



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR – TL 141584

**PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO
MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI**

**MUDZAKKIR DIOKTYANTO
NRP. 0251144000068**

**Dosen Pembimbing
Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2018**



TUGAS AKHIR – TL 141584

**PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO
MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI**

MUDZAKKIR DIOKTYANTO
NRP 02511440000068

Dosen Pembimbing
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng, Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2018

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL 141584

**EFFECT OF MILLING TIME ON LITHIUM
EXTRACTION PROCESS FROM SIDOARJO'S MUS
USING HYDROMETALLURGY METHOD**

MUDZAKKIR DIOKTYANTO
NRP 02511440000068

Advisors

Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng, Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

MATERIAL ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2018

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO
MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Teknik
pada

Bidang Studi Metalurgi Ekstraksi
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Mudzakkir Dioktyanto
NRP. 0251144000068

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D..... (Pembimbing I)

Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T..... (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO
MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI**

Nama Mahasiswa : Mudzakkir Dioktyanto
NRP : 0251144000068
Pembimbing : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

ABSTRAK

Lithium merupakan suatu mineral yang banyak digunakan pada pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (rechargeable). Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi Lithium melalui metode Hidrometalurgi dengan variasi waktu milling untuk mengetahui pengaruhnya terhadap efisiensi pada proses ekstraksi. Waktu milling dilakukan dengan variasi 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Proses ekstraksi ini dilakukan dengan pencampuran penambahan NaOH sebanyak 200ml dan Lumpur Kering Sidoarjo. Setelah proses pencampuran hingga menjadi slurry, dilakukan leaching H_2SO_4 , penambahan $Ca(OH)_2$, dan Na_2CO_3 . Dari pengujian XRD menunjukkan terbentuknya Li_2CO_3 dengan intensitas tertinggi yaitu pada peak posisi $2\theta 34,01^\circ$ intensitasnya 1000 pada waktu milling 2 jam. Waktu milling juga mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk, semakin lama waktu milling, partikel yang terbentuk semakin kecil pada variabel milling 1 jam didapatkan ukuran $72,34 - 1,05 \mu m$, dan paling kecil pada variabel milling 3 jam yaitu $44,05 - 0,29 \mu m$. Pada saat setelah ekstraksi didapatkan morfologi yang terbentuk sama dengan ukuran partikel paling besar pada variabel milling 3 jam yaitu $9,71 \mu m$ dan paling kecil pada variabel milling 1 jam yaitu $1,24 \mu m$ yang terjadi karena adanya proses aglomerasi 2. Peningkatan waktu milling menyebabkan efisiensi dan jumlah litium yang terekstrak semakin meningkat, dengan efisiensi paling kecil sebesar 40,09% dan jumlah litium terekstrak 6,409 ppm pada variabel waktu milling 1 jam, dan efisiensi paling tinggi 48,07% dan jumlah litium terekstrak 7,684 ppm pada variabel waktu milling 3 jam
Kata kunci: *Hidrometalurgi, Lithium, Lumpur Sidoarjo, milling*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**EFFECT OF MILLING TIME ON LITHIUM
EXTRACTION PROCESS FROM SIDOARJO'S MUS
USING HYDROMETALLURGY METHOD**

Student's Name : Mudzakkir Dioktyanto
Student's ID : 0251144000068
Advisors : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

ABSTRACT

Lithium is a mineral that used widely in rechargeable batteries. In this research, Lithium extraction process is done through Hydrometallurgy method with milling time variation to know its effect on efficiency in extraction process. Milling time is done with variations of 1, 2, and 3 hours. This extraction process is carried out by mixing 200m NaOH and Sidoarjo's Dry Mud. After mixing the slurry, leaching with H_2SO_4 , then $Ca(OH)_2$, and Na_2CO_3 are added. From the XRD results, the formation of Li_2CO_3 with the highest intensity that is at peak position $2\theta 34,01^\circ$ with intensity of 1000 at milling time 2 hour. The milling time also affected the size of the particles formed, the longer the milling time, the smaller particles formed on the 1 hour milling variables obtained size $72.34 - 1.05 \mu m$, and the smallest in the 3-hour milling time of $44.05 - 0,29 \mu m$. After extraction, the morphology formed equal to the largest particle size in 3-hour milling variables that is $9,71 \mu m$ and the smallest at 1 hour milling variable that is $1,24 \mu m$ which happened because of agglomeration process. Increasing time of milling causing efficiency and the amount of lithium extracted increased, with the least efficiency of 40.09% and the amount of lithium extracted 6.409 ppm at 1 hour milling time, and the highest efficiency of 48.07% and the amount of lithium extracted 7,684 ppm at 3 hours milling time.

Keywords: Hydrometallurgy, Lithium, Milling, Sidoarjo's Mud

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah Yang Maha Esa yang telah memberikan limpahan karunia, terang pikiran, kesehatan, keselamatan, dan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan seluruh rangkaian penyusunan laporan Tugas Akhir dengan judul **“Pengaruh Waktu Milling Terhadap Proses Ekstraksi Litium pada Lumpur Sidoarjo Menggunakan Metode Hidrometalurgi”**. Adapun laporan ini disusun dan diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan studi di Departemen Teknik Material FTI – Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, Hal ini dikarenakan adanya keterbatasan kemampuan penulis dalam penyusunan laporan ini. Namun, penulis dapat mewujudkan laporan ini secara lengkap berkat adanya perhatian, bimbingan, dan petunjuk dari berbagai pihak. Dengan adanya kekurangan dan kesalahan dalam penulisan laporan ini. Untuk itu, saran dan kritik yang membangun sangat diharapkan untuk menjadi evaluasi selanjutnya.

Demikian penulis berharap semoga laporan ini dapat memberikan manfaat yang sebesar-besarnya khususnya bagi sesama mahasiswa yang menggeluti bidang pengolahan mineral.

Surabaya, 26 Desember 2017

Penulis

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
TUGAS AKHIR	v
ABSTRAK	vii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang Masalah.....	1
I.2 Perumusan Masalah.....	2
I.3 Batasan Masalah.....	3
I.4 Tujuan Penelitian.....	3
I.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 <i>Lithium</i>	5
2.1.1 Sumber <i>Lithium</i>	8
2.2 Proses Produksi <i>Lithium</i>	11
2.3 Pemrosesan <i>Lithium</i> dari <i>Brines</i>	12
2.3.1 Elektrolisis	12
2.3.2 Adsorpsi.....	14
2.3.3 <i>Ion Exchange and Solvent Exrttraction Process</i> 18	
2.4 Pemrosesan <i>Lithium</i> berbahan dasar lumpur	18
2.4.1 <i>Sulfur dioxide roast-water leach</i>	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	27
3.2 Bahan.....	30
3.3 Peralatan	30
3.4 Metode Penelitian	31
3.4.1 Preparasi Lumpur	31
3.4.2 Pembuatan Slurry.....	31
3.4.3 Oksidasi	32

