

Pengaruh Waktu dan Suhu Pada Proses Kalsinasi Terhadap Intensitas Bagian Katoda Baterai Nickel Cobalt Manganese Dan Anoda Baterai Zinc Carbon Berdasarkan Uji X-Ray Diffraction

The Effect Of Time And Temperature On The Calcination Process On The Intensity Of The Nickel Cobalt Manganese Battery Cathodes And Zinc Carbon Battery Anodes Base On X-Ray Diffraction

Agisna Nursita ¹⁾Wipsar Sunu Brams Dwandaru²⁾

Mahasiswa Jurusan Pendidikan Fisika Universitas Negeri Yogyakarta¹ dan Dosen Jurusan Pendidikan Fisika, Universitas Negeri Yogyakarta²

agisnanursita.2017@student.uny.ac.id

Abstrak- Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi karakteristik katoda baterai NCM dan anoda baterai ZnC berdasarkan uji X-Ray Diffraction (XRD) dan menjelaskan pengaruh waktu dan suhu pada proses kalsinasi terhadap intensitas bagian katoda baterai NCM dan anoda baterai ZnC berdasarkan uji XRD. Metode dalam penelitian ini dilakukan dengan perendaman baterai, pembongkaran, kalsinasi, dan uji karakterisasi menggunakan XRD. Pada proses kalsinasi dilakukan dengan variasi temperatur dan variasi waktu pada setiap 5 gram sampel yang dikalsinasi. Temperatur dan waktu yang digunakan untuk proses kalsinasi sebesar 300 °C selama 2 jam, 500 °C selama 2 jam, 700 °C selama 2 jam, dan 900 °C selama 15 menit, 1 jam, 1,5 jam, dan 2 jam. Berdasarkan hasil karakteristik XRD katoda baterai NCM tersusun dari material nikel, mangan, dan kobalt. Hasil karakteristik XRD anoda baterai ZnC tersusun dari material karbon, mangan, zinc, theoparastite, hetaerolite. Dari hasil karakterisasi XRD katoda baterai NCM dapat didaur ulang. Proses kalsinasi terbaik diperoleh pada suhu 900 °C selama 2 jam yang menghasilkan nilai intensitas kecil pada puncak mangan dan nikel. Hal tersebut memudahkan dalam proses *leaching* pada *recycling* baterai. Dari hasil karakterisasi XRD anoda baterai ZnC tidak dapat didaur ulang. Hal tersebut terjadi karena MnO₂, ZnCl₂, NHCl, dan karbon hitam terdekomposisi menjadi ZnMn₂O₄ (hetaerolite).

Kata kunci: anoda, katoda, baterai NCM, baterai ZnC, kalsinasi, XRD.

Abstract- The research aims to identify the characteristic of the NCM battery cathode and ZnC battery anode based on the X-Ray Diffraction (XRD) test and clarify the effect of time and temperature on the calcination process on the intensity of the NCM battery cathode and ZnC battery anode base on this test. The method in this research is battery immersion, disassembly, calcination, and characterization test using XRD. The calcination process is carried out with variations in temperature and time duration of every 5 grams of calcined sample. The temperature and time used for the calcination process were 300 °C for 2 hours, 500 °C for 2 hours, 700 °C for 2 hours, and 900 °C for 15 minutes, 1 hour, 1.5 hours, and 2 hours. The result of this study indicate that based on the results of the XRD characteristic, the cathode of the NCM battery is composed of nickel, manganese, and cobalt materials. The results of XRD characteristic of ZnC battery anodes are composed of carbon, manganese, zinc, theoparastite, hetaerolite materials. From the results of XRD characterization the cathode of NCM batteries can be recycled. The best calcination process was obtained at a temperature of 900 °C for 2 hours which resulted in a small intensity value at the peak of manganese and nickel. This facilitates the leaching process for battery recycling. From the XRD characterization results, ZnC battery anodes cannot be recycled. This happens because MnO₂, ZnCl₂, NHCl, and black carbon are decomposed into ZnMn₂O₄ (hetaerolite).
Keywords: anode, cathode, NCM battery, ZnC battery, clcination, XRD.

