



SKRIPSI

**PENGGUNAAN MnO_2 DARI LIMBAH PASTA BATERAI
DRY CELL UNTUK BAHAN KATODA BATERAI ION
LITHIUM**

**CAMELIA MAHARANI MEDIAN
NRP. 0121154000088**

**Dosen Pembimbing
Suprpto, Ph.D
Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**



SCRIPT

**THE USE OF MnO_2 FROM DRY CELL BATTERY PASTE
WASTE FOR LITHIUM-ION BATTERY CATHODE
MATERIAL**

**CAMELIA MAHARANI MEDIAN
NRP. 0121154000088**

**Advisor lecturer
Suprpto, Ph.D
Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**

**PENGGUNAAN MnO_2 DARI LIMBAH PASTA BATERAI
DRY CELL UNTUK BAHAN KATODA BATERAI ION
LITHIUM**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan mata kuliah skripsi
program S-1 Departemen Kimia
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

CAMELIA MAHARANI MEDIAN
NRP. 0121154000088

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**

HALAMAN PENGESAHAN

**PENGUNAAN MnO_2 DARI LIMBAH PASTA BATERAI
DRY CELL UNTUK BAHAN KATODA BATERAI ION
LITHIUM**

SKRIPSI

Oleh:

CAMELIA MAHARANI MEDIAN
0121154000088

Surabaya, 10 Juli 2019

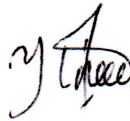
Menyetujui,

Dosen Pembimbing 1

Dosen Pembimbing 2



Suprpto, Ph.D
NIP. 19720919 199800 1 002



Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D
NIP. 19840524 200812 2 006

Dosen Pembimbing 3

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Achmad Subhan, M.T.
NIP. 19701109 200003 1 001



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

PENGGUNAAN MnO_2 DARI LIMBAH PASTA BATERAI *DRY CELL* UNTUK BAHAN KATODA BATERAI ION LITHIUM

Nama : CAMELIA MAHARANI MEDIAN
NRP : 0121154000088
Departemen : Kimia FS-ITS
Dosen Pembimbing : Suprpto, Ph.D
Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D

ABSTRAK

Material katoda baterai ion lithium (LiMn_2O_4) telah disintesis dengan prekursor LiCl sebagai sumber Li dan MnO_2 dari limbah baterai *dry cell* sebagai sumber Mn. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum pelindian limbah baterai *dry cell* yaitu meliputi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu untuk memurnikan MnO_2 pada limbah baterai *dry cell* dan MnO_2 yang dihasilkan dari pelindian tersebut akan digunakan sebagai material untuk membuat katoda baterai ion lithium yaitu LiMn_2O_4 . Limbah baterai *dry cell* diuji *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur dalam bentuk oksida. Metode yang digunakan pada sintesis LiMn_2O_4 adalah *Solid State Reaction* (SSR). MnO_2 dicampurkan dan dihomogenkan dengan LiCl dengan perbandingan mol MnO_2 dan LiCl (2:1). MnO_2 dan LiCl kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C selama 4 jam dilanjutkan *sintering* pada suhu 900°C selama 6 jam. LiMn_2O_4 dikarakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan elektrokimia. Uji *cyclic voltammetry* pada baterai dengan katoda LiMn_2O_4 menunjukkan pasangan puncak oksidasi reduksi berada diantara tegangan 3,3 V hingga 4,3 V. Hasil uji *charge-discharge* LiMn_2O_4 4,12 mAh/g dan 2,12 mAh/g dengan efisiensi 50,97%.

Kata kunci : *Charge-Discharge, Cyclic Voltametry, LiMn_2O_4 , Pelindian, X-Ray Diffraction, X-Ray Fluorescence*

THE USE OF MnO_2 FROM DRY CELL BATTERY PASTE WASTE FOR LITHIUM-ION BATTERY CATHODE MATERIAL

Name : CAMELIA MAHARANI MEDIAN
NRP : 01211540000088
Departement : Kimia FIA-ITS
Advisor Lecturer : Suprpto, Ph.D
Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D

ABSTRACT

Lithium ion battery cathode material (LiMn_2O_4) has been synthesized with precursor LiCl as a source of Li and MnO_2 from dry cell battery waste as a source of Mn . This study aims to determine the optimum conditions for leaching dry cell batteries, which include the mass of dry cell battery, H_2SO_4 concentration, and the time to purify MnO_2 in dry cell and MnO_2 battery waste generated from leaching to be used as a material for cathode lithium ion batteries LiMn_2O_4 . The dry cell battery waste was tested by X-Ray Fluorescence (XRF) to determine the elemental composition in the form of oxide. The method used in the synthesis of LiMn_2O_4 is the Solid State Reaction (SSR). MnO_2 is mixed and homogenized with LiCl with a mole ratio of MnO_2 and LiCl (2: 1). MnO_2 and LiCl were then calcinated up at 750°C for 4 hours followed by sintering at 900°C for 6 hours. LiMn_2O_4 was characterized by X-Ray Diffraction (XRD) and electrochemistry. The cyclic voltammetry test on batteries with the LiMn_2O_4 cathode shows that the reduction oxidation peak pair is between 3.3 V to 4.3 V. The LiMn_2O_4 charge-discharge test results are 4.12 mAh / g and 2.12 mAh / g with efficiency of 50.97%.

Keywords : *Charge-Discharge, Cyclic Voltametry, LiMn_2O_4 , Leaching, X-Ray Diffraction, X-Ray Fluorescence*

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbilalamin. Saya panjatkan puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah skripsi yang berjudul **“PENGGUNAAN MnO_2 DARI LIMBAH PASTA BATERAI *DRY CELL* UNTUK BAHAN KATODA BATERAI ION LITHIUM”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Saya sangat berterima kasih kepada:

1. Bapak Suprpto, Ph. D dan Ibu Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses pengerjaan penelitian dan penyusunan naskah skripsi ini.
2. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S. Si., M. Sc. selaku Kepala Departemen Kimia FS-ITS atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Dra. Ita Ulfin, M. Si. Selaku Kepala Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik yang telah banyak membantu memfasilitasi selama penelitian.
4. Bapak Achmad Subhan M.T selaku Dosen Pembimbing Lapangan di LIPI Fisika Serpong.
5. Dosen Departemen Kimia FS-ITS yang telah memberikan ilmu setiap harinya.
6. Ayah, Mama, Ila, dan Asyrof yang selalu memberi dukungan, doa, dan semangat.
7. Dian Fatma Lorista dan Fuad Cahya Dewantoro yang telah menyemangati, memberi perhatian, dukungan, dan bertukar pikiran selama kuliah dan pengerjaan skripsi.
8. Teman-teman S1 di Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik, Erni, Cynthia, Puri, Cantika, Putri, Aristin,

- Nadia, Amel, Ivva, Ita, Anas, Cella, dan teman ISA yang lain atas bantuan dan semangat selama pengerjaan skripsi.
9. Teman-teman STABIL dan GOLDSCHMIDT yang selalu membantu, memberikan semangat, doa, dan dukungannya.
 10. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Saya menyadari sepenuhnya bahwa penulisan skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, saya terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga skripsi ini memberikan manfaat bagi saya dan pembaca dalam upaya menambah wawasan tentang kimia.

Surabaya, 10 Juli 2019

Penulis

*Karya ini Saya persembahkan untuk Mama,
Ayah, Ila, dan Asyrof
Dosen Pembimbing dan penguji
Serta Teman-teman STABIL dan Angkatanku
GOLDSCHMIDT*

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	i
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Baterai	7
2.1.1 Baterai Primer.....	7
2.1.2 Baterai Sekunder	8
2.2 Baterai Ion Lithium	9
2.2.1 Elektroda Positif.....	12
2.2.2 Elektroda Negatif	13
2.2.3 Elektrolit.....	14
2.2.4 Separator.....	14
2.3 Sifat Bahan	15
2.3.1 Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	15
2.3.2 Asam Klorida (HCl).....	16
2.3.3 Lithium Chloride (LiCl).....	16

2.3.4 <i>Poly(vinylidene flouride)</i> (PVDF)	16
2.3.5 <i>N-metil-2-pirolidon</i> (NMP)	17
2.3.6 <i>Lithium Hexafluorophosphate</i> (LiPF ₆)	18
2.4 Sonikator	18
2.5 Pelindian	18
2.6 Destruksi	19
2.6.1 Destruksi Basah	19
2.6.2 Destruksi Kering	20
2.7 <i>Response Surface Methodology</i> (RSM) – <i>Box-Behnken Design</i>	20
2.8 Karakterisasi	24
2.8.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	24
2.8.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	25
2.8.3 <i>Atomic Absorption Spectrometry</i> (AAS)	27
2.8.4 <i>Cyclic Voltametry</i> (CV)	33
2.8.5 <i>Charge-Discharge</i> (CD)	34
2.8.6 <i>Electrochemical Impedance Spectrometry</i> (EIS)	35
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	37
3.1 Alat dan Bahan	37
3.1.1 Alat	37
3.1.2 Bahan	37
3.2 Prosedur Penelitian	37
3.2.1 Preparasi dan Pengujian Kualitatif Pasta Baterai <i>Dry Cell</i> Bekas	37
3.2.2 Pelindian Mangan(IV) Oksida (MnO ₂) dari Serbuk Baterai	38

3.2.3 Destruksi Residu Pelindian	39
3.2.4 Sintesis Material Katoda Baterai Ion Lithium	40
3.2.5 Pembuatan <i>Coin ½ Cell</i>	40
3.2.6 Pengujian <i>Cyclic Voltametry</i> dan <i>Charge-Discharge</i>	41
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
4.1 Hasil Uji Kualitatif Serbuk Baterai	43
4.2 Pelindian Limbah Serbuk Baterai	44
4.3 Destruksi Residu Hasil Pelindian dan Uji AAS Hasil Destruksi	48
4.4 Sintesis LiMn_2O_4	52
4.5 Karakterisasi Elektrokimia	53
4.5.1 <i>Cyclic Voltametry</i>	53
4.5.2 <i>Charge-Discharge</i>	54
4.5.3 <i>Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)</i>	55
BAB V KESIMPULAN	57
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	57
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Proses <i>charge</i> dan <i>discharge</i> pada baterai ion lithium	10
Gambar 2.2 Fasa α , β , dan γ PVDF	17
Gambar 2.3 Ilustrasi Plot <i>Response Surface</i>	21
Gambar 2.4 Ilustrasi Plot Kontur <i>Response Surface</i>	22
Gambar 2.5 <i>Box-Behnken Design</i> untuk tiga faktor	23
Gambar 2.6 (a) Interferensi konstruktif (b) Interferensi dekonstruktif	26
Gambar 2.7 Difraktogram LiMn_2O_4 pada suhu sintering berbeda	27
Gambar 2.8 Atom mengabsorpsi energi sehingga elektron pada <i>ground state</i> akan tereksitasi ke keadaan <i>excited state</i>	28
Gambar 2.9 Kurva kalibrasi larutan standar	29
Gambar 2.10 <i>Hollow Cathode Lamp</i> (HCL)	30
Gambar 2.11 Skema instrumen AAS	33
Gambar 2.12 Voltammogram LiMn_2O_4	34
Gambar 2.13 Kurva <i>charge-discharge</i> LiMn_2O_4	35
Gambar 2.14 Hasil pengukuran impedansi komponen sel	36
Gambar 3.1 Susunan <i>coin cell</i> CR2032	41
Gambar 4.1 Difraktogram serbuk baterai dan standar XRD MnO_2	44
Gambar 4.2 %recovery terhadap konsentrasi dan waktu	46
Gambar 4.3 %recovery terhadap konsentrasi dan <i>solid/liquid</i>	47
Gambar 4.4 %recovery terhadap waktu dan <i>solid/liquid</i>	47
Gambar 4.5 Kurva kalibrasi Standar Mn	50
Gambar 4.6 % MnO_2 terhadap konsentrasi dan waktu	51
Gambar 4.7 % MnO_2 terhadap <i>solid/liquid</i> dan konsentrasi	51
Gambar 4.8 % MnO_2 terhadap <i>solid/liquid</i> dan waktu	52
Gambar 4.9 Difraktogram LiMn_2O_4	53
Gambar 4.10 Voltammogram hasil <i>cyclic voltametry</i>	54

Gambar 4.11 Kurva <i>charge-discharge</i>	55
Gambar 4.12 Kurva <i>cole-cole plot</i> LiMn_2O_4	56

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Faktor kapasitas beberapa baterai sekunder	9
Tabel 2.2 Material penyusun komponen baterai ion lithium.....	11
Tabel 2.3 Perbandingan material katoda untuk baterai ion lithium	13
Tabel 2.4 Contoh perbedaan CCD dengan <i>Box-Behnken Design</i> untuk 3 faktor.....	24
Tabel 2.5 Senyawa senyawa dari pasta baterai <i>dry cell</i>	25
Tabel 3.1 Variasi massa serbuk baterai <i>dry cell</i> , konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu dengan <i>Box-Behnken Design</i>	38
Tabel 3.2 <i>Box-Behnken Design</i>	39
Tabel 4.1 Hasil XRF serbuk baterai	43
Tabel 4.2 Variasi massa serbuk baterai <i>dry cell</i> , konsentrasi H_2SO_4 dan waktu serta hasil rekoveri	45
Tabel 4.3 Kadar Mn pada residu hasil pelindian.....	49

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kehidupan manusia saat ini tidak bisa terlepas pada energi. Setiap kegiatan manusia pasti memerlukan energi dan tingkat ketergantungan manusia terhadap energi sangat tinggi. Seiring dengan bertambahnya populasi manusia maka semakin tinggi pula permintaan dan kebutuhan akan energi. Keadaan ini menuntut para peneliti untuk melakukan penelitian di bidang energi, salah satunya adalah penggunaan energi secara efisien (Marfuatun, 2011). Penggunaan energi secara efisien ini bisa dilakukan dengan sistem penyimpanan energi (Maharani, 2015). Penyimpanan energi memiliki berbagai jenis seperti penyimpanan energi berbahan elektrokimia, penyimpanan energi mekanik, penyimpanan energi termal, dan hidrogen sebagai sistem penyimpan energi (Jubaedah dan Budiman, 2013). Penyimpanan energi berbahan elektrokimia merupakan sistem penyimpanan energi dimana energi bisa disimpan dalam baterai. Baterai telah lama digunakan sebagai alat penyimpan energi dan digunakan untuk alat-alat *portable* seperti *handphone*, laptop, kamera, sepeda elektrik, dan mobil elektrik. Baterai dipilih karena memiliki kelebihan seperti mudah dibawa kemana-mana, ringan, sederhana, dan tahan lama (Sari, 2015).

Baterai adalah sel elektrokimia yang dapat mengubah energi kimia menjadi energi listrik (Wahyu, 2010). Baterai sendiri terdiri dari 2 komponen utama yaitu elektroda (katoda dan anoda sebagai material aktif) dan elektrolit. Elektroda yang mengalami reaksi oksidasi disebut anoda, sedangkan elektroda yang mengalami reaksi reduksi disebut katoda. Elektroda dapat menghantarkan elektron dengan baik dalam sistem baterai jika terdapat senyawa yang menghubungkan yaitu elektrolit (Jubaedah dan Budiman, 2013). Komponen baterai yang tidak kalah penting yaitu separator karena berfungsi sebagai pembatas antara elektroda agar tidak terjadi hubungan pendek yang dapat menyebabkan kegagalan dalam baterai (Ni'mah, 2016). Baterai berdasarkan proses yang

terjadi dibagi menjadi dua, yaitu baterai primer (*primary battery*) dan baterai sekunder (*secondary battery*).

Baterai primer adalah baterai yang hanya dapat digunakan sekali pakai lalu dibuang karena material aktif atau elektrodanya tidak dapat berkebalikan (*irreversibel*). Baterai primer sebagai alat penyimpan energi yang praktis dan mudah dibawa kemana-mana sangat membantu manusia dalam memenuhi kebutuhan dibidang energi. Sifat baterai primer yang hanya dapat dipakai sekali saja, membuat limbah baterai primer tiap hari bertambah banyak menyebabkan pencemaran lingkungan. Baterai primer biasa digunakan pada *remote*, radio, jam, dan sebagainya. Contoh dari baterai primer adalah sel alkaline, sel merkuri, dan sel seng-karbon (*dry cell*) (Fadilah, dkk., 2015).

Limbah baterai primer merupakan limbah yang termasuk kedalam golongan limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun) yang tidak boleh dibuang di sembarang tempat karena sulit terurai oleh mikroba. Di Indonesia, pengolahan limbah baterai primer belum mendapat perhatian khusus. Keadaan ini terjadi karena kurangnya kesadaran pemerintah dan masyarakat terhadap bahaya limbah baterai primer. Limbah baterai primer yang dibuang akan mengancam lingkungan dan kesehatan (Fadilah, dkk., 2015). Salah satu contohnya adalah baterai *dry cell* yang banyak mengandung unsur mangan (Mn) dan seng (Zn) (Sobianowska-Turek, dkk., 2016). Unsur Mn dalam bentuk mangan (IV) oksida (MnO_2) merupakan material yang digunakan secara luas sebagai bahan pembuatan elektroda, aplikasi kapasitor elektrokimia, dan degradasi azo (Hasan, dkk., 2017). Tetapi, MnO_2 dapat mencemari lingkungan, memiliki nilai LD50 sebesar 3478 mg/kg dan termasuk kategori sangat toksik (MSDS, 2013).

Baterai sekunder adalah baterai yang dapat digunakan beberapa kali karena proses kimia yang terjadi dalam baterai adalah *reversible*. Material aktif pada baterai sekunder dapat kembali ke kondisi semula dengan pengisian sel. Pada dasarnya, prinsip baterai sekunder sama dengan prinsip baterai primer.

Contoh dari baterai sekunder adalah baterai ion lithium (Li-ion atau LIB), baterai lithium polimer (Li-Po), baterai *nickel-metal hydride* (Ni-MH), dan baterai *nickel-cadmium* (Ni-Cd). Baterai ion lithium merupakan baterai yang saat ini paling banyak digunakan dari contoh-contoh baterai yang disebutkan. *Handphone* dan laptop adalah alat-alat *portable* yang menggunakan baterai ion lithium. Baterai ion lithium terus dikembangkan untuk mencapai tujuan utama dengan cara mengatur dan mengontrol semua bahan serta komponen baterai (katoda dan anoda sebagai bahan aktif, elektrolit, *separator*, *current collectors*, dan lain-lain) dalam volume minimum dengan penyimpanan energi maksimum tanpa menyebabkan masalah keamanan (Yoshio, dkk., 2009).

Baterai ion lithium memiliki berbagai macam material penyusun katoda, anoda, separator, elektrolit, dan *binder*. Material katoda yang biasa digunakan pada baterai ion lithium antara lain adalah LiCoO_2 (Aziz, dkk., 2016), LiNiO_2 (Chang dan Kumta, 2005), LiFePO_4 (Prosini, dkk., 2016), dan LiMn_2O_4 (Peifeng, dkk., 2006). Setiap material memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing seperti LiCoO_2 memiliki kelebihan kapasitas tinggi, tetapi biaya yang tinggi, LiFePO_4 memiliki kelebihan biaya murah, tetapi rendah dalam kapasitas dan LiMn_2O_4 memberikan daya spesifik tinggi dengan biaya murah. LiMn_2O_4 lebih dipilih karena memiliki kapasitas tinggi dengan biaya murah. Banyak peneliti yang telah menggunakan LiMn_2O_4 sebagai material katoda baterai ion lithium (Fergus, 2010). Liu, dkk., pada tahun 2012 telah mensintesis LiMn_2O_4 dengan metode *solid state reaction* dan mendapatkan kapasitas sebesar 89,9 mAh/g. Liu, dkk., pada tahun 2015 juga mensintesis LiMn_2O_4 dengan prekursor Mn_3O_4 dan Li_2CO_3 dengan kapasitas sebesar 112,9 mAh/g.

Permasalahan diatas dapat diatasi dengan penelitian pemurnian MnO_2 dari limbah baterai *dry cell* melalui metode pelindian sehingga dapat digunakan sebagai prekursor material katoda baterai ion lithium. Sintesis material katoda baterai ion lithium (LiMn_2O_4) dengan prekursor MnO_2 dari pasta baterai *dry*

cell sebagai sumber Mn dan LiCl sebagai sumber Li dilakukan dengan metode *solid state reaction*.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana kondisi optimum pelindian limbah baterai *dry cell* yaitu meliputi massa serbuk limbah baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu untuk memurnikan MnO_2 pada limbah baterai *dry cell* dan cara sintesis katoda baterai ion lithium ($LiMn_2O_4$) dari limbah baterai *dry cell* dipelajari untuk mengetahui limbah baterai *dry cell* dapat digunakan sebagai bahan dasar katoda baterai ion lithium ($LiMn_2O_4$).