3.4.4 Leaching	32
3.5 Pengujian Karakterisasi Material	32
3.5.1 X –ray Diffraction (XRD).....	32
3.5.2 Scanning Electron Microscop (SEM)	33
3.5.3 EDX (Energi Dispersive X-ray)	35
3.5.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)	35
3.5.5 BET (Brunauer – Emmet – Teller)	36
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	39
4.1. Proses Ekstraksi Li_2CO_3	39
4.2. Pengujian XRD	40
4.2 Pengujian SEM	46
4.2.1. Sebelum Ekstraksi.....	46
4.2.2. Setelah Ekstraksi.....	48
4.3 Pengujian ICP	52
4.3.1 Hasil ICP Lumpur Sidoarjo Sebelum Proses Ekstraksi	52
4.3.2 Hasil ICP Lithium	53
4.3.3 Efisiensi proses Ekstraksi.....	54
4.4. Pengujian BET	56
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	59
5.1 KESIMPULAN.....	59
5.2 SARAN	59
DAFTAR PUSTAKA.....	67
LAMPIRAN	72
UCAPAN TERIMA KASIH	90
BIODATA PENULIS.....	92

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Logam lithium (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan	6
Gambar 2. 2 (a) Total produksi Lithium dan (b) pemanfaatan lithium	7
Gambar 2. 3 Pengolahan lithium dengan sumber fluida Geothermal.....	10
Gambar 2. 4 Skema diagram dari sel elektrolisis untuk recovery Lithium yang menggunakan LiFeO_4 dan FePO_4 sebagai elektroda	13
Gambar 2. 5 Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta produk delithiated.	16
Gambar 2. 6 Struktur kristal dari Lithium Mangan Oksida Spinel	17
Gambar 2. 7 Hasil SEM Li_2CO_3 yang terbentuk	21
Gambar 3. 1 Diagram proses ekstraksi lithium pada Lumpur Sidoarjo	29
Gambar 3. 2 Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD)	33
Gambar 3. 3 Alat SEM.....	34
Gambar 3. 4 ICP (Inductively Coupled Plasma).....	36
Gambar 4. 1 Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum di ekstraksi.	40
Gambar 4. 2 Hasil ekstraksi dengan waktu <i>milling</i> 1 jam.....	41
Gambar 4. 3 Hasil ekstraksi dengan waktu <i>milling</i> 2 jam.....	43
Gambar 4. 4 Hasil pengujian XRD ekstraksi dengan waktu <i>milling</i> 3 jam	44
Gambar 4. 5 Hasil pengujian XRD dengan waktu <i>milling</i> (bawah) 1 jam, (tengah) 2 jam, (atas) 3 jam.	45
Gambar 4. 6 Variasi <i>milling</i> 1 jam	46
Gambar 4. 7 Variasi <i>milling</i> 2 jam	47
Gambar 4. 8 Variasi <i>milling</i> 3 jam	47

Gambar 4. 9 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 1 jam.....	49
Gambar 4. 10 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 2 jam	50
Gambar 4. 11 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 3 jam	51
Gambar 4. 12 Pengaruh waktu milling terhadap efisiensi.....	55
Gambar 4. 13 Pengaruh waktu milling terhadap luas permukaan aktif.....	56

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 <i>Lithium Properties</i> (Jeppson, dkk 1978).....	6
Tabel 2. 2 Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa <i>lithium</i> menjadi tingkatan logam <i>lithium</i>	9
Tabel 2. 3 <i>Recovery Lithium</i> dari metode adsorpsi yang menggunakan adsorben.	14
Tabel 2. 4 Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.	19
Tabel 2. 5 Hasil-hasil penelitian sebelumnya.....	22
Tabel 4. 1 Pengaruh milling terhadap ukuran partikel lumpur Sidoarjo	48
Tabel 4. 2 Ukuran partikel dari senyawa Li dengan variasi waktu milling 1 jam, 2 jam, dan 3 jam	52
Tabel 4. 3 Hasil pengujian ICP pada variasi waktu milling	53
Tabel 4. 4 Efisiensi setiap waktu milling.	54
Tabel 4. 5 Pengaruh Waktu milling pada luas permukaan aktif .	56

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Masalah

Inovasi dalam bidang teknologi telah banyak ditemukan, salah satunya ialah barang-barang elektronik portabel, seperti HP, laptop, kamera, dan lain sebagainya. Baterai sebagai sumber listrik sangat berperan dalam inovasi teknologi tersebut. Salah satu unsur penyusun baterai ialah *lithium*. *Lithium* merupakan salah satu logam yang ringan dan memiliki ketersediaan di alam cukup banyak yaitu sekitar 5.5 juta ton *lithium* di US dan mendekati 34 juta ton di negara lainnya (Jaskula, 2013).

Lithium merupakan suatu mineral yang berguna dalam bidang elektronik yang berkaitan dengan hidup manusia, misalnya, dalam pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (*rechargeable*). Karena kebutuhan terhadap *Lithium* sebagai bahan elektronik semakin meningkat. Pada tahun 2015, produsen *Lithium* memperkirakan sebanyak 36.000 ton *lithium* digunakan untuk berbagai keperluan yang berkaitan dengan barang elektronik. Angka tersebut naik 15 % dibanding tahun 2013 (Labb dan Daw, 2013).

Mineral *lithium* merupakan unsur logam alkali yang sangat reaktif. Karena kereaktifannya, *lithium* tidak dapat diperoleh secara bebas di alam, melainkan dalam bentuk senyawa kompleks maupun terlarut dalam air (Liu X, dkk, 2014). Sehingga untuk mendapatkan *lithium* murni, kita harus memisahkan terlebih dahulu *lithium* dengan zat-zat pengotor lainnya. *Lithium* dapat diperoleh dari beberapa sumber, mulai dari batu-batuan berapi hingga dari sumber mineral seperti (*spodumene*) serta *brines* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan *blittern* (air laut sisa penguapan garam).

Luas laut Indonesia merupakan potensi yang sangat menguntungkan bagi produsen *lithium*. Sayangnya, belum ada satupun perusahaan di Indonesia yang memproduksi *lithium*. Selain dari hasil kemaritiman, Indonesia juga memiliki Lumpur



BAB I PENDAHULUAN

Sidoarjo yang memiliki potensi sangat besar. Lumpur Sidoarjo sendiri merupakan bentukan fluida geotermal yang diakibatkan pengeboran panas bumi. Menurut riset yang dilakukan Wataru Tanikawa pada tahun 2011, cairan Lumpur Sidoarjo menunjukkan kandungan *lithium* sebesar 6 ppm (Takinawa, 2011).

Ada banyak cara untuk mendapatkan *lithium*. metode-metode yang biasanya sering di pakai yaitu ekstraksi menggunakan pelarut (*solvent*), teknik deposisi elektrik, metode pertukaran ion dan *recovery*. Dari metode metode inilah dilakukan penelitian secara terus menerus untuk mendapatkan *lithium* tanpa membutuhkan dana yang besar. Pada tahun 2014, peneliti Indonesia Lukman Noerochim melakukan penelitian dengan metode *adsorbent lithium* mangan oksida. *Lithium* mangan oksida adalah salah satu senyawa adsorben yang cenderung murah, aman dan tidak beracun. Sehingga metode *adsorbent lithium* mangan oksida diduga tidak membutuhkan dana yang besar. Hasil penelitian senyawa *lithium* mangan oksida menunjukkan kemampuan menyerap *lithium* hingga 6,6 mg/g dengan rasio mol Li/Mn 1 (Noerochim, 2014).