PENDAHULUAN

Penggunaan baterai dalam perangkat elektronik telah menambah masalah dengan limbah baterai yang sudah habis terpakai. Baterai dapat mengandung bahan berguna dan juga dapat mengandung bahan berbahaya. Baterai Li-Ion (LIBs) dan baterai leclance banyak digunakan sebagai suplai daya, karena kapasitas tinggi, kepadatan energi tinggi, ringan, dan berukuran kecil. Maka baterai Lithium Ion jenis NCM dan baterai leclance jenis ZnC sangat banyak digunakan, sehingga menghasilkan limbah padat. Pembuangan limbah yang tidak terkontrol dapat menimbulkan resiko kesehatan dan lingkungan. Logam baterai seperti lithium, cobalt, mangan, dan elektrolit bersifat racun bagi kesehatan dan berdampak buruk bagi lingkungan manusia. Oleh karena itu, sangat penting dilakukan penelitian mengenai limbah baterai NCM dan baterai ZnC.

Baterai NCM terdiri dari lapisan yang berbeda yaitu lapisan anoda, katoda, pemisah (PVC), elektrolit, dan polimer yang tertutupi dengan kulit metalik. Bahan katoda adalah oksida mostlymental yang dilapisi aluminium foil. Anoda adalah bahan aktif negatif yang dilapisi dengan bahan aktif (grafit) pada foil tembaga. Beberapa komponen tersebut dapat didaur ulang menjadi baterai NCM baru. Baterai ZnC terdiri dari lapisan grafit sebagai katoda dan Ni, Mg, NiO dan OCHN sebagai anoda (Mesharm, 2020).

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan November 2020 sampai bulan Maret 2021. Tempat penelitian untuk proses *dismanteling* dan *pretreatment* baterai dilaksanakan di Laboratorium Getaran Gelombang lantai 2 Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta. Kalsinasi baterai dilaksanakan di Laboratorium Kimia Sayap Selatan lantai 2 jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta. Pengujian sampel XRD dilaksanakan di Laboratorium Terpadu ruang XRD lantai 1 Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta.

Proses *dismanteling* baterai NCM dan baterai ZnC menggunakan *beaker glass* dengan mencampurkan 250 ml air dan 25 gram NaCl. *Pretreatment* baterai NCM dan baterai ZnC dilakukan dengan alat yang berupa tang. Baterai dibongkar untuk memisahkan *case* dengan isi baterai (anoda dan katoda). Pemisahan komponen baterai NCM serbuk anoda dari lempeng tembaga dan katoda dari lempeng aluminium menggunakan spatula. Pemisahan baterai ZnC dari katoda carbon dan seng pembungkus. Proses kalsinasi serbuk katoda baterai NCM dan anoda baterai ZnC dilakukan dengan variasi suhu 300 °C, 500 °C, 700 °C,

900 °C selama 2 jam, dan suhu 900 °C divariasi waktu kalsinasi selama 15 menit, 1 jam, dan 1,5 jam. Pada pengujian XRD, sampel yang diuji berupa serbuk katoda baterai NCM dan anoda baterai ZnC non kalsinasi, katoda baterai NCM dan anoda baterai ZnC yang dikalsinasi. Pengamatan difraksi sinar-X dilakukan pada sudut $2\theta = 4^\circ - 90^\circ$. Hasil karakterisasi XRD berupa grafik hubungan antara 2θ dan intensitas.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Serbuk Sebelum Kalsinasi



Gambar 1. Serbuk katoda baterai NCM sebelum kalsinasi.

Serbuk katoda baterai NCM yang belum dikalsinasi memiliki warna hitam pekat namun agak mengkilap bila terkena cahaya. Pada Gambar 1 massa serbuk katoda baterai NCM yang belum dikalsinasi adalah 5 gram.



Gambar 2. Serbuk anoda baterai ZnC sebelum kalsinasi.

Serbuk anoda baterai ZnC sebelum dikalsinasi memiliki warna hitam pekat, sedikit menggumpal, dan sedikit basah. Pada Gambar 2 massa serbuk anoda baterai ZnC yang belum dikalsinasi adalah 5 gram.

B. Hasil Serbuk Sesudah Kalsinasi



Gambar 3. Serbuk katoda baterai NCM sesudah dikalsinasi.