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum pelindian limbah baterai *dry cell* yaitu meliputi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu untuk memurnikan MnO_2 pada limbah baterai *dry cell* dan MnO_2 yang dihasilkan dari pelindian tersebut akan digunakan sebagai material untuk membuat katoda baterai ion lithium yaitu $LiMn_2O_4$.

1.4 Batasan Penelitian

Batasan penelitian ini adalah mencari kondisi optimum pelindian untuk memurnikan MnO_2 pada limbah baterai *dry cell* yang diteliti adalah massa serbuk limbah baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu. Suhu yang digunakan pada penelitian ini adalah $60^\circ C$ dengan alat sonikator. Residu pelindian didestruksi dengan HCl pekat dan glukosa pada suhu $60^\circ C$ selama 5 jam dan filtrat destruksi diukur absorbansinya dengan *Atomic Absortion Spectrometry* (AAS) untuk menentukan kadar logam Mn. Pada pembuatan *slurry* digunakan *N-Methyl-2-Pyrrolidone* (NMP) sebagai pelarut, *Polyvinylidene Flouride* (PVDF) sebagai *binder*, dan Super P sebagai zat aditif pada suhu $70^\circ C$ serta diaduk dengan *magnetic stirrer* kecepatan 250 rpm. *Slurry* selanjutnya

dilapiskan pada *aluminium foil* sebagai *current collectors*, dikeringkan pada suhu 80°C dan disimpan pada suhu 50°C. Lembaran katoda yang telah kering dipotong berbentuk bulat berdiameter ± 16 mm dan diassembly menjadi *coin 1/2 cell CR2032* dalam *glove box* dengan aliran gas Argon.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat pada penelitian ini adalah :

1. Membantu permasalahan dan mengurangi dampak limbah baterai *dry cell* yang mencemari lingkungan.
2. Mengetahui kondisi optimum pelindian serbuk baterai *dry cell*.
3. Mendapatkan material katoda baterai ion lithium yaitu LiMn_2O_4 dari bahan limbah baterai *dry cell*.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai

Baterai merupakan perangkat elektrokimia yang memiliki kemampuan untuk mengubah energi kimia menjadi energi listrik. Komponen baterai terdiri dari elektroda positif, elektroda negatif, elektrolit, separator, *current collectors*, dan lain-lain. Material elektroda dan elektrolit adalah hal yang paling utama yang membedakan baterai satu dengan baterai lain. Baterai biasa digunakan pada *handphone*, laptop, lampu senter, radio, jam tangan, sepeda elektrik, dan mobil elektrik (Bernardes, dkk., 2004). Baterai sendiri dibagi menjadi dua yaitu baterai primer (*primary battery*) dan baterai sekunder (*secondary battery*). Contoh dari baterai primer adalah sel alkaline-mangan, sel merkuri, dan sel seng-karbon (*dry cell*) serta contoh dari baterai sekunder adalah baterai ion lithium (Li-ion atau LIB), baterai lithium polimer (Li-Po), baterai *nikel-metal hydride* (Ni-MH), dan baterai *nikel-cadmium* (Ni-Cd) (Hudaya, 2011).

2.1.1 Baterai Primer

Pada baterai primer, yang paling banyak digunakan adalah baterai seng-karbon dan baterai alkaline-mangan. Baterai ini umumnya dalam bentuk ukuran AAA, AA, C, D, dan 9V. Baterai seng-karbon mengandung elektroda seng yang memiliki konsentrasi timbal bervariasi antara 0,05 hingga 0,5% dan kadmium antara 0,01 hingga 0,05%. Unsur-unsur tersebut ditambahkan untuk meningkatkan sifat mekanik elektroda. Beberapa baterai juga mengandung merkuri yang digunakan sebagai pelapis elektroda seng untuk mengurangi korosi dengan begitu akan meningkatkan kinerja baterai. Baterai pada saat ini tidak lagi menggunakan unsur-unsur tersebut (Bernardes, dkk., 2004).

Baterai seng-karbon pada umumnya terdiri dari batang karbon yang bersentuhan dengan karbon dan MnO_2 sebagai katoda dan

wadah seng sebagai anoda. Pasta NH_4Cl dan ZnCl_2 sebagai elektrolit asam. Elektroda seng pada sel silinder biasanya dilindungi dengan *stainless steel*. Baterai alkali-mangan dikembangkan setelah adanya baterai seng-karbon, baterai ini terdiri dari batang kuningan yang kontak dengan serbuk seng sebagai anoda dan baja yang kontak dengan karbon dan MnO_2 sebagai katoda. Pasta KOH digunakan sebagai elektrolit alkali (pH~14) (Bernardes, dkk., 2004).

2.1.2 Baterai Sekunder

Baterai sekunder adalah baterai yang dapat digunakan dan diisi ulang beberapa kali, proses kimia yang terjadi didalam baterai adalah *reversible*, dan bahan aktif dapat kembali ke kondisi semula dengan pengisian sel. Prinsip baterai sekunder sama dengan baterai primer, hanya saja reaksi kimia yang terjadi dalam baterai sekunder ini dapat berbalik (*reversible*). Material penyusun baterai sekunder dipilih dari material yang memiliki struktur kristal dengan '*insertion compound*', yaitu material yang mampu menerima dan melepaskan x koefisien ion lithium per mol A_zB_y tanpa mengalami perubahan besar atau kerusakan dalam struktur kristalnya. Persamaan 2.1 adalah dasar reaksi kimia yang terjadi dalam sel sekunder (Linden, 1994):



Baterai sekunder sendiri terdapat banyak jenisnya di pasaran, antara lain baterai *lead acid* (Accu), baterai *nickel-cadmium* (NiCd), baterai *nickel-metal hydride* (Ni-MH), dan baterai ion lithium (Li-ion atau LiB). Faktor kapasitas beberapa baterai sekunder dapat dilihat pada Tabel 2.1.

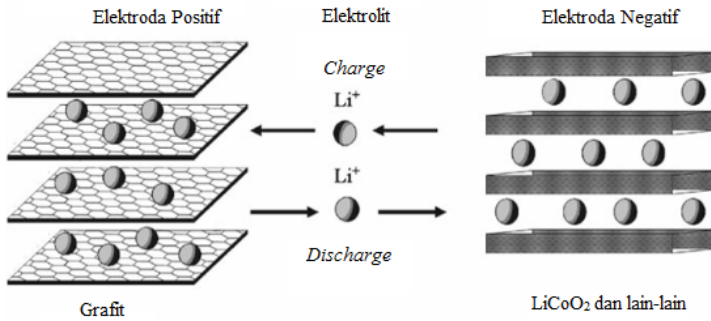
Tabel 2.1 Faktor kapasitas beberapa baterai sekunder (Burheim, 2017)

Faktor Kapasitas	<i>Lead Acid</i>	NiCd	NiMH	Li-ion
Energi / Whkg ⁻¹	20-40	40-60	50-70	150-250
Daya / Wkg ⁻¹	5-200	10-150	10-100	100-500
Siklus / 1000	1-5	1-3	1-3	1-20
Efisiensi energi / %	60-90	80	80	90-98

2.2 Baterai Ion Lithium

Baterai ion lithium merupakan salah satu contoh baterai sekunder. Ion Li pada baterai ion lithium bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif selama proses *discharge*, dan bergerak sebaliknya saat proses *charge*. Baterai lithium komersial memiliki tegangan sebesar 3,7 V. Proses *discharge* berakhir terjadi saat penyisipan ion Li dalam elektroda positif tercapai ketika ion Li pada elektroda negatif habis dan tegangan sel turun menjadi 2,7 V. *Discharge* terjadi selama elektroda positif bertindak sebagai akseptor elektron (katoda : reduksi elektrokimia) dan elektroda negatif bertindak sebagai donor elektron (anoda : oksidasi elektrokimia). Proses *charge* dan *discharge* pada baterai ion lithium dapat dilihat pada Gambar 2.1.

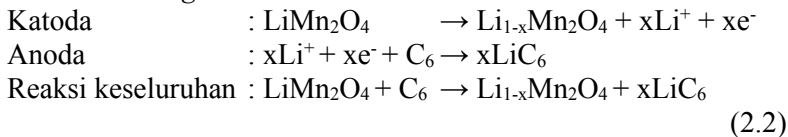
Elektroda positif terdiri dari oksida logam yang mengandung lithium seperti lithium kobalt oksida (LiCoO₂), lithium mangan dioksida (LiMn₂O₄), dan lithium nikel oksida (LiNiO₂). Elektroda negatif terbuat dari grafit alami atau sintetik atau karbon lain seperti *hard carbons* yang terbuat dari berbagai prekursor organik. Elektrolit terdiri dari garam lithium, seperti litium heksafluorofosfat (LiPF₆) atau lithium tetra fluoroborat (LiBF₄) dalam campuran pelarut aprotik seperti, etilen karbonat (EC), propilen karbonat (PC), atau dimetil karbonat (DMC) (Kurzweil dan Brandt, 2019). Material penyusun komponen baterai ion lithium dapat dilihat pada Tabel 2.2.



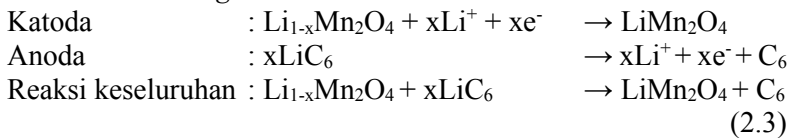
Gambar 2.1 Proses *charge* dan *discharge* pada baterai ion lithium (Yoshio, dkk., 2009)

Reaksi yang terjadi dalam baterai ion lithium bersifat *reversible* dimana bahan aktif dapat kembali ke kondisi semula dengan pengisian sel. Contoh reaksi *reversible* pada baterai ion lithium dapat dilihat pada Persamaan 2.2 dan 2.3 dengan katoda LiMn_2O_4 dan anoda C_6 (Vorobeve, dkk., 2018; Ripp, dkk., 2009).

Proses *charge* :



Proses *discharge* :



Tabel 2.2 Material penyusun komponen baterai ion lithium (Ruiz, dkk., 2017)

Komponen	Material
Katoda	LMO, LCO, NCA, NMC, LFP, ECPs
Anoda	<i>Graphitic carbons, Hard carbon, Synthetic graphite, LTO, Tin-based alloys, Silicon-based alloys</i>
Garam elektrolit	LiPF ₆ , LiClO ₄ , LiAsF ₆ , LiCF ₃ SO ₃ , LiBF ₄
Pelarut elektrolit	DMC, EC, DEC, PC, γ -GBL, RTIL's
<i>Flame retardants</i>	HMPN, TMP, TFP
<i>Gel precursor</i>	PEO, PAN, PVDF, PMMA, PTFE
<i>Binder</i>	PVDF, SBR, <i>Glass fibre</i> , CMC, ACM
Separator	<i>Polypropylene, Polyethylene, Cellulosic paper, Nonwoven fabrics, Ceramic</i>

Keterangan :

LMO : *Lithium Manganese Oxide*LCO : *Lithium Cobalt Oxide*NCA : *Lithium Nickel Cobalt Aluminium Oxide*NMC : *Lithium Nickel Manganese Cobalt Oxide*LFP : *Lithium Iron Phosphate*ECPs : *Electronic Conducting Polymers*LTO : *Lithium Titanate*DMC : *Dimethyl Carbonate*EC : *Ethylene Carbonate*DEC : *Diethyl Carbonate*PC : *Propylene Carbonate* γ -GBL : *gamma-Butyrolactone*RTILs : *Room Temperature Ionic Liquids*HMPN : *Hexamethoxycyclotriphosphazene*TMP : *trimethyl phosphate*TFP : *tris(2,2,2-trifluoroethyl)phosphate*

PEO : *Polyethylene Oxide*
PAN : *Polyacrylonitrile*
PVDF : *Polyvinylidene Flouride*
PMMA : *Poly Methyl Methacrylate*
PTFE : *Polytetrafluoroethylene*
SBR : *Stryrene Butadiene Rubber*
CMC : *Carboxymethyl Cellulose*
ACM : *acrylate-type copolymer.*

2.2.1 Elektroda Positif

Elektroda positif berperan sebagai katoda selama *discharge* yang mengalami reduksi elektrokimia (akseptor elektron). Potensi sel, kapasitas, dan kepadatan energi merupakan sifat intrinsik elektroda positif dan elektroda negatif. Siklus hidup, umur hidup, dan keamanan tergantung pada sifat dan stabilitas antarmuka elektrolit elektroda serta stabilitas struktur bahan elektroda. Proses ion Li yang bergerak masuk dan keluar dari bahan elektroda masing-masing disebut sebagai interkalasi (atau penyisipan) dan deinterkalasi (atau ekstraksi). *Discharge* terjadi saat ion Li diekstraksi dari elektroda negatif dan disisipkan ke dalam elektroda positif (Kurzweil dan Brandt, 2019).

Komposisi kimia, struktur morfologi, dan struktur kristal dari partikel elektroaktif sangat penting untuk kinerja bahan elektroda positif. Upaya yang sedang dilakukan untuk mensintesis bahan aktif sebagai aglomerat atau mikrosfer yang terdiri dari kristalit padat kecil untuk (1) meningkatkan kerapatan, (2) mengurangi area permukaan aktif pada antarmuka elektroda elektrolit, dan (3) mengurangi hambatan transportasi dalam fase padat (Kurzweil dan Brandt, 2019).

Mayoritas bahan elektroda positif terbentuk dari tiga struktur, yaitu:

- *Olivine lattice* (contoh: LiFePO_4) memungkinkan mobilitas ion Li secara linier dan memberikan keamanan serta siklus hidup yang lama dengan biaya murah, tetapi rendah dalam kapasitas spesifik dan tegangan.

- *Layered structure* (contoh: LiCoO_2) menunjukkan mobilitas ion Li secara 2 dimensi dan kapasitansi spesifik tinggi, tetapi memiliki kekurangan tentang keamanan dan biaya yang tinggi.
- *Spinel lattice* (contoh: LiMn_2O_4) memungkinkan konduksi ion Li dalam tiga dimensi spasial, memberikan daya spesifik tinggi dengan biaya murah, namun memiliki masalah stabilitas dalam larutan elektrolit.

Ketiga jenis bahan diproduksi dalam jumlah komersial. LiCoO_2 masih digunakan dalam aplikasi konsumen, struktur berlapis dengan oksida campuran (misalnya $\text{LiNi}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{O}_2$) sebagian besar digunakan dalam aplikasi kendaraan listrik, LiFePO_4 dalam aplikasi penyimpanan skala besar. LiMn_2O_4 sebagian besar digunakan dalam campuran dengan bahan katoda lainnya. Material elektroda lebih lanjut masih menunggu penelitian untuk memproduksi material dengan kapasitas tinggi (Kurzweil dan Brandt, 2019). Perbandingan material katoda untuk baterai ion lithium dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Perbandingan material katoda untuk baterai ion lithium (Siczek, 2019)

Material Katoda	Tegangan	Kapasitas (mAhg^{-1})	
		Teori	Praktek
LiCoO_2	3,6	274	110-140
LiMn_2O_4	3,7	148	110-120
LiFePO_4	3,6	170	150

2.2.2 Elektroda Negatif

Elektroda negatif berperan sebagai anoda selama *discharge*, yang mengalami oksidasi elektrokimia (donor elektron). Sel komersial umumnya menggunakan elektroda negatif dari karbon karena stabilitas dimensi yang lebih baik, muatan spesifik yang lebih tinggi untuk interkalasi lithium, dan potensi redoks yang lebih negatif daripada kebanyakan oksida logam, kalkogenida, dan polimer (Kurzweil dan Brandt, 2019). Contoh material anoda pada

baterai ion lithium adalah *graphitic carbons*, *hard carbon*, *synthetic graphite*, dan LTO.

2.2.3 Elektrolit

Elektrolit berfungsi menjamin konduktivitas ionik antara elektroda. Elektrolit harus stabil secara kimia dan elektrokimia dalam berbagai suhu serta memiliki titik nyala tinggi. Elektrolit dapat berupa cairan dengan ion terlarut atau polimer dan dapat juga berupa padatan. Konduktivitas σ (dalam S cm^{-1}) tergantung pada angka muatan z , dan angka N atau konsentrasi angka n (dalam m^{-3}), dan mobilitas u (dalam $\text{m}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$) dari pembawa muatan dalam volume V (Kurzweil dan Brandt, 2019). Contoh elektrolit yang biasa digunakan pada baterai ion lithium adalah LiPF_6 , LiClO_4 , LiAsF_6 , LiCF_3SO_3 , dan LiBF_4 . LiPF_6 merupakan garam elektrolit yang paling banyak digunakan. LiPF_6 sangat reaktif terhadap air dan membentuk asam flourida yang mengganggu kerja baterai ion lithium (Sari, 2015). Reaksi LiPF_6 dengan air dapat dilihat pada Persamaan 2.4.



2.2.4 Separator

Separator adalah komponen penting untuk sel baterai elektrolit cair dan elektrolit polimer. Separator merupakan membran berpori yang ditempatkan diantara elektroda positif dan negatif untuk mencegah kontak fisik elektroda. Elektrolit cair dan gel diserap ke dalam pori-pori separator dan berfungsi sebagai media transfer ion disertai dengan reaksi antara dua elektroda. Separator sendiri tidak berpartisipasi dalam reaksi. Sifat yang penting dimiliki separator adalah kekuatan mekanik, ketebalan, dan porositas untuk konduktivitas ionik serta stabilitas kimia dan termal untuk keamanan selama siklus dan *lifetime*. Separator saat ini terdiri dari dua jenis yaitu membran kering dan membran basah. Membran kering memiliki pori-pori terorientasi yang mendukung transportasi ion lebih cepat, sedangkan membran basah memiliki pori-pori berliku yang mencegah pertumbuhan dendrit Li.

Membran kering lebih cocok untuk baterai berdaya tinggi, sedangkan membran basah lebih cocok untuk baterai dengan siklus hidup yang panjang (Lundgren, 2017).

Separator dalam baterai elektrolit cair harus dapat mencegah kontak elektronik dari elektroda dan memungkinkan transportasi ionik secara bebas. Separator harus menjamin isolasi yang aman dari elektroda, bahkan di bawah kondisi yang berbahaya. Bahan separator harus stabil secara kimiawi, dengan ketebalan sekitar 8-25 μm , dan menunjukkan porositas sekitar 50% dan ukuran pori lebih kecil dari 1 μm , untuk menahan elektrolit cair dan mencegah kontak partikel dari elektroda. Permeabilitas separator harus homogen untuk memastikan distribusi arus yang seragam dan mencegah tumbuhnya dendrit pada elektroda negatif. Ketahanan separator terhadap transpor ion tergantung pada ketebalan, porositas, dan tortuositas (Kurzweil dan Brandt, 2019). Contoh material separator pada baterai ion lithium adalah *polypropylene*, *polyethylene*, dan *cellulosic paper*.

2.3 Sifat Bahan

2.3.1 Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan asam mineral (anorganik) dan termasuk dalam golongan asam kuat. H_2SO_4 larut dalam air pada semua perbandingan dan reaksi bersifat eksotermis. Sifat fisik dari H_2SO_4 antara lain berbentuk cairan, berbau menyengat, dengan berat molekul sebesar 98,08 gram/mol, titik leleh 10,31°C, titik didih 336,85°C dan memiliki massa jenis 1,83-1,84 gram/mL. H_2SO_4 bersifat oksidator dan korosif, dalam industri asam sulfat diproduksi dengan konsentrasi 75-98%. Asam sulfat biasa digunakan dalam pemrosesan bijih mineral, sintesis kimia, pemrosesan air limbah, dan pengilangan minyak. Asam sulfat juga digunakan sebagai bahan dasar pembuatan pupuk, bahan peledak, detergen, zat warna, insektisida, obat-obatan, plastik, baja, dan baterai (MSDS, 2013).

