

PROSES DAUR ULANG BATERAI
MELALUI PELINDIAN ASAM SULFAT
UNTUK PEROLEHAN NIKEL DAN KOBALT



THESIS

Nur Vita Permatasari

30000120410034

SEKOLAH PASCASARJANA

PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU LINGKUNGAN
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
2022

THESIS

PROSES DAUR ULANG BATERAI
MELALUI PELINDIAN ASAM SULFAT
UNTUK PEROLEHAN NIKEL DAN KOBALT

Pembimbing Pertama

Pembimbing Kedua

Prof. Dr. Hadiyanto, ST., M.Sc. IPU

Dr. Budi Warsito, S.Si., M. Si

SEKOLAH PASCASARJANA

Dekan Sekolah Pascasarjana
Universitas Diponegoro
Dr. R.B. Sularto, SH., M. HumKetua Program Studi
Magister Ilmu Lingkungan
Dr. Eng. Maryono., ST., MT

LEMBAR PENGESAHAN

PROSES DAUR ULANG BATERAI
MELALUI PELINDIAN ASAM SULFAT
UNTUK PEROLEHAN NIKEL DAN KOBALT

Disusun Oleh

Nur Vita Permatasari
30000120410034Telah dipertahankan di depan Tim Penguji
Pada Tanggal 17 Juni 2022
dan dinyatakan telah memenuhi syarat untuk diterima

Ketua

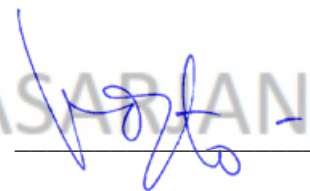
Mochamad Arief Budihadjo,
S.T., M. Eng, Env.Eng, Ph.D.

Tanda tangan



Anggota

1. Prof. Dr. Hadiyanto, ST., M.Sc. IPU



2. Dr. Budi Warsito, S.Si., M. Si.



3. Dr. Purnawan Adi Wicaksono, S.T., M.T.




PERNYATAAN

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa thesis yang saya susun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Magister dari Program Magister Ilmu Lingkungan seluruhnya merupakan hasil karya sendiri.

Adapun bagian-bagian tertentu dalam penulisan Tesis yang saya kutip dari hasil karya orang lain telah dituliskan sumbernya secara jelas sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah.

Apabila di kemudian hari ditemukan seluruh atau sebagian tesis ini bukan hasil karya saya sendiri atau adanya plagiat dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya sandang dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang yang berlaku.



Semarang, Juni 2022

Materai 10.000

Nur Vita Permatasari

SEKOLAH PASCASARJANA

Biodata Penulis



Nur Vita Permatasari adalah nama penulis thesis ini. Lahir pada tanggal 10 Februari 1990, di Bekasi Jawa Barat. Penulis merupakan Anak Ke 1 dari 4 Bersaudara dari Pasangan Suyono dan Nur Anisah. Pada Tahun 2011 penulis berhasil menyelesaikan studi D3 pada jurusan Kimia Analisis di Akademi Kimia Analisis Bogor, selanjutnya menyelesaikan pendidikan Stata 1 pada Tahun 2013 pada Jurusan Kimia di Sekolah Tinggi MIPA Bogor. Penulis mengawali karier pada Oktober 2011 sebagai *Quality Control and Assurance* di PT Solder Indonesia yang bergerak dibidang logam industri. Selanjutnya pada Tahun 2014 hingga sekarang, Penulis melanjutkan karier di BPPT (Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi) yang saat ini berganti nama menjadi BRIN (Badan Riset dan Inovasi Nasional) yang merupakan lembaga pemerintah non kementerian bertugas menjalankan penelitian, pengembangan, pengkajian, dan penerapan, serta invensi dan inovasi yang terintegrasi. Saat ini penulis fokus pada pengolahan mineral logam yang berada di Pusat Pengembangan Sumberdaya Mineral.

Dengan ketekunan, motivasi tinggi untuk terus belajar dan berusaha, Penulis telah berhasil menyelesaikan tugas akhir thesis ini. Semoga dengan penulisan tugas akhir thesis ini mampu memberikan kontribusi positif bagi dunia pendidikan.