Pada Gambar 3 serbuk katoda baterai NCM yang dikalsinasi menggunakan *furnace*. Serbuk katoda baterai NCM sesudah dikalsinasi memiliki warna hitam pekat namun agak mengkilap bila terkena cahaya. Struktur serbuknya lebih halus dibandingkan dengan serbuk katoda sebelum dikalsinasi. Setelah dikalsinasi massa dari serbuk katoda baterai NCM berkurang 1 gram sehingga hasil massanya menjadi 4 gram. Menurut Irwin (2011) pengurangan massa terjadi karena hilangnya karbon dioksida akibat dari proses kalsinasi.

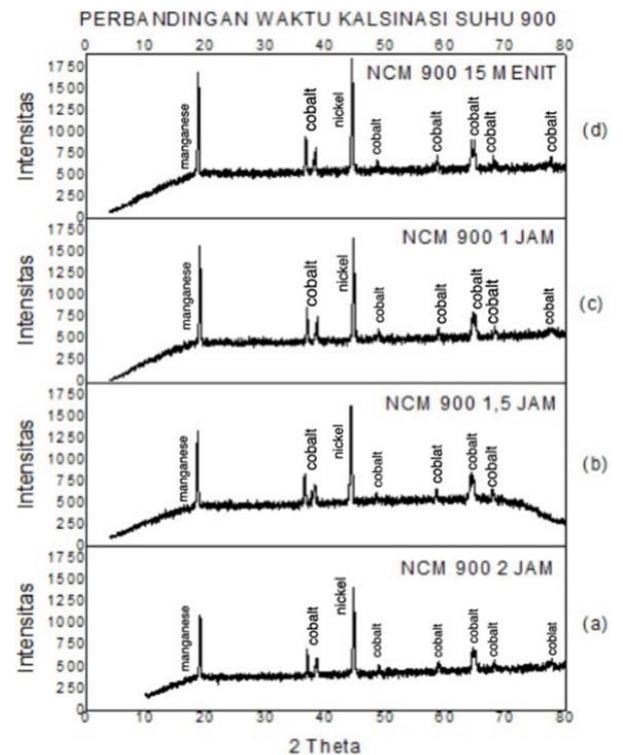


Gambar 4. Serbuk anoda baterai ZnC sesudah kalsinasi.

Pada Gambar 4 serbuk anoda baterai ZnC yang dikalsinasi menggunakan *furnace*. Serbuk anoda baterai ZnC sesudah dikalsinasi memiliki warna coklat agak terang. Perubahan warna diakibatkan karena MnO_2 , $ZnCl_2$, $NHCl$, dan karbon hitam terdekomposisi menjadi $ZnMn_2O_4$ (hetaerolite) yang pada umumnya berwarna coklat. Struktur serbuknya lebih halus dan lebih kering dibandingkan dengan serbuk anoda sebelum dikalsinasi. Setelah dikalsinasi massa dari serbuk anoda baterai ZnC berkurang 2,2 gram sehingga hasil massanya menjadi 2,8 gram. Menurut Irwin (2011) pengurangan massa terjadi karena hilangnya karbon dioksida dan H_2O akibat dari proses kalsinasi.

Kalsinasi adalah pemanasan hingga mencapai suhu tertinggi tanpa terjadi pelelehan. Kalsinasi juga dapat disebut sebagai dekomposisi termal (KBBI, 2021). Walaupun dipanaskan dengan temperatur tinggi, panas dari proses kalsinasi masih tetap di bawah titik lebur dan menghilangkan kandungan air, karbon dioksida, dan gas lain yang dapat menguap. Proses kalsinasi juga dapat mengubah fasa tertentu pada suatu sampel (Ahmad, 2019).

C. Hasil Karakterisasi XRD Baterai NCM



Gambar 5. Grafik perbandingan waktu kalsinasi katoda baterai NCM pada suhu $900^\circ C$ dengan waktu (a) 2 jam, (b) 1,5 jam, (c) 1 jam, dan (d) 15 menit.

Perbandingan waktu kalsinasi katoda baterai NCM pada suhu $900^\circ C$ dapat dilihat pada Gambar 5. Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan dalam *furnace* dan dikalsinasi dengan suhu $900^\circ C$ kemudian ditahan masing masing selama 2 jam, 1,5 jam, 1 jam, dan 15 menit. Gambar tersebut menunjukkan bahwa puncak difraksi material NCM masih terbentuk, tetapi terjadi perubahan karakteristik pada material yang disebabkan oleh suhu dan waktu pada proses pemanasan dimana ada perubahan intensitas pada puncak mangan dan nikel.