2.3.2 Asam Klorida (HCl)

Asam klorida (HCl) termasuk golongan asam kuat dan biasa diproduksi dengan konsentrasi 38%. Konsentrasi HCl dibatasi karena memiliki tekanan uap yang cukup tinggi pada proses pengemasan. HCl larut dalam air pada semua perbandingan. Sifat fisik dari HCl antara lain berbentuk cairan, berbau menyengat, dengan berat molekul sebesar 36,46 gram/mol, titik leleh -25°C , titik didih $50,5^{\circ}\text{C}$, dan memiliki massa jenis 1,17-1,19 gram/mL. HCl bersifat korosif, iritatif, dan termasuk bahan kimia berbahaya atau B3 (MSDS, 2013).

2.3.3 Lithium Chloride (LiCl)

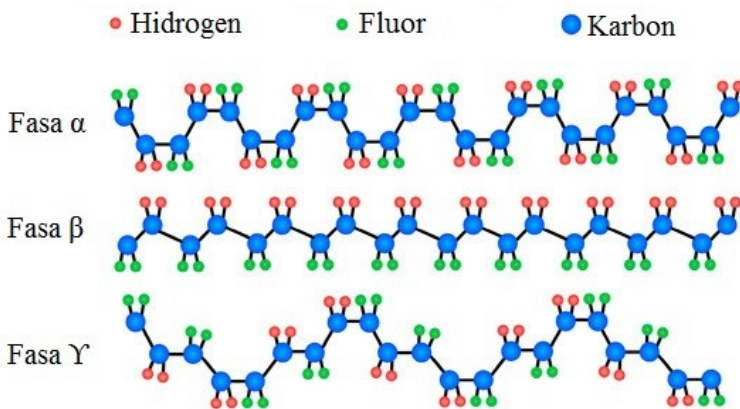
Lithium Chloride (LiCl) merupakan salah satu garam yang berbentuk serbuk berwarna putih. LiCl memiliki berat molekul sebesar 42,39 gram/mol, titik leleh 613°C , titik didih 1325°C dan massa jenis sebesar 2,07 gram/mL. LiCl bersifat larut dalam pelarut polar dan higroskopis (MSDS, 2013).

2.3.4 Poly(vinylidene flouride) (PVDF)

Poly(vinylidene flouride) atau PVDF merupakan polimer dengan unit berulang $[-\text{CH}_2-\text{CF}_2-]$ atau (*vinylidene flouride*) (VDF). PVDF adalah polimer semikristalin yang memiliki tingkat kristalinitas antara 35% hingga 70% (Matsuyama, 2017). Pada suhu 20°C densitas PVDF sebesar 1,76 hingga $1,83 \text{ g/cm}^3$. PVDF berbentuk serbuk berwarna putih, tidak berbau, dan tidak larut dalam air. Titik lebur dan suhu transisi gelas pada PVDF sebesar 158°C hingga 200°C dan -40°C hingga -30°C (Wypych, 2016). PVDF tetap stabil pada bahan kimia korosif dan senyawa organik termasuk asam dan oksidan. PVDF mudah larut dalam pelarut organik seperti N, *N*-dimethylacetamide (DMAc), N, *N*-dimethylformamide (DMF) dan *N*-Methyl-2-Pyrrolidone (NMP) (Ji, dkk., 2015). PVDF pada katoda baterai ion lithium berfungsi sebagai *binder* (pengikat) material aktif katoda. PVDF dipilih karena memiliki ketahanan yang lebih tinggi dibanding dengan

bahan *binder* lainnya, dengan ketahanan yang lebih tinggi maka baterai yang akan dihasilkan memiliki umur dan masa pakai yang panjang (Amin-Sanayei dan He, 2015).

PVDF memiliki lima macam polimorf kristal yang berbeda yaitu α , β , γ , δ , dan ϵ . Diantara kelima polimorf kristal, fasa α , β dan γ adalah fasa yang paling umum dan sering diamati kristalisasinya (Matsuyama, dkk., 2017). Fasa α , β , dan γ PVDF dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Fasa α , β , dan γ PVDF (Matsuyama, dkk., 2017)

2.3.5 *N*-metil-2-pirolidon (NMP)

N-metil-2-pirolidon (NMP) adalah bahan kimia yang banyak digunakan sebagai pelarut dalam beberapa aplikasi industri. NMP merupakan pelarut yang sangat lambat untuk menguap. NMP memiliki titik didih pada suhu 202°C. Lapisan tipis NMP membutuhkan lebih dari 15.000 detik untuk menguapkan 90% pada suhu kamar (Mckeen, 2016). Pada umumnya saat ini *slurry* elektroda dibuat dengan NMP (Amin-Sanayei dan He, 2015).

2.3.6 Lithium Hexafluorophosphate (LiPF₆)

Lithium Hexafluorophosphate (LiPF₆) merupakan salah satu garam elektrolit yang paling banyak digunakan pada baterai ion lithium. LiPF₆ murni berbentuk serbuk berwarna putih. LiPF₆ dipilih karena memiliki kelebihan seperti konduktivitas tinggi, stabil pada suhu 30-80°C, tidak mudah terbakar dan viskositas rendah yang memungkinkan ion lithium bergerak dengan mudah. Kelemahan LiPF₆ adalah sifatnya yang sangat peka terhadap H₂O. LiPF₆ akan bereaksi dengan H₂O membentuk asam flourida (Sari, 2015). Sifat fisik dari LiPF₆ antara lain memiliki densitas 1,5 gram/mL dan larut dalam pelarut organik seperti DMC, EC, dan DEC (MSDS, 2015). Reaksi LiPF₆ dengan air dapat dilihat pada Persamaan 2.4.

2.4 Sonikator

Sonikasi merupakan aplikasi penggunaan energi suara untuk proses pengadukan partikel pada suatu sampel dengan tujuan bermacam-macam. Sonikasi menggunakan energi suara untuk menggerakkan partikel yang berada dalam suatu sampel untuk berbagai keperluan. Sonikasi dapat digunakan untuk mempercepat pembubaran dengan cara memecah interaksi antarmolekul serta menganalisis dinamika molekuler dan kinetika reaksi pada pembelahan molekul (Candani, 2017).

2.5 Pelindian

Pelindian atau *leaching* didefinisikan sebagai proses melarutkan unsur yang diinginkan dengan bantuan pelarut untuk memisahkan unsur yang diinginkan dimana hanya unsur yang diinginkan yang akan larut. Proses pelindian pada logam Zn dengan H₂SO₄, H₂SO₄ dipilih karena dapat melarutkan Zn dan mengendapkan pengotor. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Persamaan 2.5.



Proses *leaching* terjadi dalam dua tahap, yakni kontak antara padatan dengan pelarut sehingga terjadi perpindahan massa dari padatan ke larutan dan pemisahan padatan dan larutan setelah proses selesai. Faktor-faktor yang mempengaruhi proses *leaching* antara lain konsentrasi pelarut, temperatur dan waktu kontak. Konsentrasi pelarut dan temperatur yang semakin tinggi akan meningkat laju reaksi. Konsentrasi pelarut dan temperatur yang terlalu tinggi juga tidak baik karena dapat melarutkan unsur-unsur yang tidak diinginkan (Bramantyo dan Soedarsono, 2014).

2.6 Destruksi

Destruksi atau perombakan merupakan suatu perlakuan pemecahan suatu sampel atau senyawa menjadi unsur-unsurnya agar dapat dianalisis. Destruksi meliputi proses destruksi basah dan kering, yang memiliki kelebihan dan kelemahan masing-masing (Kristianingrum, 2012).

2.6.1 Destruksi Basah

Proses destruksi basah dilakukan dengan cara sampel dilarutkan dalam larutan asam pengoksidasi pekat seperti H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 , HCl , HF , dan HClO_4 dan disertai proses pemanasan. Larutan asam pengoksidasi pekat dapat digunakan baik tunggal maupun campuran dan berfungsi untuk mempercepat proses desktruksi. Contoh larutan asam pengoksidasi pekat campuran adalah $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$, $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3$, $\text{HNO}_3\text{-HF}$, $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$, dan aqua regia ($\text{HNO}_3\text{:HCL} = 1\text{:}3$) (Rodiana, dkk., 2013). Destruksi basah yang sempurna ditandai dengan larutan destruksi berwarna jernih, yang menunjukkan bahwa seluruh konstituen telah larut sempurna. Suhu yang digunakan pada destruksi basah relatif lebih rendah dibandingkan dengan destruksi kering sehingga hilangnya unsur-unsur dalam sampel sangat kecil, selain itu peralatan yang digunakan lebih sederhana, proses oksidasi lebih cepat dan waktu yang digunakan relatif lebih cepat. Kekurangan destruksi basah memiliki resiko yang lebih besar karena menggunakan larutan asam pengoksidasi yang pekat (Kristianingrum, 2012).

2.6.2 Destruksi Kering

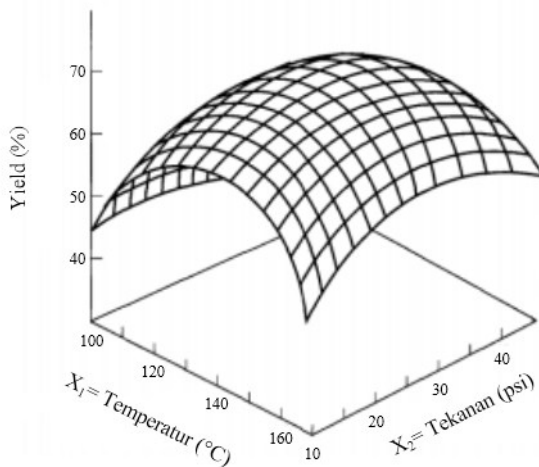
Proses destruksi kering dilakukan dengan cara pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dengan menaikkan suhu perlahan hingga suhu 400-800°C tergantung pada sampel yang ingin didestruksi. Suhu pengabuan ditentukan dengan meninjau terlebih dahulu jenis logam yang akan dianalisis. Suhu dinaikan perlahan agar sampel tidak hilang terbawa api. Destruksi kering dinilai lebih aman, sederhana, dan umumnya tidak memerlukan pereaksi serta prosedurnya paling umum digunakan untuk menentukan total mineral (Kristianingrum, 2012). Kekurangan destruksi kering yaitu memerlukan suhu tinggi dan waktu yang cukup lama, selain itu unsur-unsur mikro tertentu dapat hilang karena pemanasan suhu tinggi, dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan wadah (Sevani, 2016).

2.7 *Response Surface Methodology (RSM) – Box-Behnken Design*

Respon Surface Methodology (RSM) atau model permukaan respon merupakan sekumpulan metode-metode statistika dan matematika yang digunakan untuk menganalisis pengaruh beberapa variabel kuantitatif terhadap suatu variabel respon dan bertujuan untuk mengoptimalkan variabel respon tersebut. Dasar dari metode ini adalah memanfaatkan desain eksperimen dengan bantuan statistika untuk mencari nilai optimal dari suatu variabel respon. RSM pertama kali muncul pada tahun 1951 dan saat ini sudah banyak dimanfaatkan baik dalam bidang penelitian dan industri. Contoh RSM adalah dengan menyusun suatu model matematika, peneliti dapat mengetahui nilai variabel-variabel independen yang menyebabkan nilai variabel respon menjadi optimal (Faulina, dkk., 2011). Hubungan variabel-variabel tersebut dapat dituliskan dalam Persamaan 2.6.

$$y = f(x_1 + x_2) + \varepsilon \quad (2.6)$$

Dimana ε merupakan error pengamatan pada respon y . RSM dapat digambarkan dengan sebuah grafik, seperti pada Gambar 2.3. Grafik RSM divisualisasikan dari bentuk permukaan plot dengan kontur sesuai dari permukaan respon, seperti pada Gambar 2.4. Grafik RSM juga memiliki beberapa bentuk yaitu respon maksimum, respon minimum, dan respon pelana (Faulina, dkk., 2011).

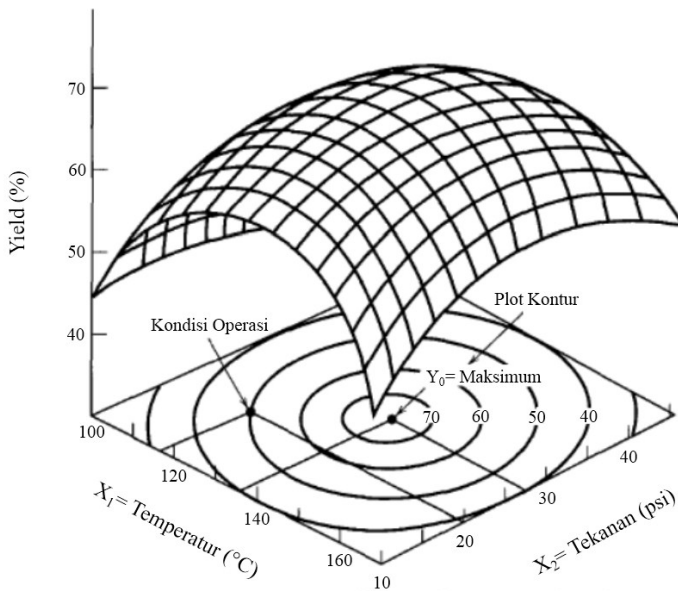


Gambar 2.3 Ilustrasi *Plot Response Surface* (Faulina, dkk., 2011)

Desain RSM sendiri digunakan untuk (1) menemukan pengaturan proses yang dioptimalkan, (2) memecahkan masalah proses dan titik lemah, (3) membuat produk atau proses lebih kuat terhadap pengaruh eksternal dan tidak dapat dikendalikan (Kuat berarti relatif tidak sensitif terhadap pengaruh-pengaruh ini). RSM terbagi menjadi dua yaitu *Central Composite Design* dan *Box Behnken Design*.

Central Composite Design (CCD) adalah sebuah rancangan 2^k (k adalah banyaknya faktor) faktorial dengan ditambahkan beberapa *center runs* (percobaan pada titik pusat) dan *axial run*

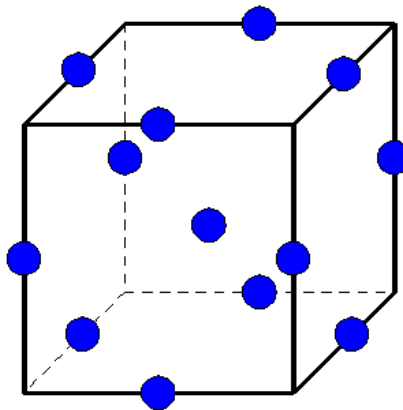
star runs (percobaan pada titik-titik $(\alpha, 0, \dots, 0)$, $(-\alpha, 0, \dots, 0)$, $(0, \alpha, \dots, 0)$, $(0, -\alpha, \dots, 0)$, $(0, 0, \dots, \alpha)$, dan $(0, 0, \dots, -\alpha)$ dimana $\alpha = 2^{\frac{k}{4}}$. Titik-titik pada rancangan 2^k faktorial digunakan untuk membentuk model orde satu, sedangkan penambahan *center runs* dan *axial runs* digunakan untuk membentuk model orde dua. Pada CCD, agar kualitas dari prediksi lebih baik, maka rancangannya selain memiliki sifat ortogonal juga harus *rotatable* (Wibowo, 2008).



Gambar 2.4 Ilustrasi Plot Kontur *Response Surface* (Faulina, dkk., 2011)

Box-Behnken Design adalah desain kuadrat independen karena tidak mengandung desain faktorial atau faktorial fraksional tertanam. Dalam desain ini kombinasi perawatan berada di titik tengah tepi ruang proses dan di tengah. Desain ini dapat diputar (atau hampir dapat diputar) dan membutuhkan 3 level masing-masing variabel. Level-level dari variabel dikodekan dengan level

rendah -1 hingga level tinggi 1 untuk mempermudah dalam perhitungan. Desain *Box-Behnken* untuk tiga faktor dapat dilihat pada Gambar 2.5. Geometri desain ini menunjukkan bola di dalam ruang proses sedemikian rupa sehingga permukaan bola menjorok melalui setiap wajah dengan permukaan bola yang bersinggungan dengan titik tengah dari setiap tepi ruang (www.itl.nist.gov).



Gambar 2.5 *Box-Behnken Design* untuk tiga faktor
(www.itl.nist.gov)

Perbedaan CCD dengan *Box-Behnken Design* adalah tidak ada *axial/star runs* pada rancangannya. Pada Tabel 2.4 menunjukkan perbedaan titik perlakuan antara CCD dengan *Box-Behnken Design* untuk 3 faktor. Perbedaan yang terlihat pada Tabel 2.4 adalah dari segi titik perlakuan dan juga jumlah perlakuan yang diberikan (Wibowo, 2008).

Box-Behnken Design pernah digunakan oleh Sumardi pada tahun 2018 untuk optimasi parameter proses pemesinan bubuk magnesium AZ31 menggunakan pahat putar dan udara dingin bertekanan. Sumardi memilih *Box-Behnken Design* karena cocok digunakan dalam optimasi yang menggunakan tiga variabel, memakai sampel dengan jumlah sedikit yaitu 15 variasi, dan langsung mampu memprediksikan nilai optimum.

Tabel 2.4 Contoh perbedaan CCD dengan *Box-Behnken Design* untuk 3 faktor

CCD				<i>Box-Behnken Design</i>			
Jumlah Ulangan	X1	X2	X3	Jumlah Ulangan	X1	X2	X3
1	-1	-1	-1	1	-1	-1	0
1	+1	-1	-1	1	+1	-1	0
1	-1	+1	-1	1	-1	+1	0
1	+1	+1	-1	1	+1	+1	0
1	-1	-1	+1	1	-1	0	-1
1	+1	-1	+1	1	+1	0	-1
1	-1	+1	+1	1	-1	0	+1
1	+1	+1	+1	1	+1	0	+1
1	$-\alpha$	0	0	1	0	-1	-1
1	α	0	0	1	0	+1	-1
1	0	$-\alpha$	0	1	0	-1	+1
1	0	α	0	1	0	+1	+1
1	0	0	$-\alpha$	3	0	0	0
1	0	0	α				
6	0	0	0				
Total Run = 20				Total Run = 15			

2.8 Karakterisasi

2.8.1 *X-Ray Fluorescence (XRF)*

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan suatu teknik analisa non-desktrufit untuk menentukan komposisi unsur suatu material. XRF memiliki kelebihan yaitu cepat, tidak merusak sampel dan mampu mengukur elemen dari Berilium hingga Uranium pada level *trace element*, bahkan dibawah level ppm. Eksitasi sinar-X primer yang berasal dari tabung X-Ray atau sumber radioaktif akan mengenai sampel, sinar-X kemudian diadsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana sinar-X diadsorpsi dengan mentransfer energi pada elektron yang terletak di kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar-X

primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit dalam sehingga menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan atom yang tidak stabil. Atom akan stabil kembali saat elektron dari kulit luar berpindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar-X tertentu (Fatimah, 2018).