Akhir kata penulis mengucapkan rasa syukur yang sebesar-besarnya atas terselesaikannya thesis yang berjudul “Proses Daur Ulang Baterai Melalui Pelindian Asam Sulfat Untuk Perolehan Nikel Dan Kobalt”

KATA PENGANTAR

Segala puji hanya milik Allah SWT, Rabb semesta alam atas rahmat dan hidayahNya Penulis dapat menyelesaikan Thesis dengan judul “Proses Daur Ulang Baterai Melalui Pelindian Asam Sulfat Untuk Perolehan Nikel dan Kobalt”. Thesis ini disusun untuk menyelesaikan mata kuliah Thesis di Program Studi Magister Ilmu Lingkungan Universitas Diponegoro. Penyusunan Thesis ini terselesaikan dengan dukungan dari banyak pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terimakasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Hadiyanto, ST., M.Sc., IPU selaku pembimbing utama
2. Dr Budi Warsito, S.Si., M.Si. selaku pembimbing kedua
3. Dr. R. B. Sularto, SH., selaku Dekan Program Pascasarjana Universitas Diponegoro
4. Dr. Eng. Maryono, S.T., M.T. selaku Ketua Program Magister Ilmu Lingkungan Universitas Diponegoro
5. Ir. Dadan Moh. Nurjaman, M.T., IPU selaku Plt. Kepala Riset Pengkajian dan Penerapan Teknologi Badan Riset dan Inovasi Nasional.
6. Dr. Maitrise. Adji Kawigraha, MT dan Abdul Hapid ST., M.Eng dan Nur Ikhwani ST selaku pembimbing
7. Keluarga yang selalu mendukung selama kuliah sampai terselesaikannya penulisan Thesis ini

Penulis menyadari bahwa Thesis ini masih terdapat ketidaksempurnaan karena keterbatasan kemampuan penulis dan faktor-faktor lainnya, sehingga kritik dan saran yang bersifat membangun sangat diharapkan oleh penulis guna membantu penyempurnaan Thesis ini. Akhir kata, penulis berharap Thesis ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak untuk memperkaya wawasan serta menjadi salah satu bentuk kontribusi nyata penulis bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan dunia pendidikan.

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN.....	iii
Biodata Penulis	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
Abstrak	xv
<i>Abstract</i>	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian.....	5
1.4. Manfaat Penelitian.....	5
1.5. Batasan Penelitian	5
1.6. Penelitian sebelumnya/ Orisinalitas Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	13
2.1. Emisi CO ₂	13
2.2. Kendaraan Listrik	14
2.3. Kebutuhan Baterai	17
2.4. Baterai Lithium.....	18
2.4.1 Komponen	21
2.4.2 Manufaktur/ produksi	26
2.4.3 Kinerja	27
2.5. Limbah Baterai Lithium ion	28
2.6. Daur Ulang Limbah Baterai	32
2.7. XRD (<i>Xray Diffraction</i>)	40
2.8. XRF (<i>Xray Fluorescence</i>)	41
2.9. SEM-EDX (Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray) 43	43
2.10. Respon Surface Method (RSM).....	44
2.10.1 Box Behken	45

BAB III METODOLOGI.....	48
3.1. Jenis Penelitian	48
3.2. Teknik Pengambilan Sampel.....	48
3.3. Diagram Alir Penelitian.....	50
3.4. Prosedur Penelitian.....	51
3.4.1. Persiapan alat dan bahan	51
3.4.2. Preparasi sample (Baterai Lithium).....	53
3.4.3. Karakteristik <i>Black Mass</i>	55
3.4.4. Level dan Rancangan Percobaan.....	56
3.4.5. Proses <i>Leaching</i>	57
3.4.6. Penyaringan	58
3.4.7. Preparasi Uji	59
3.4.8. Pengujian SEM-EDX	59
3.4.9. Pengujian XRF	60
3.4.10. Pengujian XRD	61
3.5. Teknik Analisis Data.....	63
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	64
4.1. Persiapan Limbah Baterai Lithium-Ion	64
4.2. Karakterisasi <i>Black Mass</i>	70
4.2.1 Analisis SEM-EDS	70
4.2.2 Analisis XRD.....	73
4.2.3 Analisis XRF (<i>Xray Fluorescence</i>).....	74
4.3. Proses <i>Leaching</i> / pelindian.....	75
4.4. Optimasi <i>Solid-liquid</i> , Konsentrasi dan Suhu dengan Metode Respon Permukaan.....	76
4.4.1 Tahap pembuatan rancangan formulasi.....	77
4.4.2 Tahap formulasi	78
4.4.3 Tahap Analisis Respon	79
4.4.3.1 Uji Statistika Calon Model.....	79
4.4.3.2 Pemilihan Model Berdasarkan Pengujian Ketidaktepatan Model (<i>Lack of Fit Test</i>).....	81
4.4.3.3 Pemilihan Model Berdasarkan Ringkasan Model Secara Statistik (<i>Model Summary Statistics</i>)	82
4.4.3.4 Respon Surface Metode Berdasarkan 3D dan Kontur Plot.....	84
4.4.4 Interaksi Antar Variable.....	89