Tabel 1. Perbandingan puncak intensitas variasi waktu kalsinasi katoda baterai NCM pada suhu $900^\circ C$.

Materi / Waktu	15 menit	1 jam	1,5 jam	2 jam
Nikel	1889,04	1709,52	1659,54	1458,60
Kobalt	961,86	895,56	867,00	730,32
	829,26	777,24	737,46	626,28
	690,54	633,42	645,66	535,50
	737,46	645,66	689,52	577,32
	934,32	830,28	883,32	741,54
	741,54	665,04	676,26	587,52
Mangan	1738,08	1607,52	1368,84	1124,04

Pada penelitian ini, dapat dilihat Tabel 1 semakin lama waktu kalsinasi pada suhu 900 °C maka perubahan intensitas puncak mangan dan nikel semakin kecil. Menurut penelitian Soraya (2019) semakin lama waktu dan semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai intensitas pada puncak mangan dan nikel semakin kecil. Hal tersebut mengindikasikan bahwa lebih banyak terjadi reduksi logam transisi pada material NCM saat proses kalsinasi. Semakin tinggi reduksi logam dapat diindikasikan semakin kecilnya rasio intensitas puncak mangan dan nikel pada hasil kalsinasi baterai NCM. Dapat dikatakan bahwa hasil penelitian ini sama dengan hasil penelitian yang sudah pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya.

2 jam. Gambar tersebut menunjukkan bahwa puncak difraksi material NCM masih terbentuk, tetapi terjadi perubahan karakteristik pada material yang disebabkan oleh suhu dan waktu pada proses pemanasan dimana ada perubahan intensitas pada puncak mangan dan nikel.

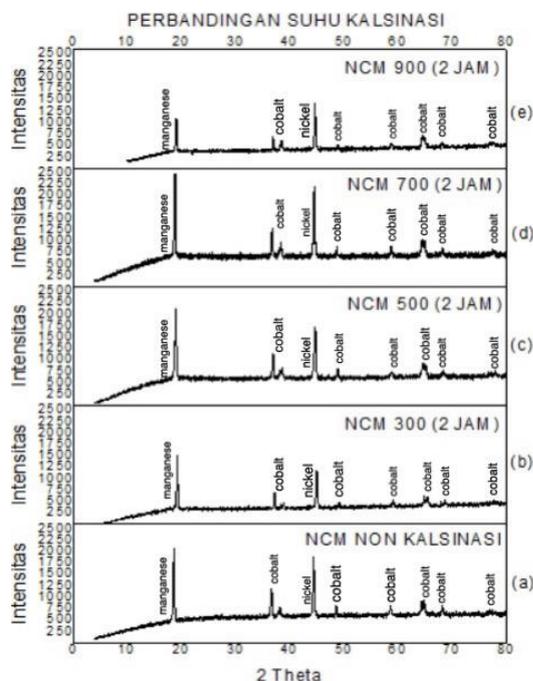
Tabel 2. Perbandingan puncak intensitas variasi suhu kalsinasi katoda baterai NCM pada waktu 2 jam.

Materi / Suhu (°C)	0	300	500	700	900
Nikel	1394,34	1206,66	1750,32	2165,46	1458,60
Kobalt	1227,06	729,30	1164,84	1299,48	730,32
	809,88	507,96	849,66	964,92	626,28
	841,50	499,80	834,36	873,12	535,50
	850,68	542,64	776,22	914,95	577,32
	973,80	640,56	953,70	1042,44	741,54
	827,22	543,66	794,58	864,96	587,52
Mangan	2122,62	1548,36	2153,22	2529,60	1124,04

Pada penelitian ini, dapat dilihat Tabel 2 semakin tinggi suhu kalsinasi maka perubahan intensitas puncak mangan dan nikel semakin kecil. Namun, terjadi kenaikan intensitas puncak pada suhu 500 °C dan 700 °C. Pada kalsinasi suhu 300 °C dan 900 °C memiliki intensitas puncak lebih kecil dari kalsinasi suhu 500 °C dan 700 °C.