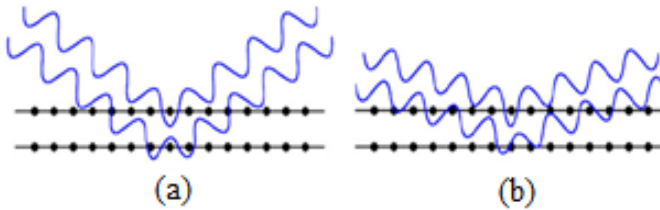
Tabel komposisi senyawa senyawa dari pasta baterai *dry cell* telah dilaporkan oleh M. Iman Hidayat pada tahun 2017, dapat dilihat pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Senyawa senyawa dari pasta baterai *dry cell*

Senyawa	Presentase (%)
MnO	60,82
ZnO	24,20
Cl	11,40
NiO	00,90
Lainnya	02,68

2.8.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction atau XRD adalah teknik nondestruktif untuk mengkarakterisasi bahan kristal. XRD memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal, dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran rata-rata partikel, kristalinitas, regangan, dan cacat kristal. Puncak difraksi sinar-X dihasilkan oleh interferensi konstruktif dari sinar monokromatik sinar-X yang tersebar pada sudut tertentu dari setiap rangkaian bidang kisi dalam sampel. Intensitas puncak ditentukan oleh distribusi atom dalam kisi (Setiabudi, dkk., 2012). Jika sinar-X yang mengenai permukaan bidang kristal Miller, maka sinar-X akan dihamburkan atau diteruskan ke lapisan bidang atom atau molekul lainnya. Sinar-X yang dihamburkan bersifat koheren dapat berinterferensi secara konstruktif atau dekonstruktif. Interferensi konstruktif dan interferensi dekonstruktif dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 (a) Interferensi konstruktif (b) Interferensi dekonstruktif
(Setiabudi, dkk., 2012)

Interferensi konstruktif terjadi apabila sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa. Dasar penggunaan sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan *Bragg*. Persamaan *Bragg* dapat dilihat pada Persamaan 2.7.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (2.7)$$

dimana :

- n = orde (1,2,3,...)
- λ = panjang gelombang sinar-X
- d = jarak antar bidang dalam kristal
- θ = sudut deviasi

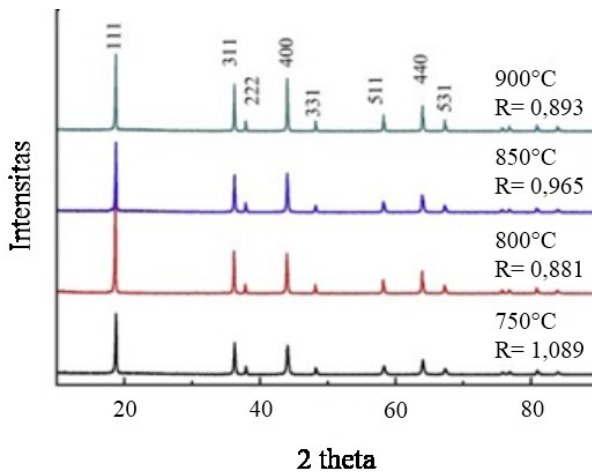
Komponen utama XRD yaitu tabung katoda (tempat terbentuknya sinar-X), sampel *holder* dan detektor. Data yang diperoleh dari XRD berupa intensitas difraksi sinar-X yang terdifraksi dan sudut-sudut 2θ . Tiap difraksi yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Widyawati, 2012). Ukuran partikel ditentukan melalui perhitungan nilai FWHM (*Full Width Half Maximum*) yang diperoleh dari persamaan *Scherer*. Persamaan *Scherer* dapat dilihat pada Persamaan 2.8.

$$D = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (2.8)$$

dimana :

- D = ukuran partikel
- λ = panjang gelombang sinar-X
- B = FWHM (*Full Width Half Maximum*)
- θ = sudut *Bragg* pada puncak difraksi

Difraktogram dari LiMn_2O_4 telah dilaporkan oleh Bao-Sheng Liu dkk., pada tahun 2015 dapat dilihat pada Gambar 2.7.



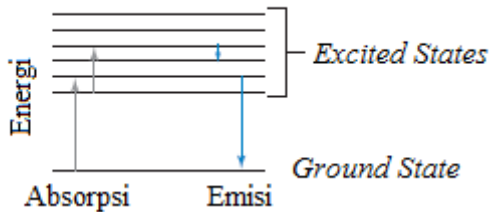
Gambar 2.7 Difraktogram LiMn_2O_4 pada suhu sintering berbeda

2.8.3 Atomic Absorption Spectrometry (AAS)

Atomic Absorption Spectrometry (AAS) adalah metode analisis secara kuantitatif unsur logam yang didasarkan pada penyerapan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu oleh atom unsur logam dalam fasa gas (Fernandez, dkk., 2018; Kartikasari, 2016). Atom logam dalam fasa gas yang menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu akan menghasilkan sinyal yang didapat diukur dan sebanding dengan konsentrasi atom logam (Fernandez, dkk., 2018). Metode ini

menggunakan nyala untuk mengubah logam dalam fasa larutan menjadi atom logam dalam fasa gas (Kartikasari, 2016).

AAS memiliki prinsip utama yaitu adsorpsi atom dan spektrofotometer (interaksi energi (cahaya) dengan materi). Atom dalam fasa gas akan mengalami transisi elektronik dari keadaan dasar (*ground state*) ke keadaan tereksitasi (*excited state*) karena atom mengabsorpsi energi (cahaya) pada panjang gelombang tertentu. Analisa AAS didasarkan pada pengukuran energi (cahaya) yang diabsorpsi atom hingga terjadi eksitasi. Energi (cahaya) yang diabsorpsi sebanding dengan jumlah atom yang mengabsorpsi. Jika atom mengabsorpsi energi (cahaya), maka elektron pada kulit terluar akan tereksitasi dari *ground state* ke *excited state*. Proses absorpsi energi (cahaya) oleh atom dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Atom mengabsorpsi energi sehingga elektron pada *ground state* akan tereksitasi ke keadaan *excited state* (Harris, 2007)

Energi (cahaya) dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada atom-atom dalam fasa gas mengakibatkan sebagian energi (cahaya) diabsorpsi oleh atom-atom. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi atom diturunkan dari *Hukum Lambert-Beer*. *Hukum Lambert* : bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi. *Hukum Beer* : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi

spesi yang menyerap sinar tersebut. Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu Persamaan 2.9:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c \quad (2.9)$$

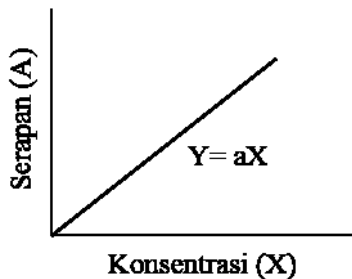
dimana:

ε = absorptivitas molar

b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = absorbansi



Gambar 2.9 Kurva kalibrasi larutan standar (Pradita, 2012)

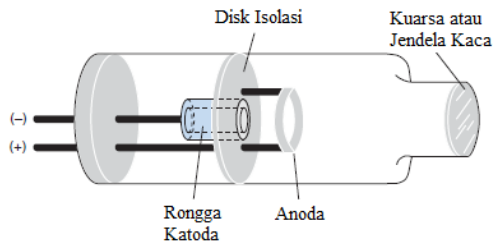
Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi energi (cahaya) berbanding lurus dengan konsentrasi atom. Konsentrasi atom dapat ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar. Kurva kalibrasi larutan standar dibuat dengan mengukur absorbansi masing-masing larutan standar dengan konsentrasi tertentu kemudian dihubungkan menjadi kurva dengan konsentrasi larutan standar sebagai sumbu-X dan absorbansi sebagai sumbu-Y (Pradita, 2012). Contoh kurva kalibrasi larutan standar dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Instrumen AAS terdiri dari beberapa bagian, yaitu:

a. Sumber Sinar

Sumber sinar yang umum digunakan adalah *Hollow Cathode Lamp* (HCL) atau lampu katoda berongga. Lampu ini terdiri dari

tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang dilapisi dengan logam tertentu (Kartikasari, 2016). Lampu ini diisi dengan gas mulia seperti Argon, Neon, Helium atau Krypton sampai tekanan maksimal 1 cmHg (Sari, 2010). Neon lebih sering digunakan karena memberikan intensitas pancaran lampu yang lebih rendah (Ainna, 2013). Tegangan pada anoda dan katoda dipasang sebesar ± 300 V dan melalui katoda dialirkan arus sebesar 10 mA. Katoda menjadi pijar dan mengakibatkan penguapan atom logam yang elektron-elektronnya mengalami eksitasi dalam rongga katoda. Lampu ini akan memancarkan emisi spektrum yang khas untuk logam bahan penyusun katoda (Sari, 2010). HCL dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 *Hollow Cathode Lamp* (HCL) (Harris, 2007)

b. Tempat Sampel

Dalam analisis dengan AAS, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral dalam fasa gas. Ada berbagai macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi atom-atom netral dalam fasa gas yaitu:

1) Nyala (*flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa cairan menjadi bentuk atom dalam fasa gas. Gas dan alat pembakar pada AAS dikenal dua jenis gas pembakar yang bersifat oksidasi dan bahan bakar. Gas pengoksidasi misalnya udara (O_2) atau campuran O_2 dan N_2O , sedangkan sebagai bahan bakar adalah gas alam,

propane, butane, asetilen, dan H₂. Gas pembakar dapat pula berupa campuran udara dengan propane, udara dengan asetilen (terbanyak dipakai), dan N₂O dengan asetilen (Sari, 2010). Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas-gas yang digunakan, misalkan untuk gas alam-udara suhunya sekitar 1700°C; asetilen-udara : 2200°C; dan gas asetilen-dinitrogen oksida (N₂O) sebesar 3000°C (Ainna, 2013).

2) Tanpa nyala

Teknik atomisasi dengan nyala (*flame*) dinilai kurang peka karena atom gagal mencapai nyala, tetesan sampel yang masuk ke dalam nyala terlalu besar dan proses atomisasi kurang sempurna. Oleh karena itu, munculah suatu teknik atomisasi yang baru yakni atomisasi tanpa nyala. Pengatoman dapat dilakukan dengan tungku dari grafit. Sejumlah sampel diambil sedikit (untuk sampel cair diambil hanya beberapa μ L, sementara sampel padat diambil beberapa mg), lalu diletakkan dalam tabung grafit, kemudian tabung tersebut dipanaskan dengan sistem listrik dengan cara melewatkan arus listrik pada grafit.

Akibat pemanasan ini, maka zat yang akan dianalisis berubah menjadi atom-atom netral dan pada fraksi atom ini dilewatkan suatu sinar yang berasal dari lampu katoda berongga sehingga terjadilah proses penyerapan energi sinar yang memenuhi kaidah analisis kuantitatif.

Sistem pemanasan dengan tanpa nyala ini dapat melalui 3 tahap, yaitu: pengeringan (*drying*), yang membutuhkan suhu relatif rendah; pengabuan (*ashing*) yang membutuhkan suhu yang lebih tinggi untuk menghilangkan matriks kimia dengan mekanisme volatilasi atau pirolisis; dan pengatoman (*atomising*) (Ainna, 2013).

c. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memisahkan dan memilih spektrum yang sesuai dengan panjang gelombang yang digunakan dalam analisis (Kartikasari, 2016). Monokromator merupakan suatu alat yang diletakkan diantara nyala dan detektor pada suatu rangkaian instrumentasi spektrophotometer serapan atom. Ada dua

jenis monokromator yang dipakai yaitu monokromator celah dan kisi difraksi (Sari, 2010).

d. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan (Kartikasari, 2016). Syarat yang harus dipenuhi oleh sebuah detektor adalah memiliki respon yang linear terhadap energi sinar dalam kawasan spektrum yang bersangkutan. Pada AAS detektor yang lazim dipakai adalah Detektor Tabung Pengadaan (*Photon Multiplier Tube Detector*, PMTD) (Sari, 2010).

e. *Amplifier*

Amplifier merupakan alat untuk memperkuat sinyal yang diterima dari detektor sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (*readout*) (Kartikasari, 2016).

f. *Readout*

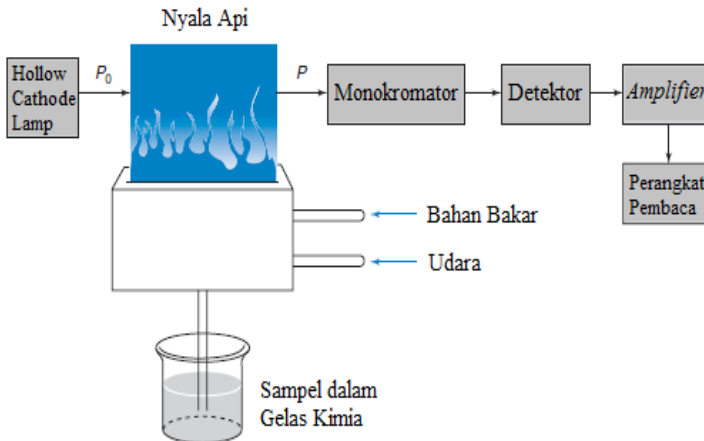
Readout merupakan alat penunjuk atau pencatat hasil. Hasil yang didapat berupa angka absorbansi atau berupa kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Kartikasari, 2016). Skema instrumen AAS dapat dilihat pada Gambar 2.11.

AAS memiliki beberapa kelebihan, yaitu:

- Sensitifitas tinggi, spesifik untuk unsur yang ditentukan (Kartikasari, 2016).
- Cepat dalam analisis, ketelitian tinggi, tidak memerlukan pemisahan (Ainna, 2013).

Selain kelebihan, AAS juga memiliki beberapa kekurangan, yaitu:

- Gangguan spektra, terjadi apabila panjang gelombang dari unsur yang dianalisis berimpit dengan panjang gelombang dari unsur lain yang terdapat dalam sampel yang diuji (Ainna, 2013).
- Lampu katoda yang digunakan pada AAS harus dibuat dengan unsur yang sejenis dengan unsur yang akan diteliti. Setiap unsur memiliki lampu katoda sendiri (Sari, 2010).

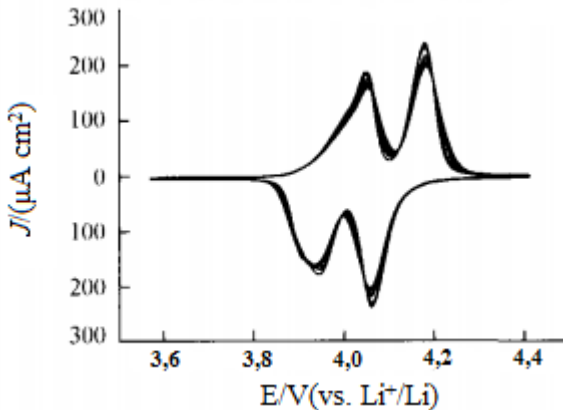


Gambar 2.11 Skema instrumen AAS (Harris, 2007)

2.8.4 Cyclic Voltammetry (CV)

Cyclic Voltammetry atau voltametri siklik adalah salah satu metode kualitatif yang sering digunakan dalam analisis elektroanalisis. Voltametri siklik digunakan untuk mempelajari proses redoks, kinetika heterogen pada reaksi transfer elektron dan reaksi kimia atau proses adsorpsi. Teknik ini didasarkan pada berbagai potensial yang diberikan pada elektroda dan selanjutnya berjalan baik ke arah kanan (oksidasi) dan ke arah kiri (reduksi) untuk beberapa *scan rate*, lalu diamati arusnya.

Voltammogram hasil pengukuran voltametri siklik memiliki dua puncak, yaitu puncak anodik dan puncak katodik. Reaksi oksidasi terjadi pada pengukuran dari potensial rendah ke potensial yang lebih tinggi. Sedangkan reaksi reduksi terjadi pada pengukuran dari potensial tinggi ke potensial rendah. Karakter puncak yang dihasilkan pada pengukuran disebabkan karena adanya pembentukan lapisan difusi yang berada pada permukaan elektroda (Tang, dkk., 2011). Voltammogram dari LiMn_2O_4 pada *scan rate* $20 \mu\text{V/s}$ dapat dilihat pada Gambar 2.12.

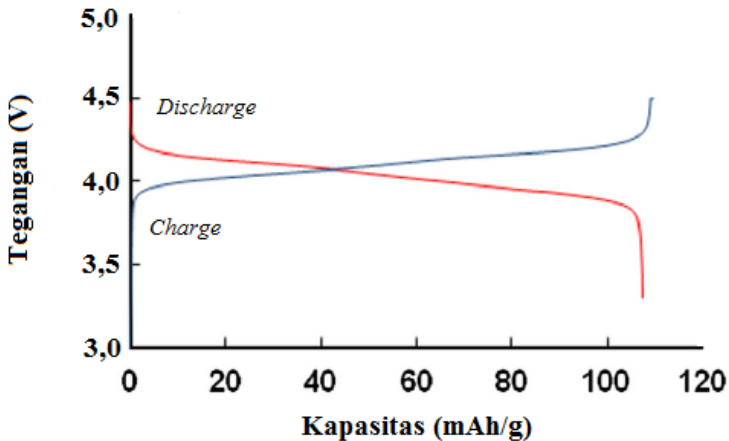


Gambar 2.12 Voltammogram LiMn_2O_4 (Quan-chao, dkk., 2008)

2.8.5 Charge-Discharge (CD)

Uji *charge-discharge* dilakukan untuk mendapatkan performasi sebuah baterai dan untuk mendapatkan kapasitas pada sel baterai. Performa baterai lebih diutamakan karena performa baterai yang bagus menjamin proses interkalasi dan deinterkalasi berjalan dengan baik.

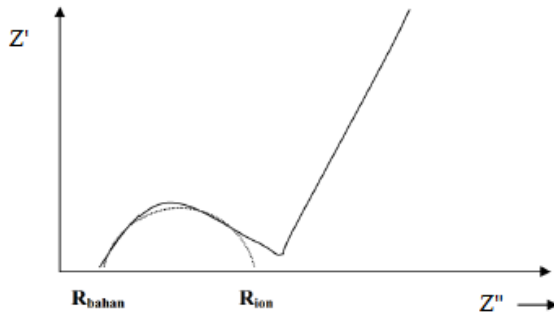
Kapasitas baterai yang dimaksud adalah besarnya energi listrik yang dapat dikeluarkan baterai pada waktu tertentu. Kapasitas baterai bergantung pada jenis aktif material yang digunakan dan kecepatan reaksi elektrokimia pada saat baterai di *charge* dan *discharge* serta luas kontak permukaan antar material aktif. Semakin besar jumlah ion yang berpindah ke anoda, maka semakin besar pula arus listrik yang dihasilkan saat *discharge* (Yuniarti, 2010). Kurva *charge-discharge* LiMn_2O_4 dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Kurva *charge-discharge* LiMn_2O_4 (Chae, dkk., 2013)

2.8.6 Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)

Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS) adalah teknik yang digunakan untuk mempelajari sifat elektrik dari sistem elektroda-elektrolit. EIS digunakan secara luas dalam bidang elektrokimia seperti baterai, sel bahan bakar (*fuel cell*) dan pelapisan material (*coating*) (Nasution, 2015). Pergerakan elektron dan ion dalam baterai ion lithium dapat diamati dengan metode EIS secara elektrokimia. Impedansi elektrokimia diukur dengan tegangan AC pada sebuah sel elektrokimia untuk mengukur arus listrik yang melalui sel (Kristanti, 2015). Arus massa dalam elektrolit dipengaruhi oleh besaran frekuensi, dimana kontrol kinetik sangat menonjol pada frekuensi tinggi. Arus akan dipengaruhi oleh transfer massa pada saat frekuensi rendah (Nasution, 2015). Data EIS berupa grafik yang diplot dengan nilai impedansi real (Z') pada sumbu-X dan nilai impedansi imajiner (Z'') pada sumbu-Y akan diperoleh grafik pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Hasil pengukuran impedansi komponen sel
(Nasution, 2015)

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas kimia, erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, alu dan mortar, oven, *furnace*, krusibel, *hot plate*, *magnetic stirrer*, pipet ukur, bola hisap, kaca arloji, spatula, gunting, tang, pinset, pipet tetes, termometer, timbangan analitik, dan sonikator. Penelitian ini juga menggunakan beberapa instrumen yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANalytical, *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical Xpert MPD, dan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) Shimadzu serta pengukuran *cyclic voltametry* dan *charge-discharge* dengan *Automatic Battery Cycler* WonAtech WBCS3000 LIPI Fisika Serpong.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi baterai *dry cell* bekas, lithium klorida (LiCl) 99,98% dari Sigma Aldrich, asam sulfat (H₂SO₄) 98% dari Smart-Lab, asam klorida (HCl) 37% dari Smart-Lab, glukosa, *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) 99,5% dari Sigma Aldrich, *polyvinyliden difluoride* (PVDF) dari Kynar Flex 28001-00, Super P dari Gellon, *Al Fol* dari *TOB Machine*, separator dari *TOB Machine*, lithium heksafluoroposfat (LiPF₆) komersial dalam pelarut EC/DEC (3/7), *coin cell* CR2032, aseton teknis, aquademin, dan kertas saring.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi dan Pengujian Kualitatif Pasta Baterai *Dry Cell* Bekas

Preparasi pasta baterai *dry cell* bekas dilakukan dengan cara membuka baterai *dry cell* bekas terlebih dahulu. Pasta baterai yang

diperoleh dioven pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar pelarut dan air dalam pasta baterai. Setelah dioven pasta baterai menjadi serbuk baterai. Serbuk baterai kemudian digerus dengan alu mortar dan diayak dengan ayakan ukuran 400 mesh. Karakterisasi serbuk baterai dengan XRF untuk mengetahui komposisi unsur dalam bentuk oksida yang ada pada serbuk baterai dan XRD dilakukan untuk mengetahui fasa pada serbuk baterai (Sayilgan, dkk., 2010).

