOFC composite cathode. *Electrochimica Acta* 50: 2037-2046.
- Grunbaum, N., Dessemond, L., Fouletier, J., Prado, F. & Caneiro, A. 2006. Electrode reaction of  $Sr_{1-x}La_xCo_{0.8}Fe_{0.2}O_{3-\delta}$  with  $x=1$  and 0.6 on  $Ce_{0.9}Gd_{0.1}O_{1.95}$  at  $600 \leq T \leq 800^\circ C$ . *Solid State Ionics* 178: 1379-1384.
- Harwig, H.A. & Gerards, A.G. 1978. Electrical properties of the  $\alpha$ ,  $\beta$ , and  $\delta$  phases of bismuth sesquioxide. *Journal of Solid State Chemistry* 26: 265-274.
- Helfen, A., Merkourakis, S., Wang, G., Walls, M.G. & Roy, E. 2005. Structure and stability studies of electrodeposited  $\delta$ - $Bi_2O_3$ . *Solid State Ionics* 176: 629-633.
- Kakac, S., Pramuanjaroenkij, A. & Zhou, X. Y. 2007. A Review of numerical modeling of solid oxide fuel cells. *International Journal of Hydrogen Energy* 32: 761-786.
- Laurent, G.Y., Wang, S., Tusseau-Nenez, & Y. Leprince-Wang. 2008. Structure and conductivity studies of electrodeposited  $\delta$ - $Bi_2O_3$ . *Solid State Ionics* 178: 1735-1739.
- Li, G., Sun, Z., Zhao, H., Chen, C. & Ren, R. 2007. Effect of temperature on the porosity, microstructure, and properties of porous  $La_{0.8}Sr_{0.2}MnO_3$  cathode materials. *Ceramics International* 33: 1503-1507.
- Noor Ashrina Abdul Hamid., Andanastuti Muchtar., Wan Ramli Wan Daud & Norhamidi Muhamad. 2009. Pencirian mikrostruktur katod La-Sr-Co-Fe-O bagi Sel Fuel Oksida Pejal Bersuhu Sederhana (IT-SOFC). *Sains Malaysiana* 38: 857-861.
- Prabhakar, S. & Nguyen, Q.M. 2004. Solid Oxide Fuel Cells: Technology Status. *International Journal Applied Ceramic Technology* 1: 5-15.
- Sammes, N.M., Tompsett, G.A., Nafe, H. & Aldinger, F. 1999. Bismuth Based Oxide Electrolytes-Structure and Ionic Conductivity. *Journal of the European Ceramic Society* 19: 1801-1826.

Institut Sel Fuel  
Universiti Kebangsaan Malaysia  
43600 UKM Bangi, Selangor D.E.  
Malaysia

\*Pengarang untuk surat-menyurat; email: muchtar@eng.ukm.my

Diserahkan: 21 April 2011  
Diterima: 7 Jun 2011