Menurut penelitian Soraya (2019) semakin lama waktu dan semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai intensitas pada puncak mangan dan nikel semakin kecil. Hal tersebut mengindikasikan bahwa lebih banyak terjadi reduksi logam transisi pada material NCM saat proses kalsinasi. Semakin tinggi reduksi logam dapat diindikasikan semakin kecilnya rasio intensitas puncak mangan dan nikel pada hasil kalsinasi baterai NCM. Dengan semakin kecilnya nilai intensitas maka akan semakin efisien proses leaching yang digunakan dalam recycling baterai.

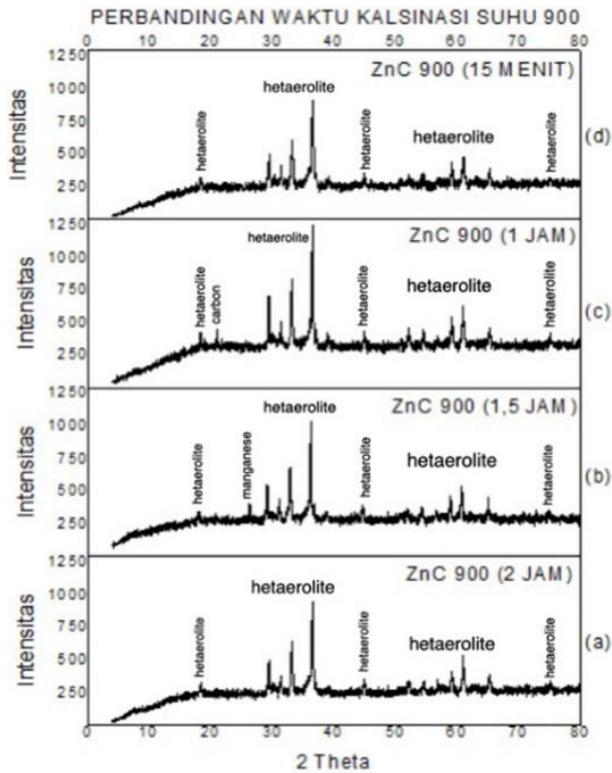
Berdasarkan Gambar 5 dan Gambar 6 puncak 2θ pada nikel 44,40°, mangan 18,54°, kobalt 38,55°, 44,76°, 58,69°, 64,30°, dan 68,62°. Berdasarkan gambar tersebut semakin lama waktu kalsinasi dan semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai intensitas pada puncak mangan dan nikel semakin kecil. Sehingga hasil terbaik diperoleh untuk proses kalsinasi pada suhu 900 °C dengan waktu 2 jam dimana diperoleh hasil rasio intensitas puncak mangan dan nikel paling kecil diantara hasil kalsinasi sampel yang lainnya.



Gambar 6. Grafik perbandingan suhu kalsinasi katoda baterai NCM pada waktu 2 jam, (a) non kalsinasi, (b) suhu 300 °C, (c) suhu 500 °C, (d) suhu 700 °C, dan (e) suhu 900 °C.

Perbandingan suhu kalsinasi katoda baterai NCM pada waktu 2 jam dapat dilihat pada Gambar 6. Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan dalam furnace dan dikalsinasi dengan suhu 300 °C, 500 °C, 700 °C, dan 900 °C kemudian ditahan selama waktu

D. Hasil Karakterisasi XRD Baterai ZnC



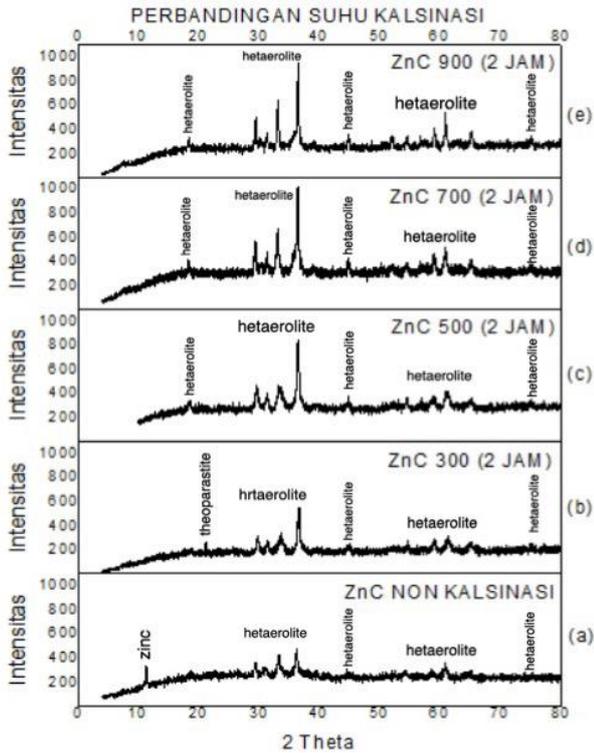
Gambar 7. Grafik perbandingan waktu kalsinasi anoda baterai ZnC pada suhu 900 °C dengan waktu (a) 2 jam, (b) 1,5 jam, (c) 1 jam, dan (d) 15 menit.

