

## Karakterisasi Spektroskopi Raman pada Purifikasi *Mixed Hydroxide Precipitate* dari Baterai Lithium Bekas

Deska Anggrait Sedyatama<sup>1</sup>, Indra Perdana<sup>2</sup>, Sutijan<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup>Magister of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Universitas Gadjah Mada

### ARTICLE INFO

#### Article history:

DOI:

[10.30595/pspfs.v6i.852](https://doi.org/10.30595/pspfs.v6i.852)

Submitted:

August 05, 2023

Accepted:

September 29, 2023

Published:

October 13, 2023

#### Keywords:

Leaching, Hydrometallurgy,  
Purification, Spent Li-Battery

### ABSTRACT

Electrical energy storage batteries are a form of this supporting technology. Lithium batteries are considered the most suitable battery technology for many types of electronic devices today. Waste of used batteries will also increase as LIB production increases. The recycling process is one way to dispose of used batteries because they contain high levels of heavy metals, which pose a significant risk. The most common treatment method for battery recycling is hydrometallurgy. The most important of the various hydrometallurgical steps is the leaching process. The mixed hydroxide precipitate (MHP) will be the product of the precipitation on the NMC metal.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  is always an impurity present in MHP products. Therefore, the MHP still needs to be purified to achieve the highest possible purity so that it can be used as a cathode in battery manufacturing. Raman's spectroscopic was used to analyze the characteristic of MHP purification with variation 30, 50, 70 and 90 °C.

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



#### Corresponding Author:

**Deska Anggrait Sedyatama**

Magister of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Universitas Gadjah Mada

Jalan Grafika No. 2 Kampus UGM Bulaksumur, D.I. Yogyakarta, 55281, Indonesia

Email: [deskaanggrait@mail.ugm.ac.id](mailto:deskaanggrait@mail.ugm.ac.id)

## 1. PENDAHULUAN

Listrik merupakan salah satu kebutuhan manusia yang sangat penting saat ini, terutama dalam bidang teknologi. Kendaraan listrik merupakan salah satu teknologi yang berdampak nyata bagi kehidupan masyarakat dan baru mulai berkembang. Teknologi pendukung digunakan untuk meningkatkan kinerja kendaraan listrik selama pengembangan teknologi ini. Baterai penyimpan energi listrik merupakan salah satu bentuk teknologi pendukung tersebut.

Baterai litium dianggap sebagai teknologi baterai yang paling cocok untuk banyak jenis perangkat elektronik saat ini. Baterai lithium sangat diminati setiap hari karena banyak keunggulannya termasuk bobot yang ringan, ukuran kecil, dan kapasitas energi yang tinggi. Menurut Jian (2012), 450 juta baterai Li-ion diproduksi pada tahun 2008.

Banyak perangkat seluler, termasuk ponsel, laptop, kendaraan listrik, kendaraan listrik hibrida, dan sistem bertenaga jaringan, menggunakan baterai lithium-ion secara ekstensif sebagai sumber daya (Georgi-Maschler et al., 2012). Variasi logam yang berbeda dari mana mereka dibuat membantu membedakan berbagai jenis baterai lithium-ion. **Tabel 1** mencantumkan beberapa kategori ini.

**Tabel 1.** Jenis Material Aktif Katoda pada Baterai Litium Ion (Miao dkk, 2019).

Short Form	Chemical Name
NCA	<i>Lithium Nickel Cobalt Alumunium</i>
NMC	<i>Lithium Nickel Manganese Cobalt</i>
LFP	<i>Lithium Iron Phosphate</i>
LMO	<i>Lithium Manganese Oxide</i>
LCO	<i>Lithium Cobalt Oxide</i>

Limbah baterai bekas juga akan meningkat seiring dengan peningkatan produksi LIB. Meskipun limbah baterai tergolong limbah B3, namun masih sangat sedikit pengetahuan tentang cara membuang limbah ini. Akibatnya, sebagian besar akan dibakar atau dikubur di dalam tanah. Proses daur ulang adalah salah satu cara untuk membuang baterai bekas karena mengandung logam berat tingkat tinggi, yang menimbulkan risiko yang signifikan (O'Driscoll, 2017).