4.4.4.1	Interaksi antar Konsentrasi H ₂ SO ₄ dan <i>Solid Liquid</i>	89
4.4.4.2	Interaksi antar Temperature dan Solid Liquid	91
4.4.4.3	Interaksi antar Temperature dan Konsentrasi H ₂ SO ₄	92
4.5	Verifikasi Model.....	93
4.5	Tujuan, Manfaat dan Dampak Lingkungan dalam Proses Daur Ulang Limbah Baterai	94
4.6	Implementasi Daur Ulang pada Limbah Baterai untuk Masyarakat	99
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		101
5.1	Kesimpulan.....	101
5.2	Saran.....	102
DAFTAR PUSTAKA		103
LAMPIRAN.....		110



SEKOLAH PASCASARJANA

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Penggolongan Baterai	16
Gambar 2. Stok Kendaraan Listrik Global (Agency, 2020).....	17
Gambar 3. Struktur dalam Baterai Lithium (Bankole et al., 2013).....	24
Gambar 4. Diagram skematis dari reaksi kimia baterai lithium-ion (Bankole et al., 2013)	25
Gambar 5. Tahap pemrosesan komponen baterai kendaraan listrik (Posco Newsroom, 2018).....	26
Gambar 6. Laporan Tahunan China produksi kendaraan listrik dan Limbah baterai yang dibuang (Xu et al., 2017).....	29
Gambar 7. General <i>Flow Chart</i> Proses Hidrometalurgi (Sambamurthy et al., 2021)	35
Gambar 8. Perbandingan Dari <i>Leaching</i> Menggunakan Asam Yang Berbeda Berdasarkan Konsentrasi Dan Efisiensi (J. Wang & Guo, 2019)	37
Gambar 9. Flow Chart untuk persiapan sampel dari baterai bekas ponsel (Jha et al., 2013).	39
Gambar 10. Fotografi partikel kasar yang dihilangkan dari bubuk setelah tahap penggilingan (a), bubuk baterai halus sebelum (b) dan setelah proses pelindian dilakukan dengan kondisi optimal (c) (Tanong et al., 2016).	39
Gambar 11. Gambar Sistemika X-Ray Fluorescence.....	42
Gambar 12. Optik Xray.....	42
Gambar 13. Instrumen SEM-EDX.....	43
Gambar 14. Box Behken untuk Tiga Faktor (Purwanti et al., 2013)	46
Gambar 15. Baterai Lithium Ion	48
Gambar 16. Diagram Fish Bone Penelitian.....	49
Gambar 17. Diagram Alir Penelitian	50
Gambar 18. Tanki <i>Leaching</i> dan peralatan yang mendukung.....	52
Gambar 19. Membuat Larutan H ₂ SO ₄	52
Gambar 20. Perendaman baterai dengan 5% NaCl dan Penghancuran Baterai	53
Gambar 21. Pembakaran dengan <i>Tunnel</i> dan hasil setelah pembakaran	53