Perbandingan waktu kalsinasi anoda baterai ZnC pada suhu 900 °C dapat dilihat pada Gambar 7. Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan dalam *furnace* dan dikalsinasi dengan suhu 900 °C kemudian ditahan masing masing selama 2 jam, 1,5 jam, 1 jam, dan 15 menit. Pada penelitian ini dapat dilihat bahwa semakin lama waktu kalsinasi maka perubahan intensitas puncak semakin kecil. Namun terjadi kenaikan intensitas puncak pada waktu 1 jam. Puncak intensitas dapat dilihat pada Tabel 3.

Materi / Waktu	15 menit	1 jam	1,5 jam	2 jam
Hetaerolite	339,66	437,58	370,26	341,70
	513,06	732,36	577,32	523,26
	425,34	520,20	456,96	387,60
	623,22	857,82	694,62	664,02
	930,24	1283,16	1041,42	977,16
	344,76	433,50	400,86	330,83
	369,24	453,90	405,96	369,24
	401,24	519,20	437,18	402,64
	371,55	463,08	409,02	360,06
	340,02	416,16	385,56	363,12
450,84	554,88	460,03	431,52	
520,80	670,81	562,96	554,88	
401,88	486,82	418,20	401,88	
	438,60	365,16	357,00	
Mangan	-	-	364,14	-
Karbon	-	463,08	-	-

Gambar 7 menunjukkan bahwa puncak difraksi material ZnC masih terbentuk, tetapi terjadi perubahan karakteristik pada material yang disebabkan oleh suhu dan waktu pada proses pemanasan dimana ada penambahan puncak intensitas karbon pada waktu 1 jam dan mengalami peleburan pada waktu 1,5 jam. Penambahan puncak intensitas mangan pada kalsinasi waktu 1,5 jam dan mengalami peleburan pada waktu 2 jam yang dapat dilihat pada Tabel 3. Menurut penelitian Soraya (2019) hal tersebut diakibatkan terjadinya perubahan struktur heksagonal pada material anoda baterai ZnC yang pada awalnya tersusun teratur dimungkinkan menjadi acak setelah kalsinasi.

Tabel 3. Perbandingan puncak intensitas variasi waktu kalsinasi anoda baterai ZnC pada suhu 900 °C.



Gambar 8. Grafik perbandingan suhu kalsinasi anoda baterai ZnC pada waktu 2 jam (a) non kalsinasi, (b) suhu 300 °C, (c) suhu 500 °C, (d) suhu 700 °C, dan (e) suhu 900 °C.

Perbandingan suhu kalsinasi anoda baterai ZnC pada waktu 2 jam dapat dilihat pada Gambar 8. Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan dalam *furnace* dan dikalsinasi dengan suhu 300 °C, 500 °C, 700 °C, dan 900 °C kemudian ditahan pada waktu 2 jam. Pada penelitian ini dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka perubahan intensitas puncak semakin besar.

Gambar tersebut menunjukkan bahwa puncak difraksi material ZnC masih terbentuk, tetapi terjadi perubahan karakteristik pada material yang disebabkan oleh suhu dan waktu pada proses pemanasan dimana ada penambahan puncak theoparastite pada suhu 300 °C dan mengalami peleburan pada suhu 500 °C. Puncak intensitas zinc pada anoda baterai ZnC non kalsinasi mengalami peleburan setelah dilakukan kalsinasi. Menurut penelitian Soraya (2019) hal tersebut diakibatkan terjadinya perubahan struktur heksagonal pada material anoda baterai ZnC yang pada awalnya tersusun teratur dimungkinkan menjadi acak setelah kalsinasi. Puncak intensitas dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Perbandingan puncak intensitas variasi suhu kalsinasi anoda baterai ZnC pada waktu 2 jam.