Dengan menggunakan pirometalurgi, hidrometalurgi, dan biohidrometalurgi, pemulihan logam litium dan kobalt dari LIB bekas telah menjadi subjek banyak penelitian dan pengembangan. Proses hidrometalurgi adalah yang paling banyak digunakan dari ketiga proses tersebut karena lebih efisien dan melepaskan lebih sedikit gas beracun ke udara. Menurut Li (2017), acid leaching merupakan proses hidrometalurgi yang paling sederhana, paling ekologis dan paling menguntungkan dari proses hidrometalurgi yang ada.

Metode perawatan yang paling umum untuk daur ulang baterai adalah hidrometalurgi. Penggilingan, pencucian fisik / pemisahan asam (organik atau anorganik), dengan atau tanpa aditif, dan pengendapan (ekstraksi pelarut) umumnya merupakan langkah-langkah proses hidrometalurgi. Barik et al., 2016).

Yang paling penting dari berbagai langkah hidrometalurgi adalah proses pelindian. Leaching adalah proses ekstraksi mineral atau zat terlarut secara selektif dari cairan dengan melarutkan mineral atau zat terlarut tersebut dalam pelarut, dengan proses alami atau industri. Satu atau lebih tahapan dapat digunakan dalam proses pelindian. Menurut Kulkarni (2015), multi-stage leaching dapat dilakukan secara *cross current* atau *co-current*.

Proses pelindian diikuti dengan proses pengendapan selama ekstraksi logam baterai NMC bekas. Presipitat hidroksida campuran (MHP) akan menjadi produk presipitasi pada logam NMC. Beberapa komponen MHP dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Komposisi Penyusun MHP

Element	Composition(wt%)
Nickel	21,88%
Manganese	41,47%
Cobalt	8,85%
Natrium	27,80%

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> merupakan pengotor yang ada dalam produk MHP. Oleh karena itu, MHP masih perlu dimurnikan untuk mencapai kemurnian setinggi mungkin agar dapat digunakan sebagai katoda dalam pembuatan baterai. Proses penyaringan berbasis air, juga dikenal sebagai pencucian air, dapat digunakan untuk menyelesaikan langkah pemurnian MHP. Memang, dibandingkan dengan nikel, kobalt, dan mangan, natrium memiliki kelarutan tertinggi. **Tabel 3** menunjukkan nilai kelarutan yang dihasilkan untuk komponen penyusun MHP.

**Tabel 3.** Data Hasil Kali Kelarutan

Substance	Ksp
Ni(OH) <sub>2</sub>	5,48x10 <sup>-15</sup>
Co(OH) <sub>2</sub>	5,92x10 <sup>-15</sup>
Mn(OH) <sub>2</sub>	2,00x10 <sup>-13</sup>
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	6,6x10 <sup>-3</sup>

## 2. METODE PENELITIAN

Penelitian purifikasi *mixed hydroxide precipitate* dari baterai *lithium* bekas menggunakan variabel bebas berupa temperatur operasi yaitu 30,50,70 dan 90°C. Untuk variabel terikat digunakan diameter partikel MHP sebesar 35 mesh dan pengadukan di set pada kecepatan 200 rpm. Penelitian dilakukan di laboratorium Teknologi Keramik dan Komposit Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada.

### 2.1. Alat dan Bahan

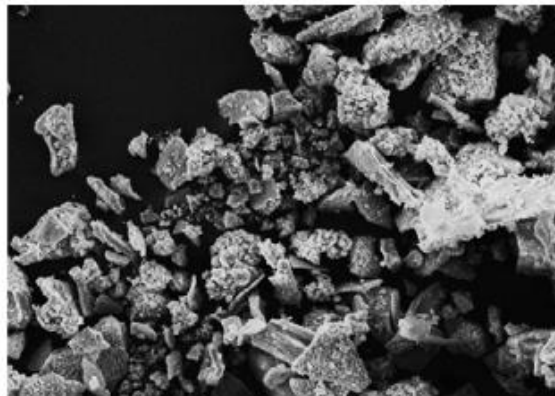
Material utama yang digunakan dalam pemurnian MHP adalah sampel MHP yang diperoleh dari proses daur ulang baterai litium tipe NMC bekas. Kemudian, bahan pendukung selanjutnya adalah air deionisasi. Studi pemurnian MHP menggunakan beberapa alat antara lain labu leher tiga sebagai tempat pemurnian MHP, pelat pemanas yang digunakan untuk mengatur suhu operasi selama pencucian air, dan *magnetic stirrer* yang digunakan untuk membangkitkan kondisi pencampuran MHP dalam proses pencucian air.