Gambar 22. Pencucian <i>Black Mass</i> (e) dan Penyaringan <i>Black Mass</i> (f)	54
Gambar 23. Hasil Penyaringan Cangkang (g) dan <i>Black Mass</i> (h).....	55
Gambar 24. Menimbang <i>Black Mass</i>	55
Gambar 25. Proses <i>Leaching</i>	58
Gambar 26. Penyaringan Tahap 1 (kiri) dan Penyaringan Tahap 2 (kanan).....	58
Gambar 27. Meletakkan sample pada mikroskop	59
Gambar 28. Intrument SEM-EDX Phenom	60
Gambar 29. <i>Xray Fluorescence</i> Rigaku Nex-CG	61
Gambar 30. <i>Xray Diffraction</i> Rigaku MiniFlex600	61
Gambar 31. Posisi sample pada “ <i>sample plat</i> ”	62
Gambar 32. <i>Sample holder</i>	63
Gambar 33. Kurva pengosongan limbah baterai lithium dalam larutan berair dengan berbagai konsentrasi (A) NaCl, (B) NaSO ₄ , (C) FeSO ₄ , dan (D) ZnSO ₄	65
Gambar 34. Perendaman Baterai pada NaCl 5%	66
Gambar 35. Pengujian Voltase Baterai	66
Gambar 36. Grafik Pengujian Voltase Baterai.....	67
Gambar 37. Baterai Lithium ion yang telah dibakar.....	68
Gambar 38. Baterai Lithium ion yang telah dibuka berupa lembaran	69
Gambar 39. <i>Black Mass</i> (Katoda Baterai).....	69
Gambar 40. Hasil pengujian SEM-EDS.....	70
Gambar 41. Karakterisasi LiCoO ₂ dengan SEM dan EDX Element Mapping.....	72
Gambar 42. Karakterisasi LiCoO ₂ dengan SEM dan EDS <i>Element Mapping</i> (Nshizirungu et al., 2020).....	72
Gambar 43. Karakterisasi Katoda <i>Black Mass</i>	73
Gambar 44. Pola Karakterisasi Limbah Baterai Lithium (Esmaeili et al., 2020) .	74
Gambar 45. Hubungan Nilai Aktual dan Prediksi <i>Recovery</i> Ni pada RSM.....	86
Gambar 46. Hubungan Nilai Aktual dan Prediksi <i>Recovery</i> Co pada RSM.....	87
Gambar 47. Permukaan Respon Yield <i>Recovery</i> Ni	88
Gambar 48. Permukaan Respon Yield <i>Recovery</i> Co	88
Gambar 49. Kontur Interaksi H ₂ SO ₄ dan Solid Liquid pada <i>Recovery</i> Ni.....	89
Gambar 50. Kontur Interaksi H ₂ SO ₄ dan Solid Liquid pada <i>Recovery</i> Co.....	90

Gambar 51. Kontur Interaksi Temperatur dan <i>Solid Liquid</i> pada <i>Recovery Ni</i>	91
Gambar 52. Kontur Interaksi Temperatur dan <i>Solid Liquid</i> pada <i>Recovery Co</i> ...	91
Gambar 53. Kontur Interaksi Temperatur dan Konsentrasi H ₂ SO ₄ pada <i>Recovery Ni</i>	92
Gambar 54. Kontur Interaksi Temperatur dan Konsentrasi H ₂ SO ₄ pada <i>Recovery</i> <i>Co</i>	93
Gambar 55. Sistematis Eksperimental dialisis difusi asam sulfat (K. Wang et al., 2017)	98