Selain metode *adsorbent*, terdapat metode hidrometalurgi yang menghasilkan *lithium* setengah jadi berbentuk Li_2CO_3 . Metode ini menggunakan Lumpur Sidoarjo dalam keadaan kering, berbeda dengan metode *adsorbent* yang menggunakan airnya untuk mengekstrak *lithium*. Adapun tahap tahap di dalam metode hidrometalurgi adalah proses kimia, *roasting* dan *leaching*. Hal ini menjadikan proses hidrometalurgi membutuhkan waktu yang lebih cepat daripada proses *adsorbent* (Eugene dan Mujumdar 2009).

I.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap fasa dan morfologi padatan yang terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo?



2. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap efektifitas proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari Lumpur Sidoarjo.?

I.3 Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini bertujuan agar penelitian yang dilakukan tidak melebar, berikut adalah batasan masalah tersebut:

1. Kandungan *lithium* dari sampel Lumpur Sidoarjo yang digunakan dianggap homogen.
2. Perubahan temperatur pemanasan saat proses kimia dianggap konstan.

I.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan yaitu:

1. Menganalisa pengaruh waktu *milling* terhadap fasa dan morfologi padatan yang terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo
2. Menganalisa pengaruh waktu *milling* terhadap efektifitas proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari Lumpur Sidoarjo.

I.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat dijadikan rujukan untuk penelitian selanjutnya untuk meningkatkan hasil *lithium* dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo menggunakan metode hidrometalurgi. Penelitian ini juga bisa menjadi referensi dalam pembuatan pabrik produsen *lithium* di Indonesia menggunakan metode hidrometalurgi.



BAB I PENDAHULUAN

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Lithium*

Lithium adalah salah satu unsur kimia yang terdapat pada tabel periodik, memiliki lambang Li dan nomor atom 3. Unsur kimia ini termasuk dalam logam alkali berwarna putih perak. Seperti halnya logam alkali lainnya, *lithium* sangat reaktif, mudah terkorosi dengan cepat dan menjadi hitam di udara yang lembap karena mudah terbakar. Oleh karena itu, logam *lithium* biasanya disimpan dalam wadah yang berisi minyak anhidrat (Gambar 2.1). Sifatnya yang reaktif inilah membuat *lithium* tidak pernah berada kondisi bebas di alam dan muncul dalam keadaan ionik. Beberapa sifat fisik *lithium* ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Ishimori dan Ueno, 1981)

Lithium merupakan bahasa Yunani dari kata “lithos” yang berarti batu. *Lithium* pertama kali di temukan oleh Johann Augustus Arfvedson, salah satu mahasiswa Jöns Jakob Berzelius, pada tahun 1817 ketika menganalisis petalite ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$) (Starkey, 1982). Dalam keadaan standar, *lithium* adalah logam paling ringan dan juga memiliki massa jenis paling kecil. Sering kali *lithium* ditemukan dalam sebagai batuan *pegmatic*, namun akibat dari solubilitasnya yang tinggi maka *lithium* juga terdapat pada air laut, *brines* dan *fluida geothermal*.

Lithium memiliki beberapa aplikasi termasuk sebagai baterai *rechargeable*, kaca tahan panas, paduan ringan dengan kekuatan tinggi pada pesawat dan keramik, secara terperinci pada Gambar 2.2 yang dibuat oleh Brian W. Jaskula untuk estimasi penggunaan *lithium* pada tahun 2014. Jaskula mengatakan bahwa penggunaan *lithium* pada baterai semakin meningkat secara signifikan pada beberapa tahun terakhir dikarenakan baterai *lithium rechargeable* yang semakin banyak digunakan pada peralatan elektronik *portable*, terutama pada *smartphone* dan laptop (Jaskula, 2013).

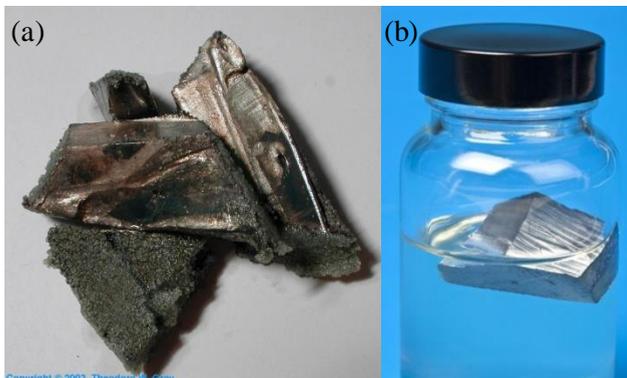


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Tabel 2.1 *Lithium Properties*

Nama	<i>Lithium</i>
<i>Symbol</i>	Li
<i>Atomic Number</i>	3
<i>Atomic weight</i>	6,941
<i>Isotopes</i>	Li-6 ; Li7
<i>Boiling Point</i>	1347 °C
<i>Melting Point</i>	180.54 °C
<i>Heat of Vaporization</i>	4680 cal/g
<i>Heat of Fusion</i>	103.2cal/g
<i>Cube Edge Length of Unit Cell</i>	3.51 Å
<i>Number of Atoms Exposed upon Immersion in Water of 1 cm Unit Cube</i>	26.1×10^{14}

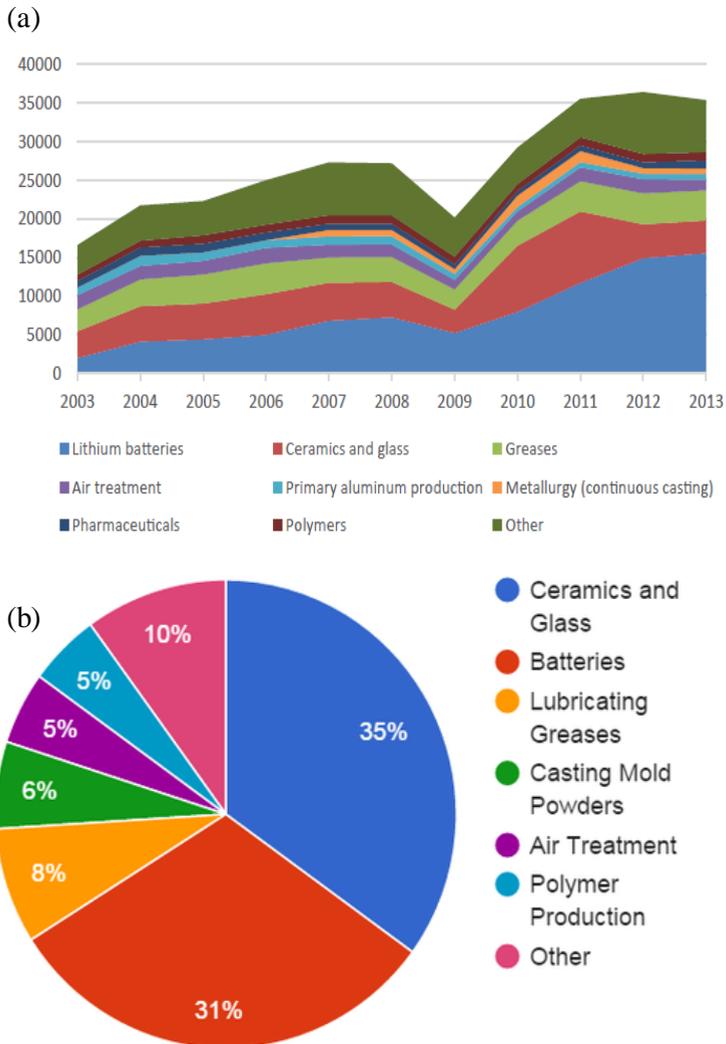
(Sumber: Jeppson, dkk 1978)