3.2.2 Pelindian Mangan (IV) Oksida (MnO_2) dari Serbuk Baterai

Serbuk baterai yang didapat, dilindi dengan variasi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu. Variasi pelindian yang digunakan berdasarkan penelitian oleh Sadeghi, dkk., pada tahun 2016 yaitu dengan kondisi optimum konsentrasi 1,5 M H_2SO_4 , 0,05 gram/mL dan waktu 3 jam. Optimasi pelindian pada penelitian ini menggunakan metode RSM dengan *Box-Behnken Design* yang dapat digunakan untuk proses optimasi dengan tiga variabel kombinasi. Tiga variabel kombinasi ini meliputi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu. Level-level dari tiga variabel dikodekan dengan level rendah -1 hingga level tinggi 1 untuk mempermudah dalam perhitungan.

Tabel 3.1 Variasi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu dengan *Box-Behnken Design*

Level	Konsentrasi H_2SO_4 (M)	Massa Serbuk Baterai Primer (g)	Waktu (jam)
-1	1,0	0,5	2
0	1,5	1,0	4
1	2,0	1,5	6

Pelindian dilakukan pada suhu tetap 60°C dan 20 mL larutan H_2SO_4 konsentrasi 1,0/1,5/2,0 M dengan alat sonikator. Hasil

pelindian kemudian disaring untuk memisahkan residu dan filtrat. Residu yang didapat ditimbang dengan neraca analitik. Variasi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu dapat dilihat pada Tabel 3.1 dan *Box-Behnken Design* dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 *Box-Behnken Design*

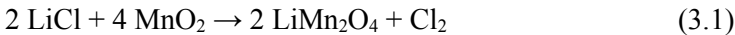
Konsentrasi H_2SO_4 (M)	Massa Serbuk Baterai Primer (g)	Waktu (jam)
-1	-1	0
1	-1	0
-1	1	0
1	1	0
-1	0	-1
1	0	-1
-1	0	1
1	0	1
0	-1	-1
0	1	-1
0	-1	1
0	1	1
0	0	0
0	0	0
0	0	0

3.2.3 Destruksi Residu Pelindian

Residu pelindian didestruksi basah dengan menggunakan HCl pekat dan glukosa sebagai reduktor. Destruksi dilakukan selama 5 jam pada suhu $60^\circ C$. Hasil destruksi ditambahkan aquademin hingga volume menjadi 100 mL. Hasil destruksi diuji dengan AAS untuk menentukan kadar logam Mn.

3.2.4 Sintesis Material Katoda Baterai Ion Lithium

Sintesis material aktif katoda untuk baterai ion lithium dilakukan dengan metode *solid state reaction* (SSR) didalam *furnace* pada suhu tinggi dengan prekursor LiCl (Sigma Aldrich) dan endapan yang berasal dari residu hasil pelindian. Kedua bahan ini digerus secara manual hingga homogen dengan perbandingan LiCl dan residu 2:4 sesuai dengan Persamaan 3.1.



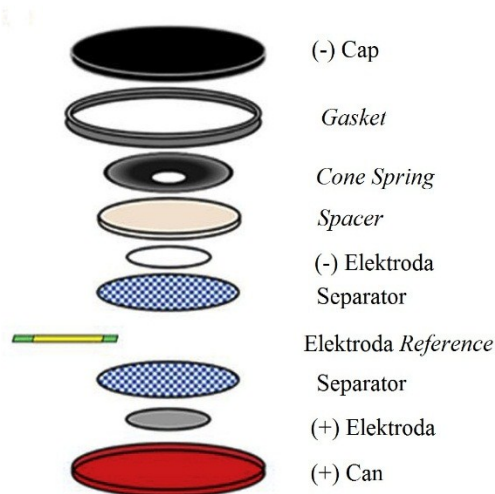
Campuran hasil penggerusan dikalsinasi pada suhu 750°C selama 4 jam dan dilanjutkan disinter pada suhu 900°C selama 6 jam untuk menghasilkan produk akhir material aktif katoda baterai ion lithium. Kalsinasi dan sintering dilakukan dengan aliran udara. Setelah disinter serbuk yang didapat didinginkan hingga suhu ruang dilanjutkan dengan pengerusan kembali dan diayak hingga lolos ayakan 400 mesh (Wigayati dan Purawardi, 2018).

3.2.5 Pembuatan *Coin ½ Cell*

Lembaran katoda dibuat terlebih dahulu sebelum *coin ½ cell* dirangkai. Lembaran katoda terbuat dari *slurry* yang dilapiskan pada *aluminium foil* sebagai *current collector*. *Slurry* dibuat dengan mencampurkan material aktif katoda, Super P, dan *polyvinyliden difluoride* (PVDF) sebagai pengikat dalam *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) sebagai pelarut dengan perbandingan 8:1:1. *Aluminium foil* yang telah terlapsi *slurry* dikeringkan pada suhu 80°C hingga kering. Lembaran katoda dipotong dengan bentuk lingkaran berdiameter 16 mm (Chen, dkk., 2016).

Coin ½ cell dirangkai pada *glove box* dengan aliran Argon. Tipe *coin cell* yang digunakan adalah CR2032 dan elektrolit yang digunakan adalah 1 M LiPF₆ dalam pelarut EC/DEC (3/7). *Coin ½ cell* dirangkai dengan urutan cap bawah - katoda - *separator* - *Li metal* - *spacer* - *wave spring* - can atas. Sebelum dan sesudah *coin cell* dipress diukur tegangan *coin cell*. *Coin ½ cell* yang telah

dirangkai didiamkan selama ± 3 jam agar tegangan konstan (Chen, dkk., 2016). Susunan *coin cell* CR2032 dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Susunan *coin cell* CR2032

3.2.6 Pengujian *Cyclic Voltametry* dan *Charge-Discharge*

Coin cell CR2032 yang telah dirangkai dan konstan diuji *cyclic voltametry* dan *charge-discharge* Automatic Battery Cycler WonAtech WBCS3000 LIPI Fisika Serpong. Uji *cyclic voltametry* dilakukan untuk menentukan nilai kapasitansi sel elektrokimia dari material karbon dengan *scan rate* dari tegangan awal sampai tegangan akhir. *Cyclic voltametry* digunakan sebagai pengatur aliran ion dalam proses perubahan sifat nanopartikel dan karakterisasi sifat potensial suatu bahan. Uji *charge-discharge* dilakukan untuk mengetahui performasi sebuah baterai dan didapatkan besar kapasitas sel baterai. Uji *cyclic voltametry* dilakukan pada *scan rate* $100 \mu\text{V/s}$ pada rentang tegangan 3,0 hingga 4,5 volt dan *charge-discharge* pada 0,1 C (Sasmita, 2015).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

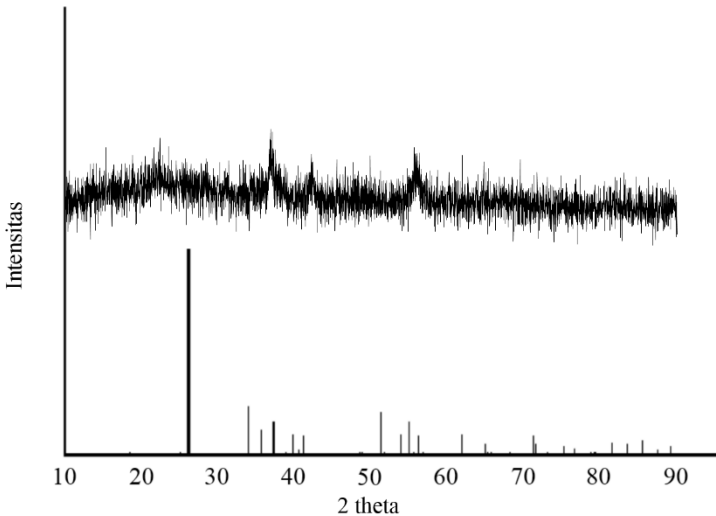
4.1 Hasil Uji Kualitatif Serbuk Baterai

Serbuk baterai diuji dengan XRF untuk mengetahui komposisi unsur dalam bentuk oksida dalam serbuk baterai. Serbuk baterai diuji dengan alat XRF *PANalytical* dengan kondisi pengujian pada suhu 19,8°C, kelembapan 49%, medium udara, dan energi sebesar 30KV selama 60 menit. Hasil XRF pada serbuk baterai menunjukkan Mn dalam bentuk oksida (MnO) memiliki presentase tertinggi sekitar 62,82%. Hasil keseluruhan unsur dalam bentuk oksida pada sampel dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil XRF serbuk baterai

Senyawa	Presentase (%)
MnO	62,82
ZnO	24,50
Cl	10,50
SiO ₂	00,60
Lainnya	01,58

Pengujian XRD dilakukan untuk meninjau jenis fasa dan komposisi yang terdapat pada serbuk baterai. Serbuk baterai diuji dengan XRD *PANalytical* Xpert MPD pada range sudut 0°-90°, tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Hasil XRD serbuk baterai dapat dilihat pada Gambar 4.1. Fasa MnO₂ pada serbuk baterai dapat dilihat pada puncak sudut 36,9101. Puncak-puncak sudut ini sesuai dengan JCPDS 00-041-1379 yang dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram serbuk baterai dan standar XRD MnO_2

4.2 Pelindian Limbah Serbuk Baterai

Pelindian dilakukan dengan sonikator, suhu tetap 60°C dan volume H_2SO_4 20 mL. Tujuan proses pelindian ini adalah untuk melarutkan ZnO dan senyawa selain MnO pada serbuk baterai dimana ZnO dan senyawa lain selain MnO dianggap sebagai pengotor pada serbuk baterai. Reaksi proses pelindian ini dapat dilihat pada Persamaan 2.5. Setelah pelindian dilakukan residu dan filtrat dipisahkan dengan cara disaring. Optimasi pelindian pada penelitian ini menggunakan metode RSM dengan *Box-Behnken Design* yang dapat digunakan untuk proses optimasi dengan tiga variabel kombinasi. Tiga variabel kombinasi ini meliputi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H_2SO_4 , dan waktu yang dapat dilihat pada Tabel 4.2. Residu ditimbang massanya dengan neraca analitik untuk mengetahui %recovery. Grafik dari %recovery dapat dilihat pada Gambar 4.2, Gambar 4.3, dan Gambar 4.4.

Tabel 4.2 Variasi massa serbuk baterai *dry cell*, konsentrasi H₂SO₄ dan waktu serta hasil rekovert

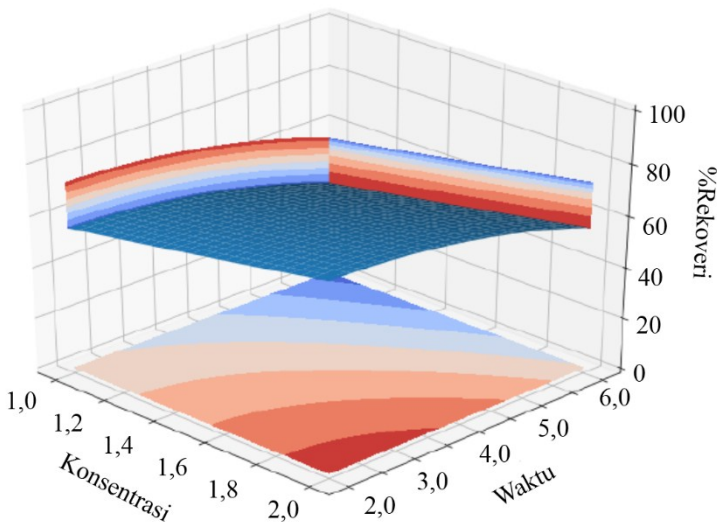
No.	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	<i>Solid/Liquid</i> (mg/mL)	Waktu (jam)	rekovert (%)
1	1,00	25,4	4	61,9929
2	2,00	25,5	4	83,1304
3	1,00	75,5	4	38,1264
4	2,00	75,1	4	47,6964
5	1,00	50,4	2	58,1540
6	2,00	51,3	2	47,6599
7	1,00	51,0	6	44,7887
8	2,00	50,2	6	35,9140
9	1,50	25,0	2	79,3552
10	1,50	74,8	2	52,2012
11	1,50	24,9	6	51,1628
12	1,50	75,1	6	35,9720
13	1,50	50,2	4	56,8012
14	1,50	50,4	4	46,2195
15	1,50	50,3	4	53,3227

Plot data hasil rekovert dengan variabel menghasilkan suatu persamaan. Persamaan dapat dilihat pada Persamaan 4.1.

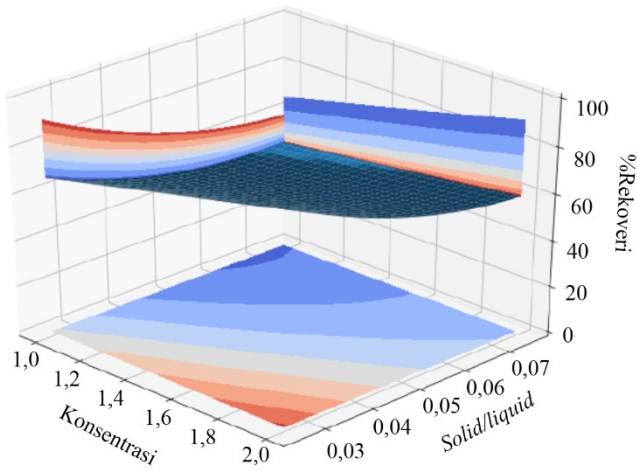
$$Y = 86,7043 + 26,1940x_0 + (-1442,2769x_1) + 0,7061x_2 + (-3,9213x_0^2) + (-242,7117x_0 x_1) + 0,1888x_0 x_2 + 10390x_1^2 + 63,4997x_1 x_2 + (-1,0702x_2^2) \quad (4.1)$$

Pada Gambar 4.2 diplot grafik variabel independen konsentrasi dan waktu dengan variabel respon %rekovert, menunjukkan %rekovert optimum pada rentang konsentrasi 1,8 M hingga 2,0 M dan waktu pada rentang 2,0 jam hingga 4,0 jam sehingga

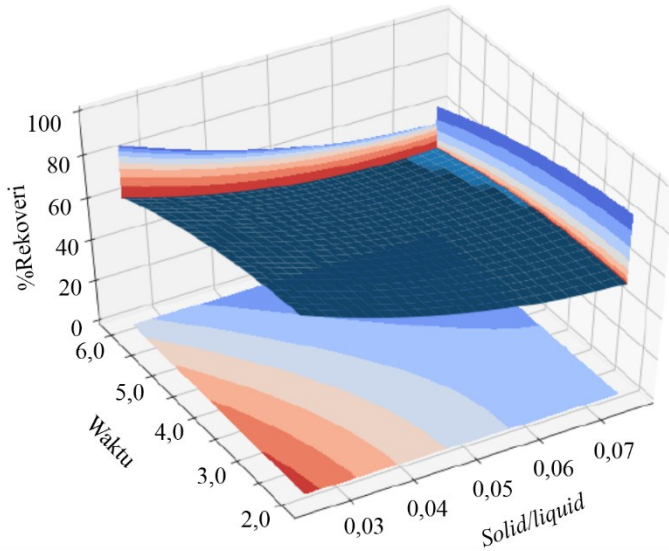
membentuk respon pelana. Pada Gambar 4.3 diplot grafik variabel independen konsentrasi dan *solid/liquid* dengan variabel respon %recovery, menunjukkan %recovery optimum pada rentang konsentrasi pada rentang 1,8 M hingga 2,0 M dan *solid/liquid* 0,00 hingga 0,03 gram/mL sehingga membentuk respon pelana. Pada Gambar 4.4 diplot grafik variabel independen waktu dan *solid/liquid* dengan variabel respon %recovery, menunjukkan %recovery optimum pada rentang waktu 2,0 hingga 3,0 jam dan *solid/liquid* pada rentang 0,00 hingga 0,03 gram/mL sehingga membentuk respon pelana. %recovery paling tinggi dari pelindian berdasarkan Gambar 4.2, Gambar 4.3, dan Gambar 4.4 dengan variasi konsentrasi H_2SO_4 , *solid/liquid* L dan waktu adalah 2,0 M, 0,025 gram/mL dan 2 jam.



Gambar 4.2 %recovery terhadap konsentrasi dan waktu



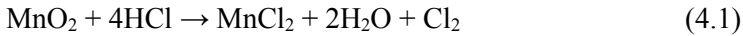
Gambar 4.3 %recovery terhadap konsentrasi dan *solid/liquid*



Gambar 4.4 %recovery terhadap waktu dan *solid/liquid*

4.3 Destruksi Residu Hasil Pelindian dan Uji AAS Hasil Destruksi

Pada penelitian ini destruksi dengan larutan HCl pekat dan glukosa sebagai agen pereduksi. Destruksi dilakukan selama 5 jam pada suhu 60°C. Hasil destruksi disaring dan didapat filtrat berwarna bening dan residu. Filtrat ditambah dengan aquademin hingga volume larutan menjadi 100 mL. Reaksi destruksi residu hasil pelindian dapat dilihat pada Persamaan 4.1.



AAS dilakukan untuk mengetahui kadar Mn dalam residu pelindian. AAS mengukur filtrat hasil destruksi untuk menentukan kadar Mn didalamnya. Hasil AAS berupa absorbansi yang kemudian dikonversi kedalam konsentrasi (ppm) dengan bantuan kurva kalibrasi larutan standar. Kurva kalibrasi larutan standar Mn didapat dengan cara mengukur absorbansi larutan standar Mn dengan konsentrasi 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; dan 4,0 M.

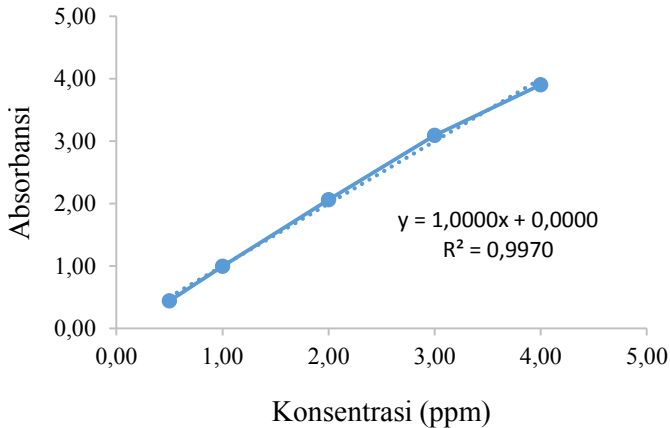
Absorbansi yang didapat dihubungkan menjadi kurva dengan konsentrasi larutan standar sebagai sumbu-X dan absorbansi sebagai sumbu-Y. Kurva kalibrasi yang dihubungkan menunjukkan persamaan $y=1,0000x+0,0000$ dengan $R^2=0,9970$. Absorbansi sampel residu kemudian dimasukkan kedalam persamaan tersebut untuk mengetahui kadar Mn. Kurva larutan standar Mn dapat dilihat pada Gambar 4.5. Hasil destruksi menunjukkan %MnO₂ paling tinggi pada variasi konsentrasi H₂SO₄, *solid/liquid* dan waktu adalah 1,0 M, 0,25 gram/mL dan 4 jam yaitu sebesar 95,07% yang dapat dilihat pada Tabel 4.3. Variasi H₂SO₄, *solid/liquid* dan waktu pada 1,0 M, 0,25 gram/mL dan 4 jam menunjukkan pengotor paling sedikit dibanding dengan variasi lain. Variasi ini selanjutnya dipakai untuk memurnikan MnO₂ dalam limbah serbuk baterai.