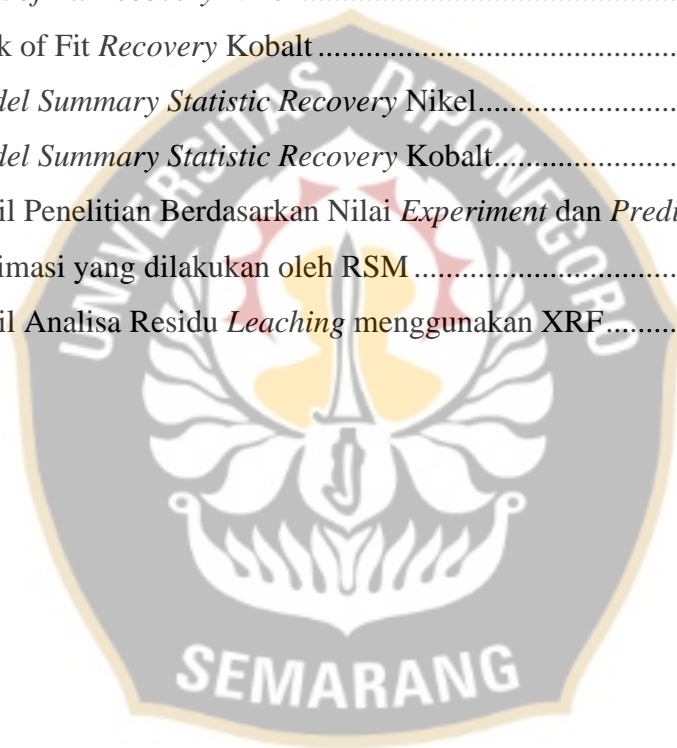


SEKOLAH PASCASARJANA

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Penelitian sebelumnya/ Orisinalitas Penelitian	7
Tabel 2. Penjualan kendaraan Listrik Global selama 2019 berdasarkan pabrik (Kane, 2020).....	17
Tabel 3. Evolusi LiB sesuai dengan permintaan pasar dan manajemen Akhir Masa Pakai (Blomgren, 2017)	19
Tabel 4. Komposisi Baterai Lithium (J. Li et al., 2009)	21
Tabel 5. Komposisi Kimia Baterai Lithium Ion (L. Chen et al., 2011)	21
Tabel 6. Tabel Komposisi Kimia baterai lithium ion (Meshram et al., 2015b)	21
Tabel 7. Komposisi kimia katoda aktif lithium ion yang ditentukan ICP-MS (Fu et al., 2020).....	22
Tabel 8. Komposisi Material Baterai Lithium Ion (Gaines & Nelson, 2012).....	22
Tabel 9. Suhu Pengisian Dan Pelepasan Menurut Jenis Baterai	27
Tabel 10. Kepadatan energi dari beberapa perangkat penyimpanan energi umum dan kegunaannya (Hanania et al., 2015)	28
Tabel 11. Komponen utama baterai lithium-ion dan dampak lingkungan terkait (Yu et al., 2021).....	31
Tabel 12. Komposisi baterai ion lithium bekas (Sambamurthy et al., 2021).....	31
Tabel 13. Komposisi baterai Lithium ion bekas (Tao et al., 2021).....	32
Tabel 14. Komposisi rata-rata limbah katoda (<i>Black Mass</i>) (M.-M. Wang et al., 2016)	32
Tabel 15. Perbandingan Proses Daur Ulang LIB Pirometalurgi Dan Hidrometalurgi	34
Tabel 16. Perbedaan rancangan percobaan antara CCD dengan BBD Tiga Faktor.	46
Tabel 17. Alat dan Bahan Penelitian.....	51
Tabel 18. Penentuan Level Faktor	56
Tabel 19. Rancangan Percobaan Box-Behken	57
Tabel 20. Kondisi Pengujian XRD.....	62
Tabel 21. Karakterisasi Katoda Limbah Baterai Lithium-ion dengan SEM-EDS	71

Tabel 22. Hasil Analisa <i>Black Mass</i> menggunakan XRF	74
Tabel 23. Variable Bebas Penelitian	77
Tabel 24. Hasil Penelitian Berdasarkan <i>Recovery</i> Ni dan Co.....	78
Tabel 25. Analisis <i>Sequential Model Sum of Square</i> pada <i>Recovery</i> Nikel.....	79
Tabel 26. Analisis <i>Sequential Model Sum of Square</i> pada <i>Recovery</i> Kobalt.....	80
Tabel 27. <i>Lack of Fit Recovery</i> Nikel	81
Tabel 28. <i>Lack of Fit Recovery</i> Kobalt	82
Tabel 29. <i>Model Summary Statistic Recovery</i> Nikel.....	83
Tabel 30. <i>Model Summary Statistic Recovery</i> Kobalt.....	83
Tabel 31. Hasil Penelitian Berdasarkan Nilai <i>Experiment</i> dan <i>Predicted</i>	85
Tabel 32. Optimasi yang dilakukan oleh RSM.....	94
Tabel 33. Hasil Analisa Residu <i>Leaching</i> menggunakan XRF.....	99



SEKOLAH PASCASARJANA

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Foto Kegiatan Workshop dan Laboratorium.....	110
Lampiran 2. Perhitungan Kebutuhan Bahan	115
Lampiran 3. Hasil Perhitungan Analisa	117
Lampiran 4. Pemodelan berdasarkan Respon Surface Method-Design Expert 11.	119