Gambar 2. 1 Logam lithium (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan
(Sumber: Zhao, 2013)



BAB II TINJAUAN PUSTAKA



Gambar 2. 2 (a) Total produksi Lithium dan (b) pemanfaatan lithium
(Sumber: Jaskula, 2013)



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1.1 Sumber *Lithium*

Lithium merupakan unsur yang secara luas dapat ditemukan di sebagian batuan, tanah dan sumber air alam. Diperkirakan jumlah rata rata *lithium* di kerak bumi sebesar 20 ppm; air laut sebesar 0.18 ppm. Dalam air laut atau *brines*, *lithium* terbentuk dengan senyawa LiCl . Selain itu, *lithium* juga dapat ditemukan pada fluida *geothermal*. Jaskula (2013) mengestimasi bahwa terdapat 13,5 miliar ton cadangan *lithium* diseluruh dunia. Dengan cadangan terbesar berada di Chili dengan jumlah 7,5 miliar ton dan sisanya berada pada China, Amerika, Canada dan negara -negara lain.

Beberapa contoh mineral *lithium* yaitu :

- *Eucryptite* [LiAlSiO_4], mengandung sekitar 12% LiO_2
- *Triphylite* [Li(Fe,Mn)PO_4], mengandung sekitar 9.5% LiO_2
- *Lithiophilite* [Li(Mn,Fe)PO_4], 9.5% LiO_2
- *Spodumene* [$\text{LiAl(SiO}_3)_2$] 8.02% of LiO_2
- *Amblygonite* [LiAl(F,OH)PO_4], 7.4% of LiO_2

Karena konsentrasi yang relatif tinggi *Lithium* juga terjadi pada sedimen tanah seperti clays. Salah satu clay ini adalah hektorit ($\text{Na}_{0.33} [\text{Mg, Li}]_3 \text{Si}_4 \text{O}_{10} [\text{F, OH}]_2$) yang mengandung 0,7-1,3% Li_2O dan ditemukan dekat Hector California (Averill dan Olson, 1977). deposito *lithium* tanah liat besar ditemukan di Nevada, California, Utah, Oregon, Wyoming, Arizona dan New Mexico (Ishimori dan Ueno, 1981). Sumber *clay* adalah *micaceous waste clay* di China, *Montmorillonite* di Egyptian. Meskipun *clays* adalah sumber penting ketiga *lithium*, hingga saat ini tidak ada produsen atau perusahaan yang memproduksi *lithium* secara komersial dari *clays* karena ekstraksi *clays* dianggap kurang ekonomis dibandingkan dengan mineral dan *brines* atau air asin (Buyukburc dan Koksall, 2005;. Averill dan Olson, 1977).



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Tabel 2. 2 Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa *lithium* menjadi tingkatan logam *lithium*

Nama	Rumus Kimia	Kandungan Logam Li (%)
<i>Lithium metal</i>	Li	100
<i>Lithium carbonate</i>	Li_2CO_3	18,79
<i>Lithium oxide</i>	Li_2O	46,46
<i>Lithium hydroxite</i>	LiOH	28,98
<i>Spodumene</i>	$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$	3,73
<i>Petalite</i>	$\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$	2,27
<i>Lepidolite</i>	$\text{KLi}_2\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$	1,92
<i>Lithium chloride</i>	LiCl	16,37
<i>Lithium bromide</i>	LiBr	7,99
<i>Butyllithium</i>	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Li}$	10,84

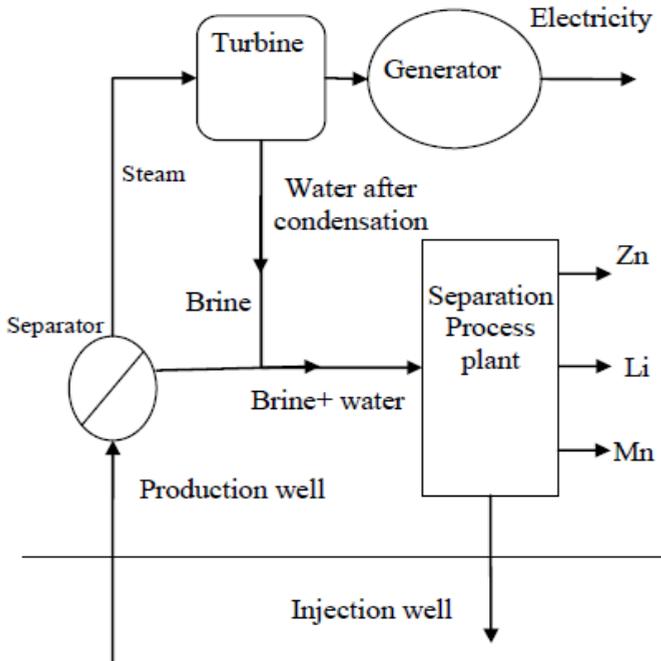
(Sumber: Chagnes dan Jolanta, 2015)

Sumber lain *Lithium* adalah fluida *Geothermal*. Fluida *geothermal* merupakan air dan uap panas yang bereaksi dengan bebatuan didalam kerak bumi sehingga memiliki kandungan mineral. Kandungan pada fluida *geothermal* sendiri bermacam-macam. Hal ini tergantung karena bebatuan kerak bumi yang dipengaruhi oleh *temperature* dari dalam bumi.

Sering kali, fluida *Geothermal* memiliki kandungan *lithium* yang cukup tinggi sehingga berpotensi sebagai sumber *lithium* alternatif. Hingga sekarang pengolahan *lithium* dari sumber fluida *Geothermal* belum dilakukan secara kormesil. Namun, ada beberapa peneliti telah memberikan rencana dalam pengolahan *lithium* fluida *Geothermal*. Salah satunya dengan memanfaatkan pembangkit listrik tenaga panas bumi (menggunakan fluida *Geothermal* sebagai sumber energi). Sumur produksi yang menghasilkan fluida *Geothermal* digunakan untuk memutar turbin bisa diolah terlebih dahulu agar didapatkan kandungan *lithium*nya sebelum dimasukkan lagi kedalam bumi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Siame, 2011).