Materi / Suhu (°C)	0	300	500	700	900
Zinc	348,84	-	-	-	-
Theoparastite	-	265,78	-	-	-
Hetaerolite	377,40	316,56	361,08	427,38	341,70
	339,66	247,65	478,38	586,50	523,26
	436,56	359,09	413,10	496,76	387,60
	489,50	567,98	518,25	688,50	664,02
	326,40	231,43	860,88	1033,26	977,16
	308,04	298,96	385,56	390,03	330,83
	307,02	305,16	369,65	445,74	369,24
	319,26	324,56	387,60	450,91	402,64
	376,38	253,29	381,48	405,96	360,06
	314,16	-	399,84	411,06	363,12
		462,62	478,38	431,52	
		381,48	559,31	554,88	
		365,16	431,46	401,88	
			392,70	357,00	

Berdasarkan Gambar 7 dan Gambar 8 puncak 2θ pada karbon 20,96°, mangan 26,38°, zinc 16,44°, theoparastite 20,95°, dan hetaerolite 18,22°, 29,32°, 31,24°, 33,01°, 34,78°, 36,40°, 38,97°, 44,76°, 50,77°, 51,98°, 54,41°, 56,73°, 60,83°, 61,90°, 65,16°, dan 75,01°. Proses kalsinasi mengalami kenaikan dan penurunan intensitas secara acak dapat dilihat pada Tabel 4. Terdapat peleburan dan penambahan material pada anoda baterai ZnC. Hal tersebut terjadi karena MnO₂, ZnCl₂, NHCl, dan karbon hitam terdekomposisi menjadi ZnMnO (hetaerolite). Berdasarkan hasil karakterisasi XRD anoda baterai ZnC tidak dapat didaur ulang.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil karakteristik XRD katoda baterai NCM tersusun dari material nikel, mangan, dan kobalt. Hasil karakteristik XRD anoda baterai ZnC tersusun dari material karbon, mangan, zinc, theoparastite, dan hetaerolite. Dari hasil karakterisasi XRD katoda baterai NCM dapat didaur ulang. Proses kalsinasi terbaik diperoleh pada suhu 900 °C selama 2 jam yang menghasilkan nilai intensitas kecil pada puncak mangan dan nikel. Hal tersebut memudahkan dalam proses leaching pada recycling baterai. Dari hasil karakterisasi XRD anoda baterai ZnC tidak dapat didaur ulang. Hal tersebut terjadi karena MnO₂, ZnCl₂, NHCl, dan karbon hitam terdekomposisi menjadi ZnMnO (hetaerolite).

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyadari bahwa penelitian ini tidak lepas dari bantuan beberapa pihak. Maka dari itu,

penulis mengucapkan terimakasih kepada: Prof. Dr. Heru Kuswanto, M.Si. selaku penguji utama, Rita Prasetyowati, M.Si. selaku penguji pendamping, Wipsar Sunu Brams Dwandaru, M.Sc., Ph.D. selaku dosen pembimbing, dan seluruh pihak yang berperan aktif dalam membantu menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- (KBBI), K. B. (2020, Februari 27). google.co.id. Diambil kembali dari kbbsi.web.id: <https://www.google.co.id/a/p/s/kbbsi.web.id/kalsinasi.html>
- Maulana, Irwin (2011). Isi Laporan Kalsinasi. University of Sultan Ageng Tirtayasa.
- Mesharm, P. (2020). Environmental Impact Of Spent Lithium Ion Batteries And Green Recycling Perspectives By Organic Acid. India: National institute of Technology.
- Royani, Ahmad. (2019). PENGARUH SUHU KALSINASI PADA PROSES DEKOMPOSISI DOLMIT. *INDONESIAN JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*.
- Ulfa Muzayanha, Soraya., dkk. 2019. PENGARUH PEMANASAN PADA PROSES PRETREATMENT UNTUK DAUR ULANG MATERIAL KATODA BATERAI LI-ION. Surakarta. Program Studi Magister Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sebelas Maret.