Tabel 4.3 Kadar MnO₂ pada residu hasil pelindian

No.	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	<i>Solid/Liquid</i> (mg/mL)	Waktu (jam)	MnO ₂ (%)
1	1,00	25,4	4	95,0658
2	2,00	25,5	4	68,2836
3	1,00	75,5	4	67,9872
4	2,00	75,1	4	78,2541
5	1,00	50,4	2	69,8487
6	2,00	51,3	2	81,4000
7	1,00	51,0	6	84,8745
8	2,00	50,2	6	81,6462
9	1,50	25,0	2	74,8015
10	1,50	74,8	2	69,1497
11	1,50	24,9	6	65,1448
12	1,50	75,1	6	54,3595
13	1,50	50,2	4	61,4901
14	1,50	50,4	4	61,0517
15	1,50	50,3	4	61,9139

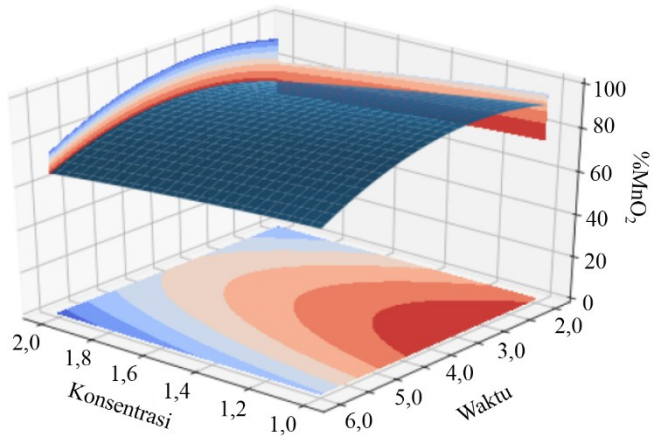
Plot data hasil %MnO₂ dengan variabel menghasilkan suatu persamaan. Persamaan dapat dilihat pada Persamaan 4.2.

$$Y = 61,1456 + (-14,6449x_0) + 459,7135x_1 + 22,4600x_2 + (-3,7022x_0)^2 + 24,7411x_0 x_1 + 2,5739x_0 x_2 + (-1196,6930x_1^2) + (-118,3609x_1 x_2) + (-2,8813x_2^2) \quad (4.2)$$

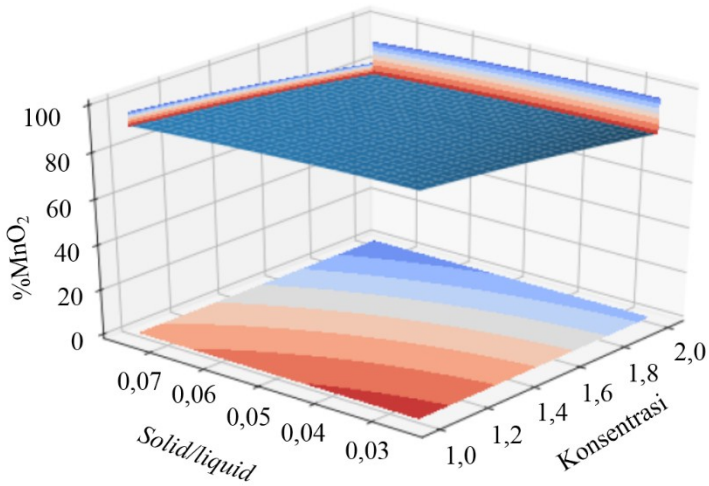


Gambar 4.5 Kurva kalibrasi Standar Mn

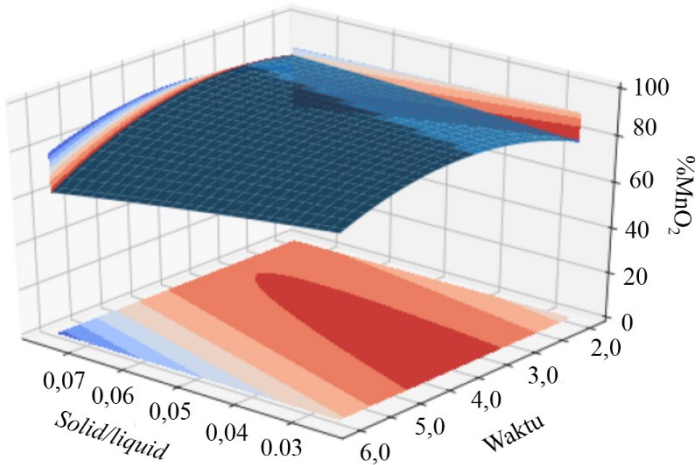
Pada Gambar 4.6 diplot grafik variabel independen konsentrasi dan waktu dengan variabel respon $\%MnO_2$, menunjukkan $\%MnO_2$ optimum pada rentang konsentrasi 1,0 M hingga 1,2 M dan waktu pada rentang 2,0 jam hingga 4,0 jam sehingga membentuk respon maksimum. Pada Gambar 4.7 diplot grafik variabel independen *solid/liquid* dan konsentrasi dengan variabel respon $\%MnO_2$, menunjukkan $\%MnO_2$ optimum pada rentang *solid/liquid* 0,00 hingga 0,04 gram/mL dan konsentrasi pada rentang 1,0 M hingga 1,2 M sehingga membentuk respon pelana. Pada Gambar 4.8 diplot grafik variabel independen *solid/liquid* dan waktu dengan variabel respon $\%MnO_2$, menunjukkan $\%MnO_2$ optimum pada rentang *solid/liquid* pada rentang 0,03 hingga 0,06 gram/mL dan waktu 3,0 hingga 5,0 jam dan sehingga membentuk respon maksimum. $\%MnO_2$ paling tinggi dari pelindian berdasarkan Gambar 4.6, Gambar 4.7, dan Gambar 4.8 dengan variasi konsentrasi H_2SO_4 , *solid/liquid* L dan waktu adalah 1,0 M, 0,25 gram/mL dan 4 jam.



Gambar 4.6 %MnO₂ terhadap konsentrasi dan waktu



Gambar 4.7 %MnO₂ terhadap *solid/liquid* dan konsentrasi



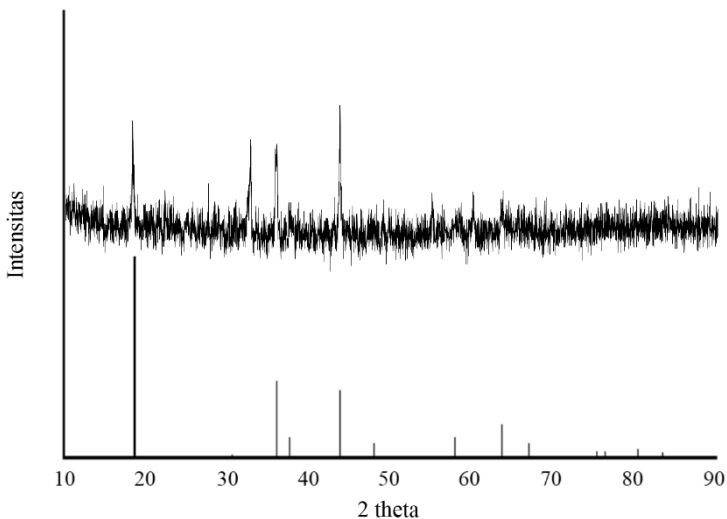
Gambar 4.8 %MnO₂ terhadap *solid/liquid* dan waktu

4.4 Sintesis LiMn₂O₄

Sintesis LiMn₂O₄ dilakukan dengan mencampurkan residu hasil pelindian optimum sebagai sumber Mn dengan LiCl sebagai sumber Li. Residu hasil pelindian optimum berwarna hitam dan LiCl berbentuk serbuk berwarna putih. Kedua bahan tersebut dicampurkan dengan perbandingan mol MnO₂ : LiCl (2 : 1). MnO₂ sebanyak 2,5029 gram (0,0288 mol) dicampurkan dengan 0,6221 gram (0,0146 mol) LiCl dan digerus hingga homogen. Campuran hasil penggerusan dikalsinasi pada suhu 750°C selama 4 jam dan dilanjutkan disinter pada suhu 900°C selama 6 jam untuk menghasilkan produk akhir material aktif katoda baterai ion lithium. Hasil akhir merupakan serbuk berwarna hitam dan tidak berbau. Reaksi sintesis LiMn₂O₄ dapat dilihat pada Persamaan 3.1.

LiMn₂O₄ yang telah disintesis dikarakterisasi XRD. Pengujian XRD dilakukan untuk meninjau jenis fasa dan komposisi yang terdapat pada LiMn₂O₄. LiMn₂O₄ diuji dengan XRD PANalytical

Xpert MPD pada range sudut 0° - 90° , tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Hasil XRD serbuk baterai dapat dilihat pada Gambar 4.6. Fasa LiMn_2O_4 dapat dilihat pada puncak sudut pada 18,2608; 35,9105; dan 37,6301. Puncak-puncak sudut ini sesuai dengan JCPDS 00-035-0782 yang dapat dilihat pada Gambar 4.9.



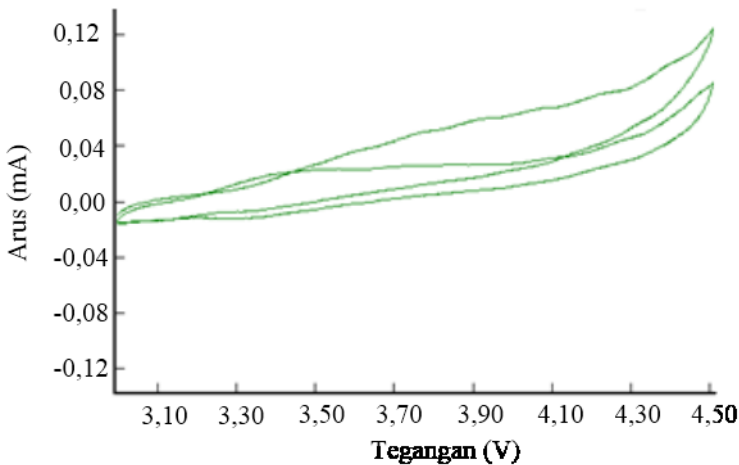
Gambar 4.9 Difraktogram LiMn_2O_4

4.5 Karakterisasi Elektrokimia

4.5.1 Cyclic Voltametry

Uji *cyclic voltametry* dilakukan dengan *Automatic Battery Cycler* WonAtech WBCS3000 Korea dan bertujuan untuk melihat adanya reaksi oksidasi dan reduksi yang terbentuk pada sampel. Data yang diperoleh berupa voltamogram, yaitu kurva tegangan (V) terhadap arus (mA). Pengujian ini dilakukan pada rentang tegangan 3 hingga 4,5 V dengan *scan rate* 100 $\mu\text{V/s}$. Voltamogram

hasil uji *cyclic voltametry* dapat dilihat pada Gambar 4.10. Pada voltammogram belum terlihat pasangan puncak oksidasi reduksi secara jelas. Pasangan puncak oksidasi reduksi berada diantara tegangan 3,3 hingga 4,3 V. Puncak-puncak reaksi oksidasi reduksi berkaitan dengan interkalasi dan de-interkalasi ion lithium pada LiMn_2O_4 .

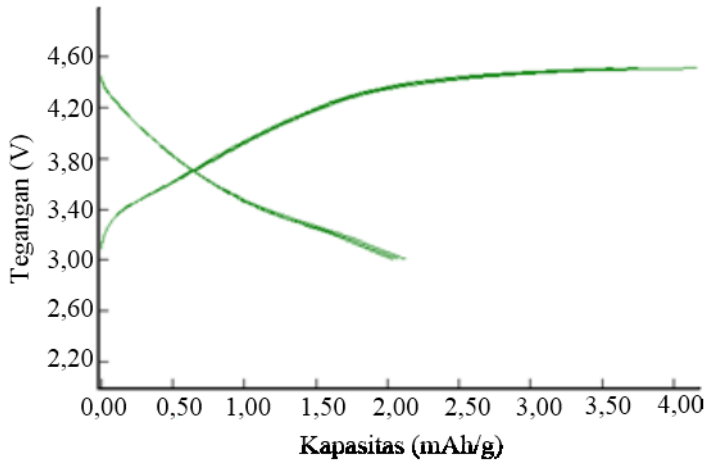


Gambar 4.10 Voltammogram hasil *cyclic voltametry*

4.5.2 Charge-Discharge

Uji *charge-discharge* dilakukan dengan *Automatic Battery Cycler* WonAtech WBCS3000 LIPI Fisika Serpong dan bertujuan untuk mengetahui kemampuan sel baterai menyimpan kapasitas energi. Kapasitas energi dinyatakan dalam satuan mAh/g. Pengukuran *charge-discharge* dilakukan dengan arus konstan sebesar 0,1 C dengan rentang tegangan 3,0 hingga 4,6 V. Pengujian dilakukan sebanyak 3 *cycle*. Satu *cycle* berarti sama dengan satu kali proses *charge* dan satu kali proses *discharge*. Hasil uji *charge-discharge* dapat dilihat pada Gambar 4.11. Pada *cycle* pertama kapasitas *charge-discharge* berturut-turut adalah 4,12 mAh/g dan

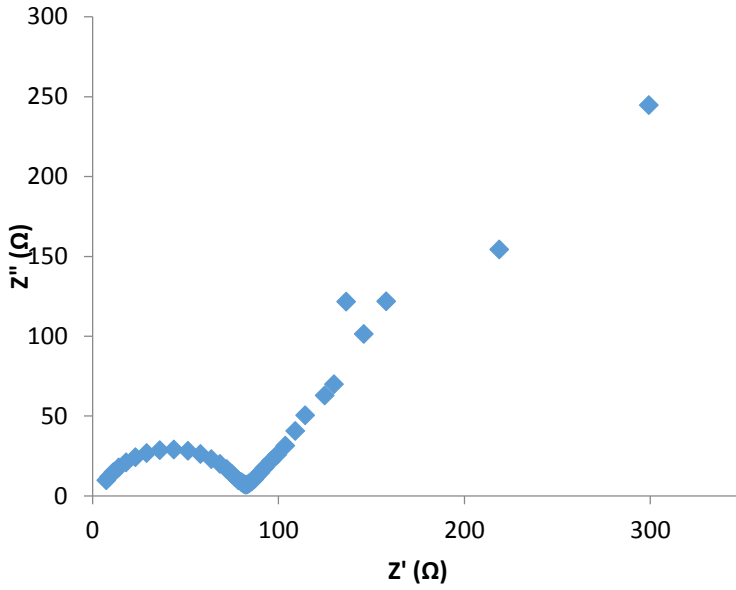
2,12 mAh/g, pada *cycle* kedua 3,75 mAh/g dan 2,06 mAh/g serta pada *cycle* ketiga 3,58 mAh/g dan 2,04 mAh/g.



Gambar 4.11 Kurva *charge-discharge*

4.5.3 *Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)*

Data yang didapat dari *Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)* ditampilkan dalam kurva *cole-cole plot* dimana sumbu-X adalah tahanan *real* (Z') sedangkan sumbu-Y adalah nilai tahanan dalam bilangan imajiner (Z''). Data EIS akan memperlihatkan apakah telah membentuk kurva dengan baik. Hasil yang baik akan membentuk pola busur setengah lingkaran (*semicircle*). Daerah setengah lingkaran menunjukkan terjadinya proses perpindahan ion-ion. Gambar 4.12 adalah *cole-cole plot* dari LiMn_2O_4 yang telah disintesis. Kurva *cole-cole plot* menunjukkan R_e sebesar $7,2307 \Omega$ dan R_{ct} $82,4730 \Omega$.



Gambar 4.12 Kurva *cole-cole plot* LiMn_2O_4

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Material katoda baterai ion lithium (LiMn_2O_4) telah disintesis dengan prekursor LiCl sebagai sumber Li dan MnO_2 dari limbah baterai *dry cell* sebagai sumber Mn . Pelindian limbah baterai *dry cell* dengan metode RSM *Box-Behnken Design* menunjukkan nilai optimum %recovery pada massa serbuk baterai 0,5 gram, konsentrasi H_2SO_4 2,0 M sebanyak 20 mL, selama 2 jam. Destruksi hasil pelindian menunjukkan nilai optimum % MnO_2 pada massa serbuk baterai 0,5 gram, konsentrasi H_2SO_4 1,0 M sebanyak 20 mL, selama 4 jam. Hasil XRD menunjukkan kurang terbentuknya LiMn_2O_4 dan mempengaruhi performa baterai. Uji *cyclic voltammetry* pada baterai dengan katoda LiMn_2O_4 menunjukkan pasangan puncak oksidasi reduksi berada diantara tegangan 3,3 hingga 4,3 V. Hasil uji *charge-discharge* LiMn_2O_4 4,12 mAh/g dan 2,12 mAh/g dengan efisiensi 50,97%.

5.2 Saran

Penelitian ini memerlukan metode lain untuk mensintesis LiMn_2O_4 dari prekursor LiCl sebagai sumber Li dan MnO_2 dari limbah baterai *dry cell* sebagai sumber Mn , prekursor Li dapat diganti dengan Li_2CO_3 atau LiOH , dan hasil sintesis perlu didopping dengan logam untuk meningkatkan kapasitas dan stabilitas.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Ainna, R.N., 2013, "Analisis Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dalam Air Sungai Kelay Kabupaten Berau Kalimantan Timur dengan Metode Spektroskofotometri Serapa Atom (SSA)", Skripsi, Makassar: Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
- Amin-Sanayei, R., dan He, W., 2015, "Application of Polyvinylidene Flouride Binders in Lithium-Ion Battery", *Elsevier Inc. All rights reserved.*
- Aziz, N.A.A., Abdullah, T.K., dan Mohamad, A.A., 2016, "Synthesis of LiCoO_2 Prepared by Sol-Gel Method", *Procedia Chemistry*, **19**: 861-864.
- Bernandes, A.M., Espinosa, D.C.R., dan Tenorio, J.A.S., 2004, "Recycling of batteries: a review of current processes and technologies", *Journal of Power Sources*, **130**: 291-298.
- Bramantyo, R.C., dan Soedarsono, J.W.M., 2014, "Studi Pengaruh Konsentrasi Larutan Pelindi dan Suhu Elektrowinning terhadap Perolehan Kembali Seng dari Dross Seng dengan Metode Hidroelektrometalurgi", *FT UI*.
- Burheim, 2017, "Secondary Batteries", *Engineering Energy Storage*.
- Candani, D., Ulfah, M., Noviana, W., dan Zainul, R., 2107, "Pemanfaatan Teknologi Sonikasi", Review, Padang: Universitas Negeri Padang.
- Chae, C., Park, H., Kim, D., Kim, J., dan Oh, E.S., 2013, "A Li-ion battery using LiMn_2O_4 cathode and MnOx/C anode", *Journal of Power Sources*, **224**: 214-221.
- Chang, C.C, dan Kumta, P.N., 2005, "Mechanochemical synthesis of LiNiO_2 ", *Materials Science and Engineering B*, **116**: 341-345.
- Chen, P., Wu, H., Huang, S., dan Zhang, Y., 2016, "Template synthesis and lithium storage performances of hollow

- spherical LiMn_2O_4 cathode materials”, *Ceramics International*.
- Fadilah, S., Rahmawati, R., dan M.Pkim, 2015, “Pembuatan Biomaterial dari Limbah Kulit Pisang (*Musa Paradisiaca*)”, *Prosiding Simposium Nasional Inovasi dan Pembelajaran Sains 2015 (SNIPS 2015)*, Bandung: 8 dan 9 Juni 2015. 45-48.
- Fatimah, S., 2018, “Identifikasi Kandungan Unsur Logam menggunakan XRF dan OES sebagai Penentu Tingkat Kekerasan Baja Paduan”, Skripsi, Yogyakarta: UNY.
- Faulina, R., Andari, S., dan Anggraeni, D., 2011, “Response Surface Methodology (RSM) dan Aplikasinya”, Makalah, Surabaya: ITS.
- Fergus, J.W., 2010, “Recent developments in cathode materials for lithium ion batteries”, *Journal of Power Sources*, **195**: 939-954.
- Fernandez, B., Lobo, L., dan Pereiro, R., 2018, “Atomic Absorption Spectrometry: Fundamentals, Instrumentation and Capabilities”, *Elsevier Inc. All rights reserved*.
- Harris, D.C., 2007, “Quantitative Chemical Analysis”, New York: W.H. Freeman and Company.
- Hasan, S.Z., Othman, M.R., dan Yusop, M.R., 2017, “Sintesis MnO_2 Nanobunga Poros Menggunakan Templat Silika-Aptes”, *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, **21**(6):1276-1288.
- <https://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri336.htm?fbclid=IwAR1ADSvbXrff9DTy03DQVvcFfypZDLSwY72KFNBINznyZitvQkr4SjyPv8> diakses pada tanggal 13 Juni 2019 pukul 19.15 WIB.
- Hudaya, C., 2011, “Peranan Riset Baterai Sekunder dalam Mendukung Penyediaan Energi Bersih di Indonesia 2025”, Tesis, Korea: Korea Institute of Science and Technology (KIST).