BAB II TINJAUAN PUSTAKA



Gambar 2. 3 Pengolahan lithium dengan sumber fluida Geothermal
(Sumber: Siame, 2011)

Di Indonesia ada beberapa fenomena fluida *Geothermal*. Salah satunya adalah Lumpur Sidoarjo, fluida *Geothermal* yang tercampur oleh tanah dan bebatuan, terjadi sejak tahun 2006 hingga kini. Fenomena ini menimbulkan kerugian yang sangat besar, dari perindustrian serta pemukiman penduduk harus dipindahkan. Pada tahun 2011 debit lumpur yang dikeluarkan mencapai $10.000\text{m}^3/\text{hari}$, dan semburan ini akan terjadi hingga 25-30 tahun lagi (Tanikawa, 2011).

Meskipun menimbulkan kerugian yang sangat besar, menurut hasil penelitian Wataru Tanikawa (2011) menunjukkan kandungan *lithium* yang cukup tinggi, sebesar 5 ppm(mg/L)



terdapat di Lumpur Sidoarjo. Dengan perhitungan antara debit Lumpur Lapindo dengan kandungan *lithium* dari lumpur, paling tidak dalam satu hari terdapat 50 kg *lithium* yang dikeluarkan dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini diasumsikan bahwa debit Lumpur Lapindo dan kandungan *lithium* yang konstan dalam satu tahun, sehingga Lumpur Sidoarjo dapat menghasilkan *lithium* sampai sebanyak 18 ton/tahun.

2.2 Proses Produksi *Lithium*

Lithium merupakan logam alkali, sangat reaktif. Karena sifatnya yang reaktif, logam *lithium* di alam tidak terdapat secara bebas, sehingga logam ini harus dipisahkan terlebih dahulu dari sumber-sumber yang mengandung logam *lithium*. *Lithium* biasanya terdapat pada batu-batuan berapi dan pada sumber-sumber mineral. *Lithium* yang diekstraksi dari biji *lithium* pada umumnya memerlukan proses *recovery* kimiawi dengan energi intensif yang mahal. Selain dari biji *lithium*, terdapat sumber alternatif *lithium* yaitu dari *clay* dan air yang memiliki kandungan garam seperti sumber *geothermal* berupa *brine* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan air laut sisa penguapan (*bittern*) (Risa, dkk. 2012).

Metode ekstraksi mineral biasa tidak dapat digunakan dalam ekstraksi *lithium* karena alasan berikut (Habashi, 1997):

- Tidak dapat diisolasi dengan pengurangan oksida atau senyawa lain, karena merupakan reduktor yang sangat kuat.
- Logam alkali tidak dapat diekstraksi dari bijih dengan elektrolisis dalam larutan, logam yang terbentuk akan segera bereaksi dengan air memberikan hidroksida sebagai gantinya.
- *Lithium* dan semua logam alkali lainnya bereaksi hebat dengan air, mereka membakar atau bahkan meledak. logam ini tidak dapat dibuat dari setiap larutan garam dengan metode perpindahan normal.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Ada banyak cara untuk mengekstrak *lithium*, tergantung dari bahan apa yang akan digunakan. Untuk bahan yang berasal dari larutan atau *brines*, terdapat metode seperti *electrolysis*, *adsorption*, *ion exchange* dan *solvent*.

Untuk *ores* yang mengandung *lithium* juga berbeda dalam mengekstraksi *lithium*. Metode yang biasanya digunakan tergantung dengan jenis *ores*nya. Biasanya *ores* yang mengandung *lithium* ini seperti *Spodumene*, *Lepidolite*, *Zinnwaldite*, *Amblygonite* dan *Petalite*. Selain dari *ores* dan larutan, *lithium* biasanya terdapat dalam *clays* atau lumpur. *Lithium* yang terkandung dalam *clays* akan digunakan metode *multiple reagent-roast water leach*, *sulfur dioxide roast-water leach*, *HCL roast-water leach* dan *limestone-gypsum roast-water leach* (Habashi, 1997).

2.3 Pemrosesan *Lithium* dari *Brines*

Recovery Lithium merupakan pemurnian Li dari *brines* atau air asin yang tujuan utamanya untuk mengurangi waktu yang dibutuhkan *concentrating* Li dari w1% di *brines* menjadi w6% Li. Pengumuman teknologi baru untuk *recovery brines* yang telah dikembangkan oleh *Korean steel maker Posco at its Research Institute of Industrial Science and Technology (RIST)* ternyata menghasilkan Li yang sangat melimpah, sehingga metode ini diharapkan dapat memperbaiki metode *recovery* Li yang telah ada. RIST telah mengembangkan teknologi baru ini sejak 2012 dan mulai bekerja pada Juni 2014 pada demonstrasi beroperasi penuh di Argentina, mampu menghasilkan 200 tpa Li dengan produksi penuh diharapkan datang *on line* pada tahun 2016 (Lee, dkk. 2013).

2.3.1 Elektrolisis

Sebuah teknik baru ditemukan berdasarkan sel elektrolit yang bergantung pada penggunaan *anionic selective membrane* untuk secara tidak langsung mentransfer Li yang dihasilkan dari elektroda LiFe_3PO_4 yang secara selectif menjadi Fe_3PO_4 . Skema



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

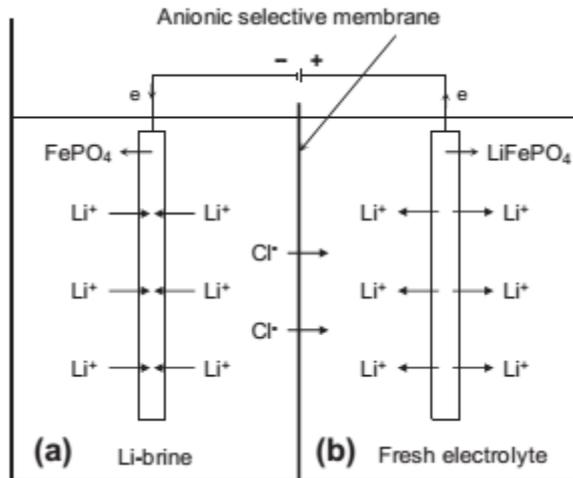
diagram ini menunjukkan kemungkinan aplikasi dari sel ini untuk *selectively recover* Li dari *brines* sel ini untuk selektif pulih Li dari air asin ditunjukkan pada Gambar 2.4

Reaksi redoks yang terlibat adalah:

Negative electrode: Reduction / Interkalasi



Positive electrode: Oxidation / Deinterkalasi



Gambar 2. 4 Skema diagram dari sel elektrolisis untuk recovery Lithium yang menggunakan LiFeO_4 dan FePO_4 sebagai elektroda

(Sumber: Zhao, dkk. 2013)

Ketika arus melewati sel ini, ion Li dari Li yang mengandung air garam (kompartemen A) mulai terinterkalasi ke FeSO_4 pada elektroda negatif (proses reduksi). Pada saat yang sama, Li ion mulai “deinterkalasi” dari LiFePO_4 di elektroda positif (proses oksidasi) di kompartemen B dari sel.