### 2.2. Proses Pencucian Air

Ambil 10 gram sampel MHP dengan diameter partikel 35 mesh, lalu larutkan dalam 250 ml air deionisasi. Aduk larutan dengan *magnetic stirrer* pada 200 rpm selama 15 menit dan pada suhu 30°C. ambil larutan sampel setiap 1, 5, 10 dan 15 menit sambil dilakukan proses pengadukan menggunakan *syringe* 1 ml kemudian disaring menggunakan *syringe filter* dan disimpan dalam botol sampel. Menyaring sampel menggunakan corong buchner, vakum, dan kertas saring *Whatman 42*. Memanaskan sampel yang telah disaring ke dalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam. Ulangi percobaan dengan menggunakan variabel temperatur 50, 70 dan 90°C. Kemudian dilakukan analisis Raman spektroskopi dan analisis SEM.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

MHP merupakan campuran hidroksida logam terutama nikel ( $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ), mangan ( $\text{Mn}(\text{OH})_2$ ), dan Cobalt ( $\text{Co}(\text{OH})_2$ ). Gambar 1 menunjukkan morfologi MHP yang dianalisis dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopic*). Gambar 1 menunjukkan bahwa MHP memiliki bentuk partikel yang tidak seragam. Pada MHP terdapat partikel berbentuk agglomerat seperti batu tetapi ada juga partikel dengan bentuk *flake* atau lembaran – lembaran. Disamping itu, rentang ukuran MHP terlihat berongga. Sehingga dapat disimpulkan MHP memiliki bentuk yang tidak homogen dan sangat *porous*. Untuk itu, difusi pada partikel dapat diabaikan (Persamaan 1 dapat diabaikan) dan difusi yang mempengaruhi adalah difusi pada lapisan film.

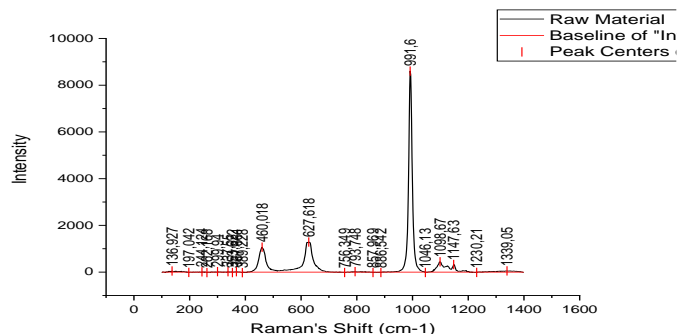


Gambar 1. Morphology MHP

### Analisis MHP dengan Raman's Spectrofotometri

Analisis Raman's Spectrofotometri yang digunakan dalam analisa MHP menggunakan 5 variasi berupa raw material dan MHP setelah proses pemurnian pada berbagai temperatur.

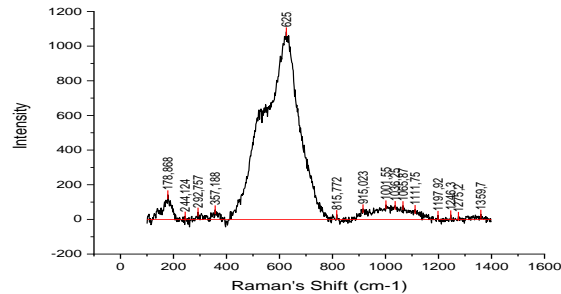
#### a. Raw material MHP



Gambar 2. Profile spektrum Raman raw material MHP

**Gambar 2** menunjukkan hasil Raman's Spectrofotometry dengan menggunakan sampel MHP awal. Dari grafik tersebut terdapat Na yang muncul pada peak 627,61 pada intensity yang masih tinggi berkisar 1500. Pada raw material jumlah Na masih tinggi.