- Ji, J., Liu, F., Hashim, N.A., Abed, M.R.M., dan Li, K., 2015, "Poly(vinylidene fluoride) (PVDF) Membranes for Liquid Separation", *Reactive and Functional Polymers*.
- Jubaedah, E., dan Budiman, A.H., 2013, "Kajian Roadmap Pengembangan Energy Storage untuk Smart Grid System", Jakarta: PTKKE-BPPT.
- Kartikasari, M., 2016, "Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel (*Pylus Malus L.*) dengan Metode Destruksi Basah secara Spektrometri Serapan Atom", Skripsi, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Kristanti, M., 2015, "Pembuatan Lembaran Katoda $\text{LiFe}_{0,7}\text{Mn}_{0,2}\text{Ni}_{0,1}\text{PO}_4/\text{C}$ dengan Variasi Suhu Pengeringan", Skripsi, Medan: USU.
- Kristianingrum, S., 2012, "Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya", *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*, Yogyakarta: 2 Juni 2012. K195-K202.
- Kurzweil, P., dan Brandt, K., 2019, "Overview of rechargeable lithium battery systems", *electrochemical Power Sources: Fundamentals, Systems, and Applications*.
- Linden, D., 1994, "*Handbook of Batteries second edition*", New York: McGraw Hill.
- Liu, B.S., Wang, Z.B., Zhang, Y., Yu, F.D., Xue, Y., Ke, K., dan Li, F.F., 2015, "Preparation of submicrocrystal LiMn_2O_4 used Mn_3O_4 as precursor and its electrochemical performance for lithium ion battery", *Journal of Alloys and Compounds*, **622**: 902-907.
- Liu, L., Tian, F., Zhou, M., Guo, H., dan Wang, X., 2012, "Aqueous rechargeable lithium battery based on polyaniline and LiMn_2O_4 with good cycling performance", *Electrochimica Acta*, **70**: 360-364.
- Lundgren, C.A., Xu, K., Jow, T.R., Allen, J., dan Zhang, S.S., 2017, "Lithium-Ion Batteries and Materials", Japan: Springer Science.

- Maharani, S., 2015, "Pengaruh Variasi Waktu dan Suhu Pencampuran serta Suhu Pengeringan pada Lembar Katoda LiFePO_4 terhadap Kapasitas Baterai ion Lithium", Skripsi, Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Marfuatun, 2011, "Membran Elektrolit untuk Aplikasi Baterai Ion Lithium", *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*, Yogyakarta: 14 Mei 2011. K183-K188.
- Matsuyama, H., Rajabzadeh, S., Karkhanechi, H., dan Jeon, S., 2017, "PVDF Hollow Fibers Membranes", *Elsevier B.V. All rights reserved*.
- Mckeen, 2016, "Solvent Systems", *Elsevier B.V. All rights reserved*, 107-118.
- Nasution, K., 2015, "Pembuatan Lembaran Katoda $\text{LiFe}_{0.9}\text{Ni}_{0.1}\text{PO}_4/\text{C}$ dengan Variasi Suhu Pengeringan", Skripsi, Medan: USU.
- Ni'mah S.M., 2016, "Pelapisan Bahan Anoda Grafit Menggunakan Citric Acid dengan Variasi Temperatur Sintering untuk Meningkatkan Performa Baterai Ion Lithium" Skripsi, Malang: Universitas Islam Negeri Maulan Malik Ibrahim.
- Peifeng, Z., Huiqing, F., Yunfei, F., Zhuo, L., dan Yongli, D., 2006, "Synthesis and electrochemical properties of sol-gel derived LiMn_2O_4 cathode for lithium-ion batteries", *Rare Metals*, **25**: 100-104.
- Pradita, E.N., 2012, "Pengaruh Jenis Asam Pendestruksi terhadap Kadar Logam Nikel Total dan Kromium Total pada Lumpur Limbah Industri Pelapisan Logam", Skripsi, Yogyakarta: UNY.
- Prosini, P.P., Carewska, M., dan Pasquali, M., 2016, "Synthesis of microcrystalline LiFePO_4 in air", *Solid State Ionics*, **286**: 66-71.
- Quan-chao, Z., Xiao-yong, F., Jin-mei, X., dan Guo-zhen, W., 2008, "Impedance Studies of Spinel LiMn_2O_4

- Electrode/Electrolyte Interface”, *Chem. Res. Chinese Universities*, **24**(4): 511-515.
- Ripp, C., Hambitzer, G., Zinck, L., dan Borck, M., 2009, “Inorganic Electrolyte Batteries”, *Elsevier B.V. All rights reserved*, 383-392.
- Rodiana, Y., Maulana, H., Masitoh, S., dan Nurhasni, 2013, “Pengkajian Metode untuk Analisis Total Logam Berat dalam Sedimen menggunakan Microwave Digestion”, *Ecolab*, **7**(2): 71-80.
- Ruiz, V., Pfrang, A., Kriston, A., Omar, N., Bossche, P.V.D., dan Boon-Brett, L., 2017, “A review of international abuse testing standards and regulations for lithium ion batteries in electric and hybrid electric vehicles”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*.
- Sadeghi, S.M., Vanpeteghem, G., Neto, I.F.F., dan Soares, H.M.V.M., 2016, “Selective leaching of Zn from spent alkaline batteries using environmentally friendly approaches”, *Waste Management*.
- Sari, N.K., 2010, “Analisa Instrumentasi”, Klaten: Yayasan Humaniora.
- Sari, T.M., 2015, “Pengaruh Komposisi dan Ketebalan Katoda LiMn_2O_4 (Lithium Mangan Oksida) pada Kapasitas Baterai Ion Lithium”, Skripsi, Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Sasmita, W., 2015, “Pembuatan Serbuk LiBOB (Lithium Bis(Oxalato) Borate) sebagai Elektrolit Baterai Lithium dengan Variasi Temperatur Pemanasan”, Skripsi, Medan: USU.
- Sayilgan, E., Kukrer, T., Yigit, N.O., Civelekoglu, G., dan Kitis, M., 2010, “Acidic leaching and precipitation of zinc and manganese from spent battery powders using various reductants”, *Journal of Hazardous Materials*, **173**: 137-143.
- Setiabudi, A., Hardian, R., dan Mudzakir, A., 2012, “Karakterisasi Material Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia”, Bandung: UPI Press.

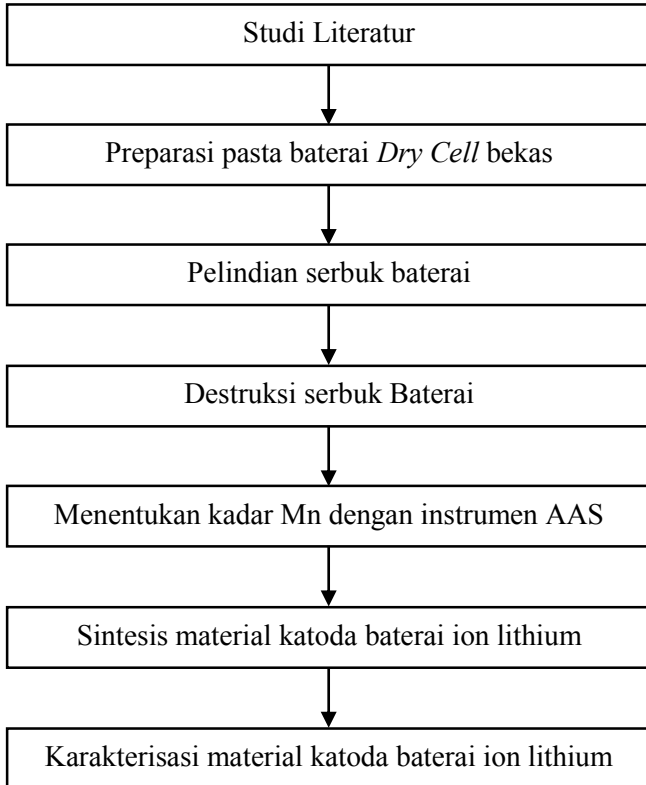
- Sevani, R., 2016, “Penetapan Kadar Tembaga (Cu) pada Saus Cabai dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)”, Skripsi, Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Siczek, K.J., 2019, “Chapter Two – Introduction to Lithium-Sulfur Batteries”, *Next-Generation Batteries with Sulfur Cathodes*, 5-13.
- Sobianowska-Turek, A., Szczepaniak, W., Maciejewski, P., dan Gawlik-Kobylinska, M., 2016, “Recovery of zinc and manganese, and other metals (Fe, Cu, Ni, Co, Cd, Cr, Na, K) from Zn-MnO₂ and Zn-C waste batteries: hydroxyl and carbonate co-precipitation from solution after reducing acidic leaching with use of oxalic acid”, *Journal of Power Sources*, **235**:220-228.
- Sumardi, O., 2018, “Aplikasi Box-Behnken untuk Optimasi Parameter Proses Pemesinan Bubut Magnesium AZ31 menggunakan Pahat Putar dan Udara Dingin bertekanan”, Skripsi, Bandar Lampung: Unila.
- Tang, W., Wang, X.J., Hou, Y.Y., Li, L.L., Sun, H., Zhu, Y.S., Bai, Y., Wu, Y.P., Zhu, K., dan Van Ree, T., 2011, “Nano LiMn₂O₄ as Cathode Material of High Rate Capability for Lithium Ion Batteries”.
- Vorobeva, K.A., Eliseeva, S.N., Apraksin, R.V., Kamenskii, M.A., dan Tolstopjatova, E.G., 2018, “Improved electrochemical properties of cathode material LiMn₂O₄ with conducting polymer binder”, *Journal of alloys and Compounds*, **766**: 33-44.
- Wang, X., Sun, F., Yin, G., Wang, Y., Liu, B., Dong, M., 2018, “Tactile-Sensing Based on Flexible PVDF Nanofibers via Electrospinning: A Review”, *Sensors*, **18**(2): 330.
- Wibowo, H.S., 2008, “Optimalisasi Respon Ganda pada Metode Permukaan Respon (Respon Surface) dengan Pendekatan Fungsi Desirability: Studi Kasus Mencari Dosis Pupuk yang Optimal pada Padi IR64”, Skripsi, Tesis: IPB.

- Widyawati, N., 2012, “Analisa Pengaruh Heating Rate terhadap tingkat Kristal dan Ukuran Butir Lapisan BZT yang Ditumbuhkan dengan Metode Sol Gel”, Skripsi, Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Wigayati, E.M., dan Purawiardi, I., 2018, “Sintesis $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ dengan Metode Solid State Reaction dan Hydrothermal”, *Metalurgi*, **2**: 79-90.
- Wypych, 2016, “PVDF poly(vinylidene fluoride)”, *Handbook of Polymers*, 630-634.
- Yoshio, Masaki, Brodd, Ralph, J., Kozowa, dan Akiya, 2009, “Lithium-Ion Batteries”, Japan: Springer Science.
- Yuniarti, E., Triwibowo, J., dan Suharyadi, E., 2010, “Pengaruh pH, Suhu dan Waktu pada Sintesis LiFePO_4/C dengan Metode Sol-Gel sebagai Material Katoda untuk Baterai Sekunder Lithium”, *Berkala MIPA*, **23**(3): 218-228.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

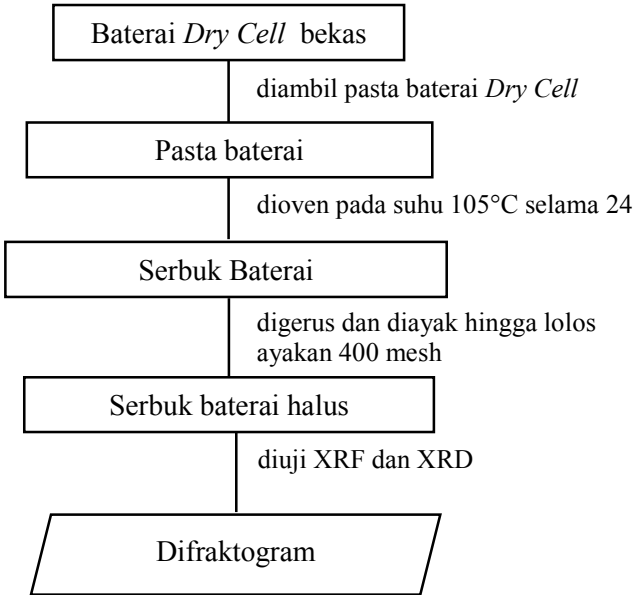
LAMPIRAN

Lampiran 1. Langkah Penelitian

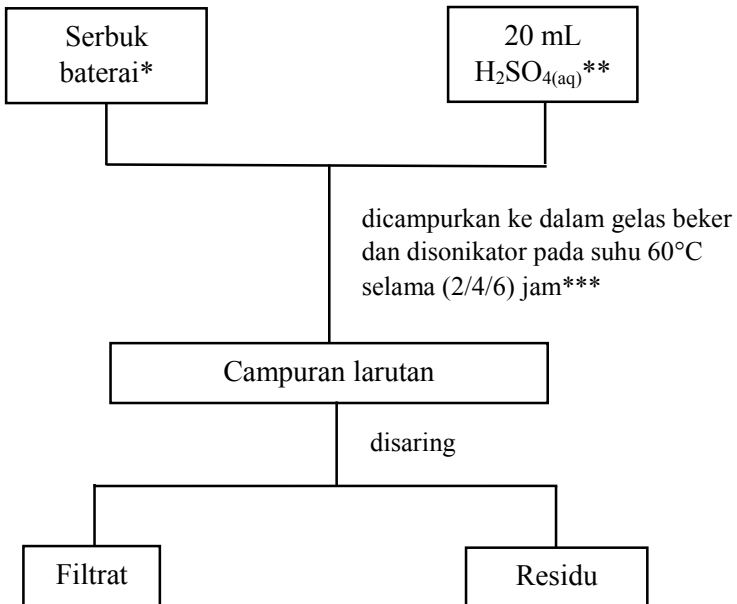


Lampiran 2. Diagram Skematik Penelitian

2.1 Preparasi Serbuk Baterai



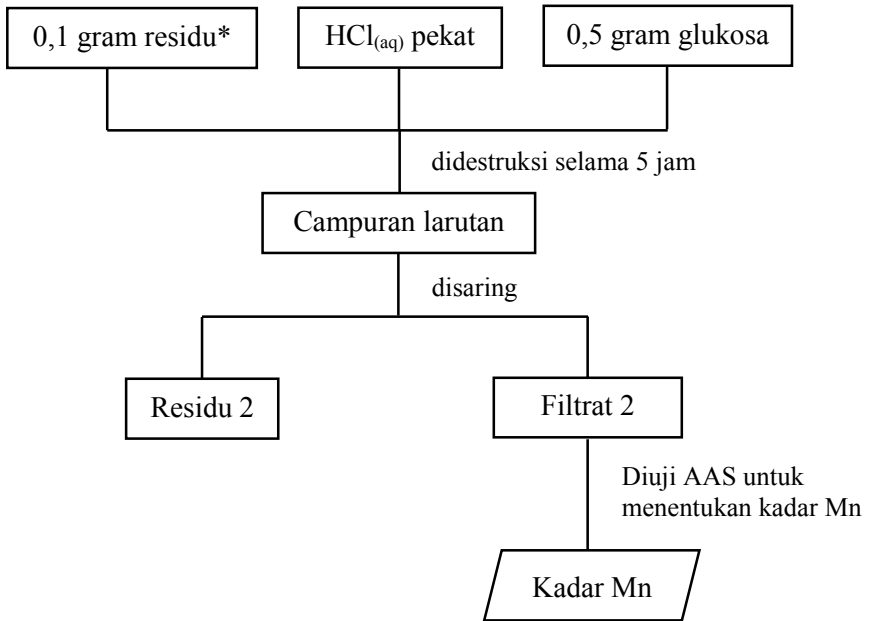
2.2 Pemurnian Limbah Serbuk Baterai *Dry Cell*



* = variasi massa serbuk baterai (0,5;1,0;1,5 gram)

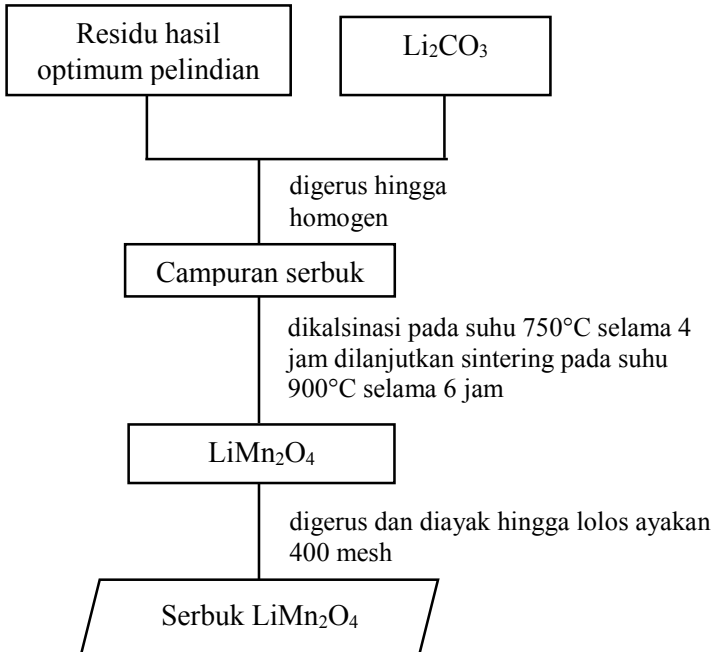
** = variasi konsentrasi H₂SO₄ (1,0;1,5;2,0 M)

*** = variasi waktu (2;4;6 jam)

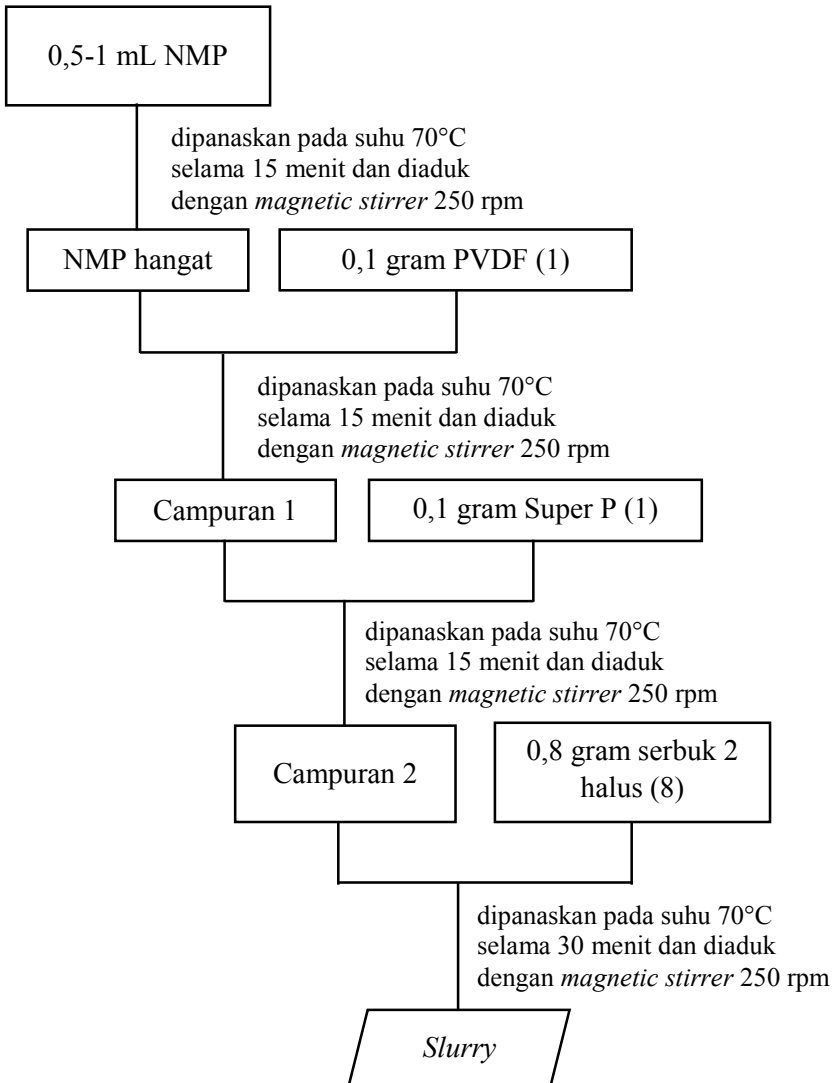


* Residu 15 variasi pelindian

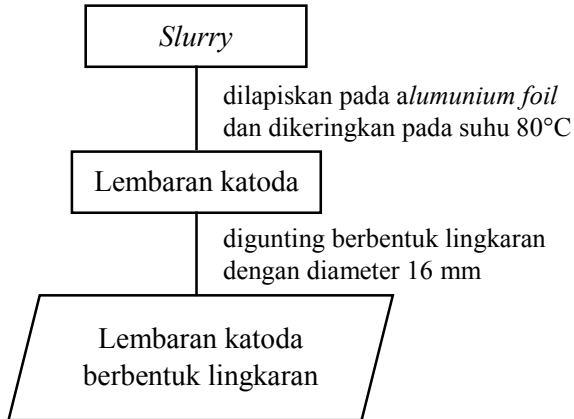
2.3 Sintesis Material Katoda Baterai Lithium