Proses ini dapat *voltage-controlled* yang berguna untuk meminimalisasi ion Na dan Mg yang berpartisipasi dalam proses



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

pemindahan Li. Ketika elektroda di A penuh dengan Li, maka Fe_3PO_4 akan diganti dengan Fe_3PO yang baru agar proses dapat berlanjut. Akibatnya, Li akan berpindah dari (A) dan akan terkonsentrasi di elektrolit murni (B). Teknik ini merupakan kebalikan dari kegunaan elektrolisis untuk *water desalination* sebagai elektrolit yang terkonsentrasi dalam teknik ini. (Zhao, dkk. 2013).

2.3.2 Adsorpsi

Metode Adsorpsi adalah salah satu cara *recovery lithium* dengan sumber berupa cairan, beberapa peneliti menggunakannya pada *brines* dan air laut, secara garis besar prosesnya ialah menggunakan adsorben inorganik yang dicelupkan pada air sumber *lithium* dan adsorben tersebut akan menyerap *lithium* dari sumber tersebut.

Di dalam *brines* atau air laut biasanya mengandung Mg, Na, K, dan Ca yang digunakan untuk mengetes apakah ion ion tersebut dapat digunakan sebagai adsorben. Hal ini berguna untuk mengetahui manakah adsorben yang kapasitas dalam mengikat Li paling besar. Ini ditunjukkan dalam Tabel 2.3

Tabel 2. 3 *Recovery Lithium* dari metode adsorpsi yang menggunakan adsorben.

Bahan	Adsorpsi		
	Adsorben	Extracted (%)	Capacity (mg/g)
<i>Salar de Uyuni brine</i>	$\text{Li}_{0,15}\text{H}_{0,76}\text{Mg}_{0,40}\text{Mn}^{\text{III}}_{0,08}\text{Mn}^{\text{IV}}_1$ diturunkan dari <i>magnesium-doped LMO</i>	58	23 – 25
	Lembaran H_2TiO_3 diturunkan dari Li_2TiO_3	Tidak ditentukan	32
<i>Brine</i>	<i>Nanocrystalline</i> MnO_2 diturunkan dari LmnO	Tidak ditentukan	6,3



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

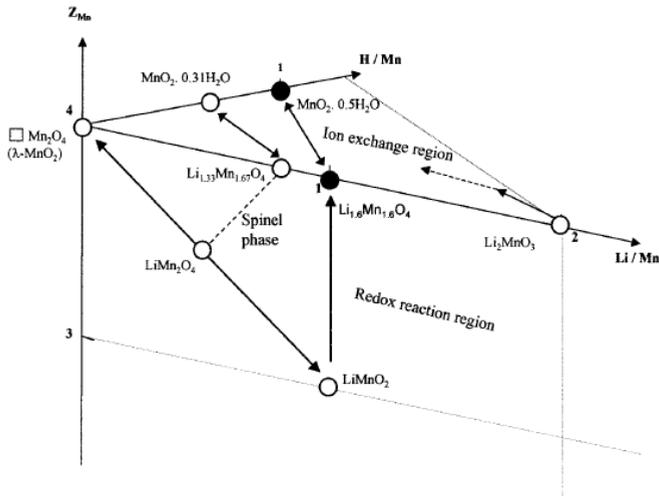
	Gel aluminium hidroksida	60	
	Aluminium oksida terhidrasi	90	
Air laut	$H_{1,6}Mn_{1,6}O_4$ diturunkan dari komposit serat nano $Li_{1,6}Mn_{1,6}O_4$	Tidak ditentukan	8,5
	LMO tipe silinder	Tidak ditentukan	15,1
	Bubuk LMO	Tidak ditentukan	27,6
	$H_{1,39}Li_{0,01}Mn_{1,65}O_4$ diturunkan dari $Li_{1,57}Mn_{1,65}O_4$	76	8
	$MnO_2 \cdot 0,10Sb_2O_5 \cdot 1,3H_2O$ diturunkan dari $Li_{1,16}Sb(V)_{0,29}Mn(III)_{0,77}Mn(V)_{0,77}O_4$ tipe spinel	28	14
	$MnO_2 \cdot 0,5H_2O$ diturunkan dari $Li_{1,6}Mn_{1,6}O_4$	74	37
	Busa-ion bola berukuran milimeter diturunkan dari LMO spinel	>95	3,4
	<i>Tin antimonate</i>	99	0,4
	<i>Titanium antimonate</i>	100	1,25
	Granul HMnO diturunkan dari LMO	85	2,9
	$H_{1,6}Mn_{1,6}O_4$ diturunkan dari $Li_{1,6}Mn_{1,6}O_4$	61	35
	<i>Delithiated</i> $Li_{1,33}Mn_{1,67}O_4$ tipe membran	Tidak ditentukan	10,6
	HMnO(Mg) diturunkan dari $MgMn_2O_4$	60	4,5

(Sumber: Chagnes dan Jolanta, 2015)



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Senyawa yang sering kali diteliti sebagai media adsorben contohnya ialah senyawa berbasis *Lithium* Mangan Oksida, salah satunya LiMn_2O_4 yang disintesa oleh Chung (2004). Senyawa tersebut termasuk didalam bentuk *Lithium* Mangan Oksida Spinel (Gambar 2.5).



Gambar 2. 5 Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta produk delithiated.
(Sumber: Chung, 2004)

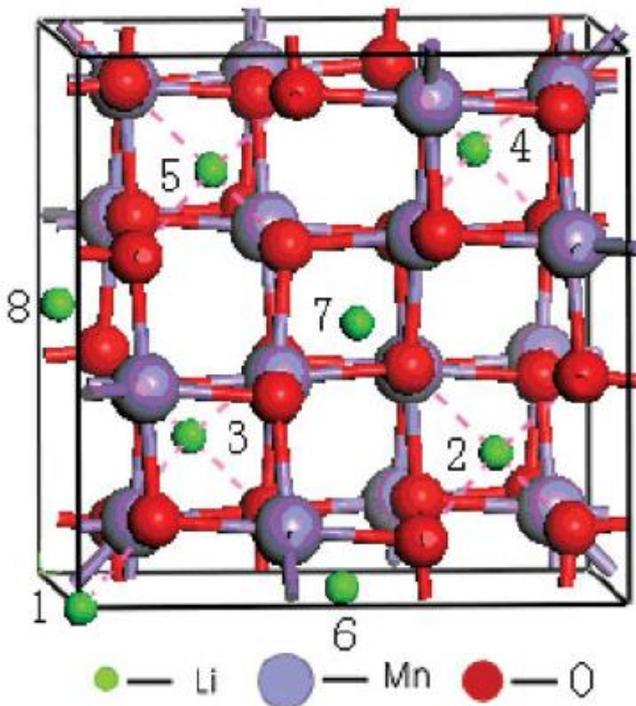
Beberapa peneliti seperti Feng (1992) menyebutkan bahwa *Lithium* Mangan Oksida yang berbentuk Spinel seperti Gambar 2.6 memiliki sifat-sifat yang sangat menguntungkan sebagai adsorben seperti tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta keluar masuknya Li^+ secara topotaktis. Karena beberapa alasan tersebut maka senyawa ini sering digunakan sebagai adsorben inorganik dan juga elektroda baterai.