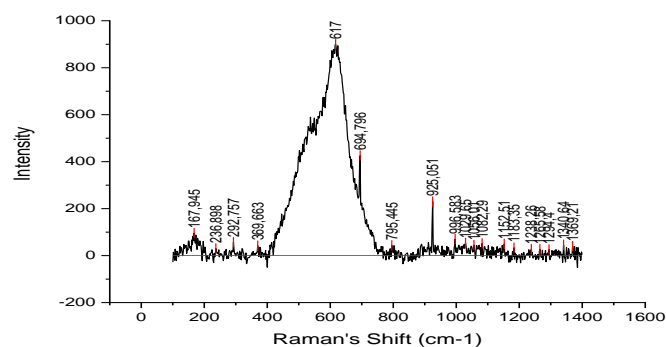
b. MHP hasil pencucian pada Temperatur 30 °C



**Gambar 3.** Profile spektru Raman MHP hasil pencucian 30 °C

**Gambar 3** menunjukkan hasil Raman's Spectrofotometry dengan menggunakan sampel MHP hasil pencucian pada suhu 30 °C. Dari grafik tersebut terdapat Na yang muncul pada peak 625. Disini kadar Na sudah mulai turun dilihat dari intensity yang berkisar pada 1100.

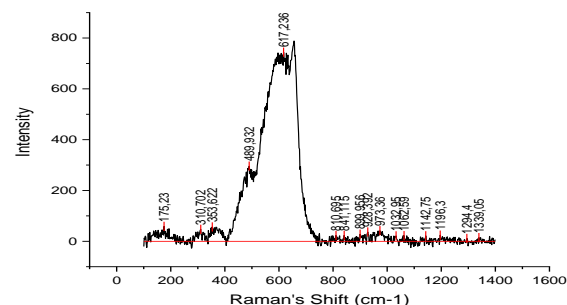
c. MHP hasil pencucian pada Temperatur 50 °C



**Gambar 4.** Profile spektru Raman MHP hasil pencucian 50 °C

Grafik diatas merupakan hasil Raman's Spectrofotometry dengan menggunakan sampel MHP hasil pencucian pada suhu 50 °C. Dari grafik tersebut terdapat Na yang muncul pada peak 615. Disini kadar Na kembali turun jika dilihat melalui intensity yang berkisar 900.

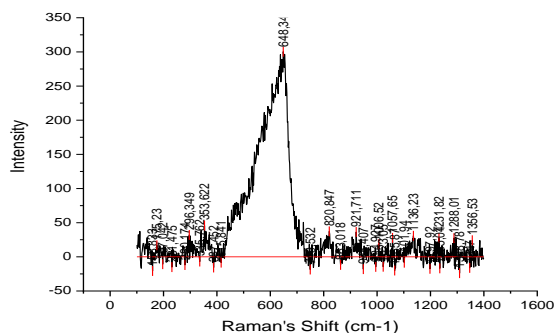
d. MHP hasil pencucian pada Temperatur 70 °C



**Gambar 5.** Profile spektru Raman MHP hasil pencucian 70 °C

**Gambar 5** menunjukkan hasil Raman's Spectrofotometry dengan menggunakan sampel MHP hasil pencucian pada suhu 70 °C. Dari grafik tersebut terdapat Na muncul pada peak 615,23. Kadar Na turun tetapi tidak terlalu signifikan jika dibandingkan dengan MHP dengan suhu 50 dilihat dari intensity yang berkisar 800.

e. MHP hasil pencucian pada Temperatur 90 °C



**Gambar 6.** Profile spektrum Raman MHP hasil pencucian 90 °C

**Gambar 6** menunjukkan hasil Raman's Spectrofotometry dengan menggunakan sampel MHP hasil pencucian pada suhu 90 °C. Dari grafik tersebut dapat dilihat Na muncul pada peak 648,34. Kadar Na yang teramati dari grafik turun drastis jika dibandingkan dengan sampel-sampel sebelumnya.