2.4 Pembuatan *Slurry*



2.5 Proses *Coating*



Lampiran 3. Hasil XRF, XRD, AAS, CV dan CD

3.1 Hasil XRF Serbuk Baterai

Kondisi pengujian :

Suhu : 19,8°C

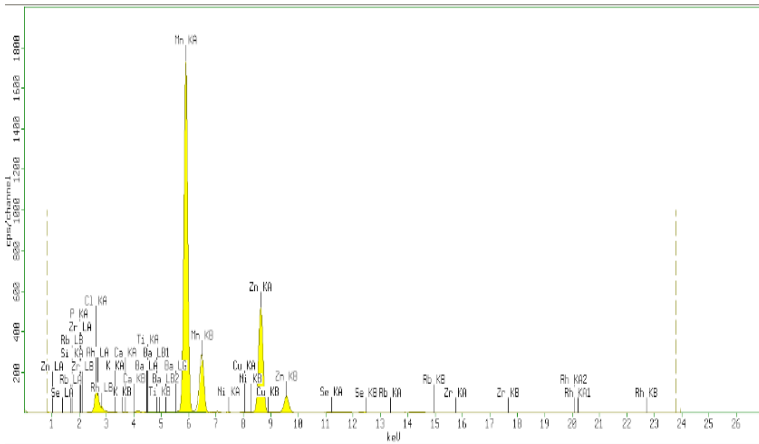
Kelembapan : 49%

Metode :

1. tanpa standar
2. tanpa filter
3. medium udara
4. waktu 60
5. energi 30 KV

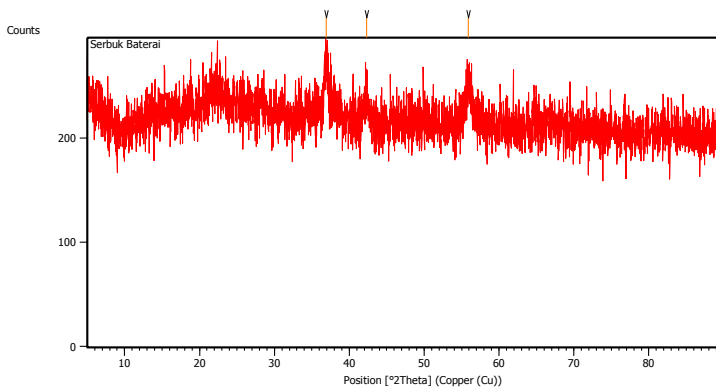
Tabel Komposisi serbuk baterai

Compound	Conc
SiO ₂	0,6
P ₂ O ₅	0,5
Cl	10,5
K ₂ O	0,23
CaO	0,32
TiO ₂	0,03
MnO	62,82
NiO	0,046
CuO	0,088
ZnO	24,5
SeO ₂	0,12
Rb ₂ O	0,01
ZrO ₂	0
BaO	0,25



Gambar Lampiran 1 Komposisi unsur dalam bentuk oksida pada serbuk baterai

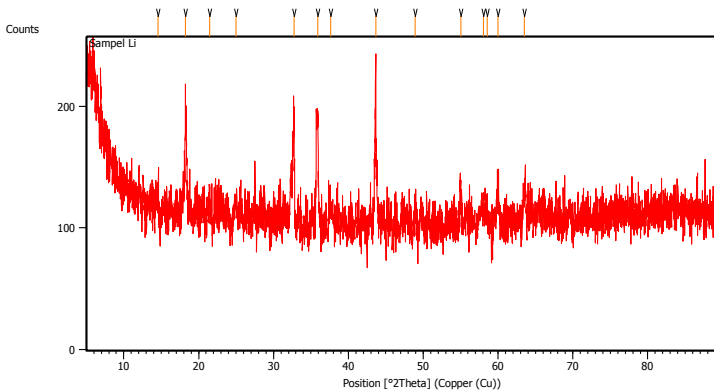
3.2 Hasil XRD serbuk baterai dan LiMn_2O_4



Gambar Lampiran 2 XRD serbuk baterai

Tabel *Peak List* serbuk baterai

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
36,9101	46,94	0,4015	2,43535	100,00
42,2958	31,77	0,6691	2,13688	67,68
55,8904	35,54	0,6691	1,64510	75,72

Gambar Lampiran 3 XRD LiMn_2O_4 Tabel *Peak List* serbuk baterai

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14,5776	13,04	0,4015	6,07655	9,19
18,2608	78,27	0,1673	4,85838	55,15

21,4480	10,92	0,4015	4,14308	7,69
24,9954	14,55	0,4015	3,56255	10,25
32,7187	85,85	0,1004	2,73711	60,49
35,9105	95,05	0,1338	2,50082	66,97
37,6301	15,50	0,4015	2,39040	10,92
43,6465	141,93	0,0612	2,07212	100,00
48,9511	15,78	0,4015	1,86080	11,12
54,9988	29,04	0,2676	1,66964	20,46
58,0542	11,58	0,5353	1,58883	8,16
58,5548	19,75	0,1171	1,57643	13,91
60,0163	26,31	0,5353	1,54149	18,54
63,5122	22,96	0,4015	1,46481	16,18

Lampiran 4 Hasil Pelindian, Destruksi dan AAS

4.1 Hasil Pelindian Limbah Serbuk Baterai *Dry Cell*

No.	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	<i>Solid/Liquid</i> (gram/ml)	Waktu (jam)	Massa (g)	Massa kertas saring (g)	Massa kertas saring + residu (g)	Residu (g)	Rekoveri (%)	Warna filtrat
1	1,00	0,0254	4	0,5078	0,6062	0,9210	0,3148	61,9929	Bening
2	2,00	0,0255	4	0,5092	0,6639	0,9238	0,2599	51,0408	Bening
3	1,00	0,0755	4	1,5105	0,6796	1,5555	0,8759	57,9874	Bening
4	2,00	0,0751	4	1,5020	0,6690	1,3854	0,7164	47,6964	Bening
5	1,00	0,0504	2	1,0087	0,6575	1,2441	0,5866	58,1541	Bening
6	2,00	0,0513	2	1,0256	0,6770	1,1658	0,4888	47,6599	Bening
7	1,00	0,0510	6	1,0199	0,6317	1,0885	0,4568	44,7887	Bening
8	2,00	0,0502	6	1,0049	0,6683	1,0792	0,4109	40,8896	Bening
9	1,50	0,0250	2	0,4994	0,6678	0,9041	0,2363	47,3168	Bening
10	1,50	0,0748	2	1,4969	0,6415	1,4229	0,7814	52,2012	Bening
11	1,50	0,0249	6	0,4988	0,6752	0,9304	0,2552	51,1628	Bening

12	1,50	0,0751	6	1,5020	0,6641	1,2844	0,6203	41,2983	Bening
13	1,50	0,0502	4	1,0035	0,6064	1,1764	0,5700	56,8012	Bening
14	1,50	0,0504	4	1,0078	0,6403	1,2061	0,5658	56,1421	Bening
15	1,50	0,0503	4	1,0052	0,6541	1,2001	0,5460	54,3175	Bening

4.2 Hasil Destruksi Residu dari Pelindian Limbah Serbuk Baterai *Dry Cell*

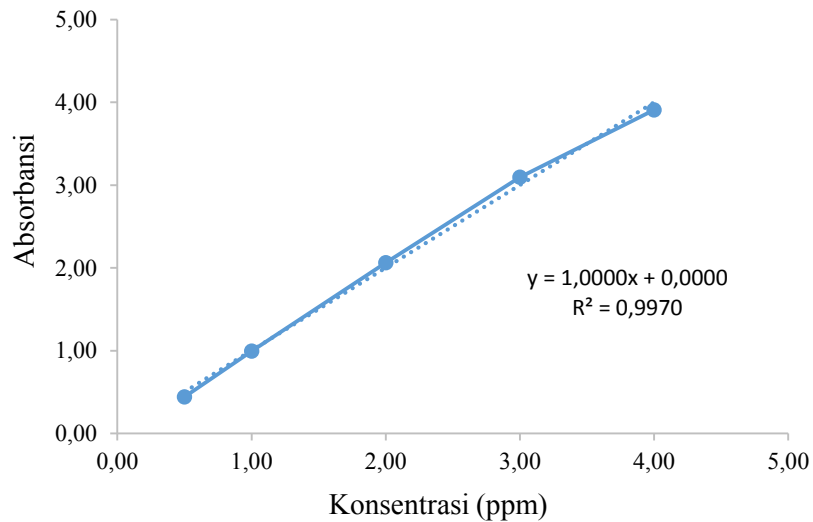
No	Massa	Glukosa	Massa Kertas Saring+Residu	Massa Kertas Saring	Residu	Massa Destruksi
Se	0,0506	0,5003	0,6337	0,6178	0,0159	0,0347
1	0,0506	0,5009	0,6577	0,6299	0,0278	0,0228
2	0,0500	0,5002	0,6631	0,6399	0,0232	0,0268
3	0,0507	0,5009	0,6953	0,6759	0,0194	0,0313
4	0,0503	0,5005	0,6820	0,6561	0,0259	0,0244
5	0,0502	0,5007	0,6632	0,6434	0,0198	0,0304
6	0,0501	0,5007	0,6828	0,6567	0,0261	0,0240
7	0,0508	0,5007	0,6717	0,6456	0,0261	0,0247
8	0,0503	0,5006	0,6779	0,6471	0,0308	0,0195
9	0,0508	0,5002	0,6668	0,6422	0,0246	0,0262

10	0,0502	0,5009	0,6959	0,6751	0,0208	0,0294
11	0,0503	0,5007	0,6798	0,6585	0,0213	0,0290
12	0,0509	0,5006	0,6835	0,6657	0,0178	0,0331
13	0,0500	0,5009	0,6946	0,6748	0,0198	0,0302
14	0,0506	0,5001	0,6733	0,6556	0,0177	0,0329
15	0,0500	0,5000	0,6921	0,6758	0,0163	0,0337

4.3 Hasil AAS

Kurva Kalibrasi Mn

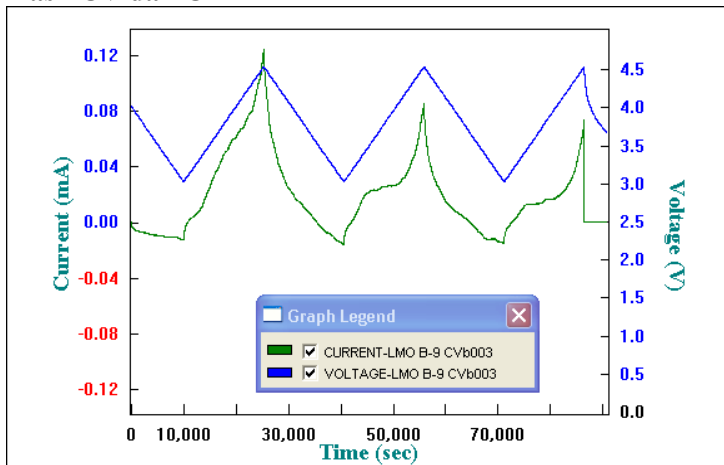
Konsentrasi Larutan Standar Mn	Absorbansi
0,5000	0,4419
1,0000	0,9949
2,0000	2,0621
3,0000	3,0945
4,0000	3,9066



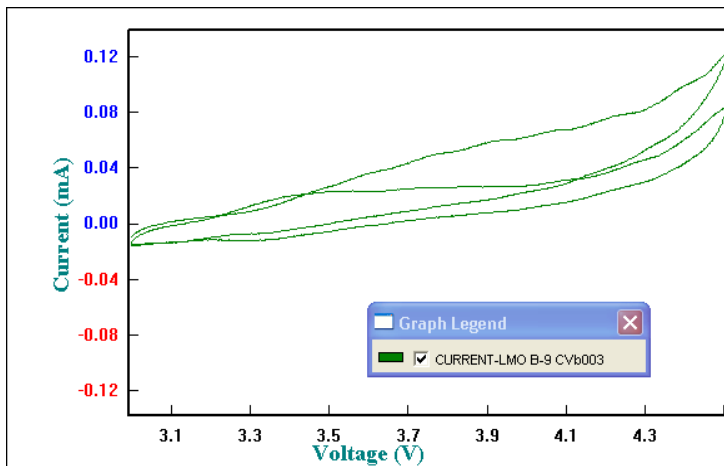
Gambar Lampiran 4 Kurva Kalibrasi standar Mn

Nama Sampel	Absorbansi	X	Pengenceran	Konsentrasi Mn	%MnO ₂	Massa Sampel (mg)
Se	0,7989	0,7989	200	159,78	46,05	34,70
1 De	2,1675	2,1675	100	216,75	95,07	22,80
2 De	1,8300	1,8300	100	183,00	68,28	26,80
3 De	2,1280	2,1280	100	212,80	67,99	31,30
4 De	1,9094	1,9094	100	190,94	78,25	24,40
5 De	2,1234	2,1234	100	212,34	69,85	30,40
6 De	1,9536	1,9536	100	195,36	81,40	24,00
7 De	2,0964	2,0964	100	209,64	84,87	24,70
8 De	1,5921	1,5921	100	159,21	81,65	19,50
9 De	1,9598	1,9598	100	195,98	74,80	26,20
10 De	2,0330	2,0330	100	203,30	69,15	29,40
11 De	1,8892	1,8892	100	188,92	65,14	29,00
12 De	1,7993	1,7993	100	179,93	54,36	33,10
13 De	1,8570	1,8570	100	185,70	61,49	30,20
14 De	2,0086	2,0086	100	200,86	61,05	32,90
15 De	2,0865	2,0865	100	208,65	61,91	33,70

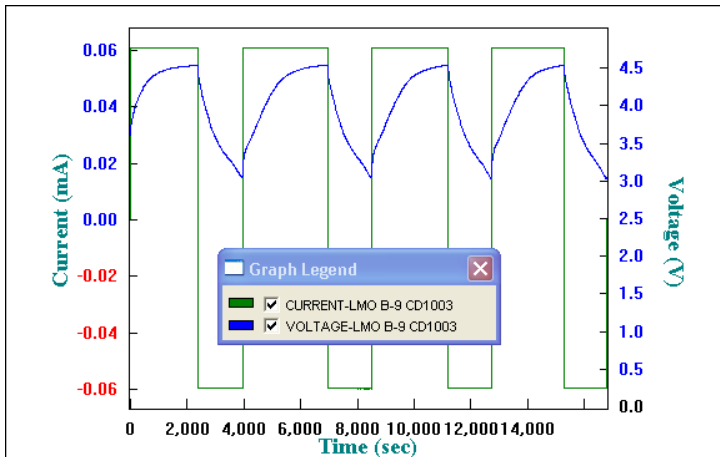
Hasil CV dan CD



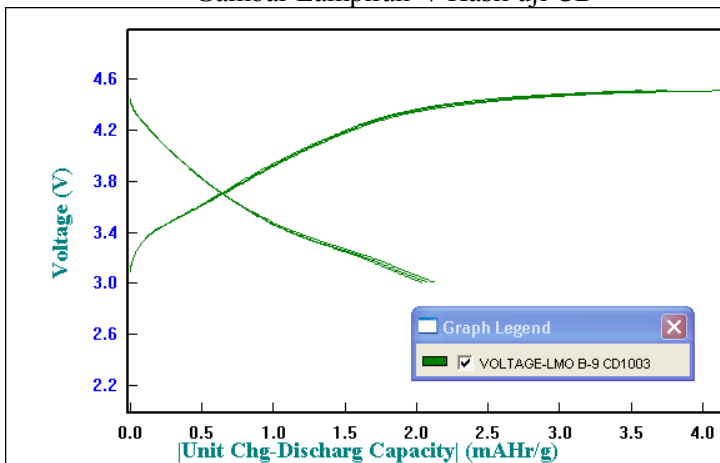
Gambar Lampiran 5 Hasil uji CV



Gambar Lampiran 6 Hasil uji CV



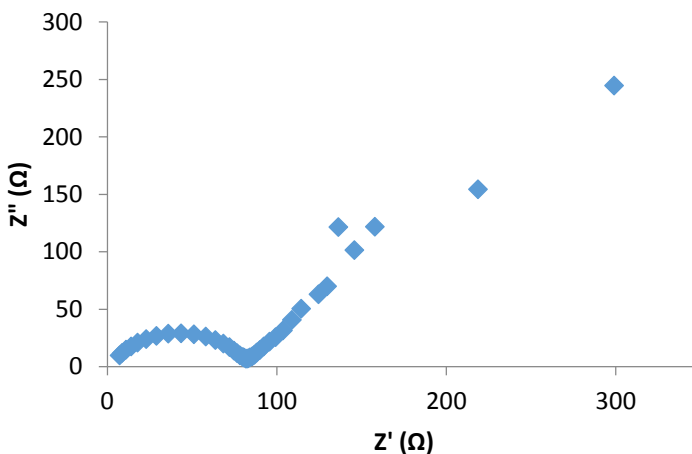
Gambar Lampiran 7 Hasil uji CD



Gambar Lampiran 8 Hasil uji CD

Kapasitas : mAh/g

Kapasitas	Cycle-1	Cycle-2	Cycle-3
+	4,12	3,75	3,58
-	2,12	2,06	2,04



Gambar Lampiran 9 Cole-cole plot

Kondisi Optimum untuk Pelindian

Konsentrasi H ₂ SO ₄	: 0.5 M
Perbandingan H ₂ SO ₄ /padatan	: 20 mL/0,5 gram
Waktu pelindian	: 2 jam
Suhu pelindian	: 60°C

Pengenceran H₂SO₄

Massa jenis H ₂ SO ₄ 98%	: 1.84 g/cm ³
Mr H ₂ SO ₄	: 98.0784 g/mol

$$\text{Molaritas } H_2SO_4 = \frac{\text{massa jenis} \times 1000 \times \%}{Mr_{H_2SO_4}}$$

$$\text{Molaritas } H_2SO_4 = \frac{1.84 \text{ g/cm}^3 \times 1000 \times 98\%}{98 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Molaritas } H_2SO_4 = 18.4 \text{ M}$$

Pembuatan Larutan 1 M H_2SO_4

$$\begin{aligned} m_1 \times v_1 &= m_2 \times v_2 \\ 18.4 \text{ M} \times v_1 &= 1 \times 250 \text{ mL} \\ v_1 &= 13.5870 \text{ mL} \end{aligned}$$

Pembuatan Larutan 1,5 M H_2SO_4

$$\begin{aligned} m_1 \times v_1 &= m_2 \times v_2 \\ 18.4 \text{ M} \times v_1 &= 1.5 \times 250 \text{ mL} \\ v_1 &= 20.3804 \text{ mL} \end{aligned}$$

Pembuatan Larutan 2 M H_2SO_4

$$\begin{aligned} m_1 \times v_1 &= m_2 \times v_2 \\ 18.4 \text{ M} \times v_1 &= 2 \times 250 \text{ mL} \\ v_1 &= 27.1739 \text{ mL} \end{aligned}$$

BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Camelia Maharani Median yang biasa dikenal Lia lahir pada tanggal 09 Maret 1998 di Medan. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara dan mempunyai hobi mendengarkan musik. Penulis adalah alumni dari SDN Randuagung V, SMPN 1 Singosari, dan SMAN 1 Lawang. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Kimia Fakultas Sains Insitut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SBMPTN pada tahun 2015. Selama kuliah S1 di Departemen Kimia Fakultas Sains ITS, penulis aktif di kepanitian Chemistry Week (CW) Kimia ITS. Penulis juga pernah mengikuti kerja praktek di RTC Pertamina Pulo Gadung Jakarta Utara selama sebulan pada bulan Juni hingga Juli 2018. Pada masa akhir studi, penulis melakukan penelitian mengenai penggunaan MnO_2 dari limbah pasta baterai *dry cell* untuk bahan katoda baterai ion lithium. Penelitian yang dilakukan penulis dibimbing oleh Ibu Yatim Lailun Ni'mah, Ph. D. dan Bapak Suprpto, Ph. D. Penulis dapat diajak berdiskusi dan dihubungi melalui email cameliamaharani3@gmail.com atau di 081333451193.