Lithium Mangan Oksida Spinel yang secara formula umum dapat diekspresikan menjadi $\text{Li}_n\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($1 \leq n \leq 1.33$; $0 \leq x \leq 0.33$; $n \leq 1+x$) (Feng, 1992). Atau juga bisa ditulis seperti ini $(\text{Li})[\text{Li}_x\text{Mn}_{2-x}]\text{O}_4$ dimana (Li) menunjukkan 8a tetrahedral *site*



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

dan $[\text{Li}_x\text{Mn}_{2-x}]$ menunjukkan 16d octahedral sites, oksigen sendiri akan menjadi rangka berbentuk *cubic closed packed* dalam struktur Spinel *Lithium Mangan Oksida* ini, x bisa di isi dari 0 sampai dengan 0.33 yang dapat membentuk beberapa *Lithium Mangan Oksida Spinel* seperti LiMn_2O_4 , $\text{Li}_{1.14}\text{Mn}_{1.86}$, $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$ dan lain lain (Jiang, dkk. 2007).



Gambar 2. 6 Struktur kristal dari *Lithium Mangan Oksida Spinel*
(Sumber: Feng, 1992)

Namun *Lithium Mangan Oksida* yang memiliki kemampuan menyerap *Lithium* terbaik adalah dengan menggunakan $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ seperti yang dilakukan Chung, dkk (2004). Secara komposisi kimia sebenarnya *Lithium Mangan Oksida* yang



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

disintesa oleh Chung ini sudah menyimpang dari komposisi teoritis struktur Spinel yang seperti saya sebutkan diparagraf sebelumnya. Tapi hasil yang didapat oleh Chung menunjukkan struktur kristal berbentuk Spinel, menurutnya ada beberapa kemungkinan yang dapat menjelaskan fenomena ini, seperti adanya *Lithium* berlebih pada 16c oktahedral site $(Li)_{8a} \cdot [Li_{0.2}]_{16c} [Li_{0.4}Mn_{1.6}]_{16d}O_4$. Namun diakuinya juga perlu dilakukan pengujian lebih lanjut misalnya *neutron diffraction analysis* untuk mengetahui secara tepat distribusi *Lithium* pada struktur kristal yang ada. Chitrakar menggunakan metode hidrometalurgi untuk mensintesa $Li_{1.6}Mn_{1.6}O_4$, dari penelitiannya tersebut diketahui *Lithium* Mangan Oksida ini memiliki kemampuan *Lithium uptake* sampai 37mg/g.

2.3.3 Ion Exchange and Solvent Extrtaction Process

Ion exchange and solvent extraction telah diuji untuk *recovery* Li. Pelarut seperti TBP, TOPO, heptafluoro-7,7-dimetil-4-6-octanedione (HD MOD), dll, atau campuran dari ini telah digunakan untuk memisahkan Li dari *brines*. Resin sintesis seperti Zeo-Karb 225, Dia-ion SK, dan AG50W-X8 yang mengandung gugus fungsional sulfonat dan resin pengkhelat juga telah digunakan untuk meningkatkan Li dari sintesis yang berbeda *sinthetis liquors*. Namun penelitian ini kurang dilakukan di lapangan karena kurang berpengaruh (Strelow, dkk. 1974).

2.4 Pemrosesan *Lithium* berbahan dasar lumpur

Lithium sering ditemukan dalam *clays* seperti *montmorillonite*, *kaolinite*, *hektorit*, dll, di berbagai tingkatan mulai 7-6000 proses ppm. Kimia *treating clays* untuk *recovery lithium* yang ditunjukkan pada Tabel 2.4 Pada tahun 1988, Crocker, dkk dari Biro Pertambangan AS melaporkan studi ekstensif untuk *recovery lithium* dari *low grade Nevada clays*. Menggunakan *clays* McDermitt B yang mengandung 0,64% Li, dilakukan beberapa metode yang diterapkan untuk mengekstrak *lithium* termasuk *Multiple-reagent roast water-leaching*, *Sulfur*



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

dioxide roast-water leach, HCL roast-water leach, Limestone gypsum water leach (Marinkina, 1992).

Tabel 2. 4 Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.

Bahan	Pembakaran		Leaching		Maks. Li yang didapatkan (%)	Kemurnian produk akhir
	Pembakaran	Temp. (°C)	Pengekstrak	Temp. (°C)		
<i>Lumpur Montmorillonite</i>	SO ₂	700	H ₂ O	Tidak ditentukan	86	Belum termasuk
	<i>Anhydrous HCl</i>	700	H ₂ O	80	70	
	CaCO ₃ + HCl	750	H ₂ O	80	80	Li ₂ CO ₃
	Gypsum + kapur	1000	H ₂ O	Tidak ditentukan	90	Li ₂ CO ₃ 99%
Lumpur boron	Gypsum + kapur	915	H ₂ O	Temp. ruang an	88	Li ₂ CO ₃
<i>Hectorite</i>	<i>Dolomite</i> + CaSO ₄	1000	H ₂ O	95	92	Li ₂ CO ₃ .LiOH
Lumpur	Belum		NaOH/K	85	66	Li ₂ CO ₃



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

<i>montmorillonite</i>	termasuk	OH/Na ₂ C O ₃ /K ₂ CO ₃ ^b			O ₃
		kons. H ₂ SO ₄ ^c	85 – 100		
Lumpur <i>Bentonite</i>	Belum termasuk	7M H ₂ SO ₄	250	90	Li ₂ C O ₃
<i>Granite</i>	Belum termasuk	120 g/L H ₂ SO ₄	260	68	Belu m term asuk
		300 g/L HCl	90	76	
<i>Pegmatite</i>	Belum termasuk	120 g/L H ₂ SO ₄	260	71	
		300 g/L HCl	90	49	

(Sumber: Chagnes dan Jolanta, 2015)

Catatan: Temp., Temperatur; kons., terkonsentrat; maks. maksimal

^aProduk akhir diproduksi setelah perlakuan lebih lanjut termasuk pada saat pemurnian (Presipitasi, kristalisasi, dll)