SEKOLAH PASCASARJANA

Abstrak

Kebutuhan baterai akan semakin banyak seiring dengan beralihnya kendaraan konvensional ke kendaraan listrik. Hal ini diperkuat dengan adanya Peraturan Presiden (PEPRES) No 55 Tahun 2019 tentang Percepatan Program Kendaraan Bermotor Listrik Berbasis Baterai (*Battery Electric Vehicle*) untuk Transportasi Jalan. Kendaraan listrik digunakan sebagai upaya untuk mengurangi adanya emisi CO₂ yang dapat menimbulkan *global warming*. Selain itu percepatan untuk pembangunan industri kendaraan listrik juga didukung dengan kemampuan Indonesia untuk menghasilkan nikel yang menjadi komoditas dalam baterai listrik. Baterai lithium ion digunakan dalam kendaraan listrik karena kemampuannya yang baik karena memiliki tegangan tinggi, energi spesifik yang tinggi, siklus hidup panjang, keamanan yang baik serta rendah polusi. Namun masalah yang timbul adalah baterai yang digunakan untuk kendaraan listrik memiliki masa pakai (*life time*) dimana setelah masa pakai habis maka akan menimbulkan limbah baterai. Limbah baterai yang tidak dikelola dengan baik dapat menimbulkan masalah lingkungan dan mengganggu kesehatan manusia karena sifatnya sebagai limbah B3 (Bahan Berbahaya Dan Beracun). Selain itu, limbah baterai memiliki nilai ekonomis karena logam pendukungnya. Daur ulang ini juga merupakan salah satu cara untuk mengurangi eksploitasi (penambangan) secara berlebihan yang berdampak bagi lingkungan/ kerusakan alam, dan dapat mengurangi biaya ekstraksi bahan baku sekitar 50-70%. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan daur ulang limbah baterai agar mendapatkan data-data kuantitatif terhadap *recovery* (perolehan kembali) Ni dan Co dengan teknik hidrometalurgi, dimana limbah baterai akan di *leaching* menggunakan larutan asam sulfat dengan bantuan asam peroksida pada waktu, suhu dan kecepatan tertentu. Optimasi dilakukan dengan menggunakan Box Behnken dimana variable yang ditinjau adalah variable rasio solid-liquid (2-10% S/L), konsentrasi asam (0.5-2M) dan suhu 40-80 °C). Adapun Proses optimasi *recovery* Ni dan Co diperoleh kondisi optimal yaitu pada 2,0% (S/L); Konsentrasi asam sulfat 1,5M; dan temperatur 80 °C.

Kata Kunci: Baterai Lithium, Daur Ulang, Nikel, Kobalt, Respon Surface Method

SEKOLAH PASCASARJANA

Abstract

The need for batteries will increase in line with the shift from conventional vehicles to electric vehicles. This is a Vehicle Based on Presidential Regulation No. 55 of 2019 concerning the Acceleration of the Battery-Based Battery Program for Road Transportation. Electric vehicles are used as an effort to reduce CO₂ emissions that can cause global warming. In addition, the acceleration for the development of the electric vehicle industry is also supported by Indonesia's ability to produce nickel which is a commodity in electric batteries. Lithium ion battery is used in electric vehicles because of its good performance due to its high voltage, high energy, long cycle life, good safety and pollution. However, the problem that arises is that the batteries used for electric vehicles have a life time where after the life runs out it will cause battery waste. Battery waste that is not managed properly can cause environmental problems and affect human health due to Hazardous and Toxic Materials waste. In addition, battery waste also has economic value for its supporting metals. This recycling is also one of the measures to break down the excessive exploitation (mining) of nature which causes environmental damage and can reduce the cost of producing raw materials by around 50-70%. This study proposed to recycle battery waste in order to obtain quantitative data on the recovery of Ni and Co with hydrometallurgical techniques, where battery waste will be leached using sulfuric acid solution with the help of peroxide acid at a certain time, temperature and speed. Optimization was carried out using the Behnken Box where the variables reviewed are the solid-liquid ratio (2-10% S/L), acid concentration (0.5-2M) and temperature (40-80 °C). The optimization process for Ni and Co recovery obtained optimal conditions at 2,0% (S/L); Sulfuric acid concentration 1,5M; and temperature 80 C.

Kata Kunci: Lithium Battrey, Nikel, Kobalt, Recovery, Respon Surface Method

SEKOLAH PASCASARJANA