#### 4. SIMPULAN

Berdasarkan pada hasil analisis data dan pembahasan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

- MHP memiliki bentuk yang tidak homogen dan sangat *porous* untuk itu, difusi yang mempengaruhi adalah difusi pada lapisan film
- Berdasarkan spektrum raman yang sudah dilakukan kondisi pencucian optimum yang didapatkan yaitu pada temperatur 90°C

#### DAFTAR PUSTAKA

- A.L. Sidiq et al. Comprehensive recovery of NCM cathode materials for spent lithium-ion batteries by microfluidic device. *Materials Research Bulletin*. 20 May 2022. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2022.111901>.
- Astrayudha, M.; Mada, U. G.; Petrus, H.; Mada, U. G.; Wiratni, W.; Mada, U. G.; Sulisty, H.; Mada, U. G. LITHIUM RECOVERY OF SPENT LITHIUM-ION BATTERY USING BIOLEACHING FROM LOCAL SOURCES MICROORGANISM. **2017**, *10*(January), 897-903. <https://doi.org/10.7324/RJC.2017.1031767>.
- Jian, G.; Guo, J.; Wang, X.; Sun, C.; Zhou, Z.; Yu, L.; Kong, F.; Qiu, J. Study on Separation of Cobalt and Lithium Salts from Waste Mobile-Phone Batteries. *Procedia Environ.Sci.* **2012**, *16*, 495–499. <https://doi.org/10.1016/j.proenv.2012.10.068>.
- Kose, C., and Topkaya, Y., 2011. Hydrometallurgical processing of nontronite type lateric nickel ores by MHP process. *Minerals Engineering*, Volume 24, pp.396-415. doi:10.1016/j.mineng.2010.11.010
- Li, H.; Xing, S.; Liu, Y.; Li, F.; Guo, H.; Kuang, G. Recovery of Lithium, Iron, and Phosphorus from Spent LiFePO<sub>4</sub> Batteries Using Stoichiometric Sulfuric Acid Leaching System. *ACS Sustain. Chem. Eng.* **2017**, *5* (9), 8017–8024. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b01594>.
- Mubarok, M. & Lieberto, J., 2013. Precipitation of Nickel Hydroxide from Simulated and Atmospheric-Leach Solution of Nickel Laterite Ore. *Procedia Earth and Planetary Science*, Volume 6, pp.457-464. doi: 10.1016/j.proeps.2013.01.060.
- Peng, C.; Liu, F.; Aji, A. T.; Wilson, B.P.; Lundström, M. Extraction of Li and Co from Industrially Produced Li-Ion Battery Waste – Using the Reductive Power of Waste Itself. *Waste Manage*, Volume 95, pp.604-611. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.06.048>.
- Pillot, C. (2019). The Rechargeable Battery Market and Main Trends 2018-2030.
- Yang, Y.; Zheng, X.; Cao, H.; Zhao, C.; Lin, X.; Ning, P.; Zhang, Y.; Jin, W.; Sun, Z. A Closed-Loop Process for Selective Metal Recovery from Spent Lithium Iron Phosphate Batteries through Mechanochemical Activation. *ACS Sustain. Chem. Eng.* **2017**, *5* (11), 9972–9980. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b01914>.
- Zheng, X.; Gao, W.; Zhang, X.; He, M.; Lin, X.; Cao, H.; Zhang, Y.; Sun, Z. Spent Lithium-Ion Battery Recycling – Reductive Ammonia Leaching of Metals from Cathode Scrap by Sodium Sulphite. *Waste Manag.* **2017**, *60*,

---

680–688. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.12.007>.

Zhou, E.; Shi, P.; Li, J.; Lu, M. The Recycling Technologies for Spent Lithium Ion Battery. *Waste Manag. Technol.* **2015**, No. December 2010, 358–363.

Y. Zhou et al. ; Comprehensive recovery of NCM cathode materials for spent lithium-ion batteries by microfluidic device. *Separation and Purification Technology*. 29 April 2022. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.121185>.