^bLangkah 1

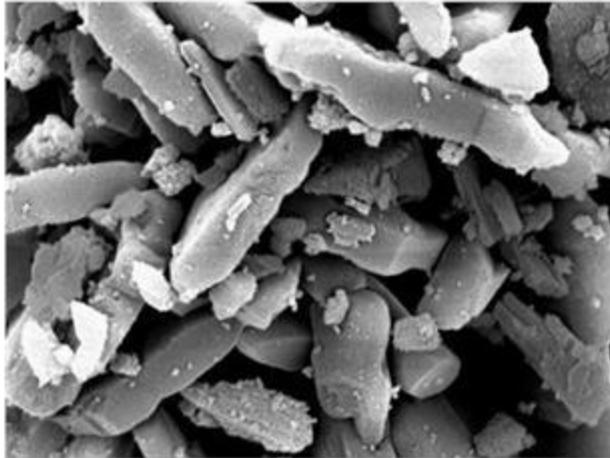
^cLangkah 2

2.4.1 Sulfur dioxide roast-water leach

Metode ini pernah digunakan dalam proses ekstraksi Li dari lumpur montmorillonit dan hektorit. Metode ini terdiri dari dua tahap yang melibatkan *pre-treatment* dari lumpur yang dicampur dengan larutan basa yang terdiri dari karbonat atau hidroksida dari natrium atau kalium, diikuti oleh pencucian asam sulfat. Metode ini telah dipatenkan oleh Kluksdahl. Pada awalnya, *clays* dibuat menjadi *slurry* dengan kaustik di 85° C selama 3 jam. Residu yang diperoleh setelah penyaringan kemudian dicuci dengan 95% H₂SO₄ pada 85° C selama 3 jam pada pH 1. *Slurry* kemudian dipanaskan pada 100° C selama 5 jam sebelum didinginkan sampai suhu lingkungan.



Recovery slurry yang pertama dengan kapur dengan pH 7 dan sesudahnya dengan soda ash untuk pH 12 yang berguna untuk memisahkan kotoran. *Leach liquor* yang telah dimurnikan akhirnya berkarbonasi pada suhu tinggi dengan menambahkan soda abu untuk menghasilkan Li_2CO_3 (Kluksdahl, 1986).



Gambar 2. Hasil SEM Li_2CO_3 yang terbentuk
(Sumber: Anonim, 2005)



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Tabel 2. 5 Hasil-hasil penelitian sebelumnya

Peneliti	Metode	Hasil
Distin PA, Phillips CV (1982)	Ekstraksi menggunakan <i>Li-bearing</i> dari granit dan pegmatit dengan cara <i>leaching</i> . <i>Leaching</i> dilakukan dengan dua sampel granit yang mengandung 0.5% dan 0.07% Li dengan larutan 120 g/L H_2SO_4 pada temperatur $260^\circ C$ selama 3,5 jam.	Menghasilkan 68.2% dan 55.6% Li. Namun, 71.3% Li <i>ter-recovered</i> pada pegmatit (0.65% Li) ketika <i>leaching</i> .
Kluksdahl HE (1986)	Lumpur direaksikan dengan NaOH pada temperatur $85^\circ C$ selama 3 jam kemudian di tambahkan H_2SO_4 agar pH-nya dapat bertahan menjadi 1 selama 3 jam. <i>Slurry</i> dipanaskan hingga mencapai $100^\circ C$ selama 5 jam. Setelah itu didinginkan dan direaksikan dengan $CaCO_3$ dan Na_2CO_3 .	Proses dilakukan hingga selesai, <i>Lithium</i> diperoleh melalui $CaCO_3$ dan Na_2CO_3 yang menghasilkan 60% Li berupa Li_2CO_3
Crocker L, Lien RH, May JT, Witkowsky DS, Seidel DC (1988)	Menggunakan lumpur McDermitt yang mengandung 0,64% Li, beberapa metode yang diterapkan untuk mengekstrak <i>lithium</i> termasuk <i>multiple-reagent Roast water leach</i> , <i>sulfur dioxide roast water leach</i> ,	Karbonasi dari minuman keras menggunakan Na_2CO_3 diproduksi 99% murni Li_2CO_3 , natrium dan kalium sulfat garam juga pulih



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

	HCl <i>roast water leach</i> , dan <i>limestone gypsum roast water leach</i> .	
Buyukburç A, Koksal G. (2005)	Menggunakan proses <i>gypsum limestone</i> untuk mengekstrak <i>lithium</i> dari lumpur boron yang mengandung 0.2% Li. Setelah itu ditambahkan beberapa zat aditif dan kemudian di sinter pada temperatur 915°C selama 110 menit dan di kalsinasi dengan air. Lalu, di <i>leaching</i> pada temperatur ruangan.	Dari proses ini menghasilkan sekitar 88% Li kemudian ditambahkan Na ₂ CO ₃ agar dapat di endapkan dan di uapkan. Sehingga hasil akhirnya berupa Li ₂ CO ₃ .
Amer AM (2008)	Lumpur di larutkan dengan 7M H ₂ SO ₄ yang kemudian di panaskan pada temperatur 250°C dalam <i>autoclave</i> .	Proses <i>leaching</i> kemudian di uapkan yang menghasilkan Li ₂ CO ₃ dengan kemurnian 90% Li pada temperature 250°C
Zbranek V, Bertolli S, Vargas P. (2013)	Lumpur yang terdiri dari dolomit dan montmorillonit di campur dengan CaSO ₄ agar Li dalam lumpur terangkat (0.1-1% Li). Setelah itu di <i>leaching</i> dengan menggunakan air dan di <i>roasting</i> .	Pada temperatur 1000°C kalsinasi dilakukan selama 1 jam yang kemudian di <i>leaching</i> pada temperatur 95°C selama 0.5 jam yang menghasilkan 92% Li.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Gede Panca Ady Sapputra dan Lukman Noerochim (2014)	Menggunakan 0,957 gr MnO_2 dan 0,132 LiOH kemudian di aduk selama 30 menit. Temperatur kalsinasi adalah 200°C dengan variasi waktu, 24, 48 dan 72 jam. <i>Acid treatment</i> dengan 2 liter HCl 0,5M.	Efisiensi adsorpsi yang terbesar dimiliki oleh <i>Lithium Mangan Oksida spinel</i> (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 72 jam. Sedangkan efisiensi desorpsi yang terbesar dimiliki oleh <i>Lithium Mangan Oksida spinel</i> (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 24 jam
Yusuf Kurniawan dan Lukman Noerochiem (2014)	Menggunakan proses hidrotermal dengan sintesa MnO_2 dan LiOH. Dengan variasi temperatur kalsinasi 160°C , 180°C dan 200°C selama 24 jam. Proses <i>acid treatment</i> dengan HCl 0,5M selama 48 jam.	LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sedangkan LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C memiliki efisiensi desorpsi paling tinggi sebesar 1,21%. Secara keseluruhan material yang memiliki efisiensi adsorpsi



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

		dan desorpsi paling baik adalah LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan 200°C .
Gita Akbar dan Lukman Noerochiem (2014)	Menggunakan proses <i>solid state</i> dengan sintesa MnO_2 dan Li_2CO_3 . Sintesa divariasikan pada rasio mol Li/Mn , yaitu 0,5, 0,8, 1 dan 2. Kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Proses <i>acid treatment</i> selama 24 jam didalam 0,5M HCl.	Adsorben LMO dengan struktur kristal spinel memiliki kemampuan menyerap <i>lithium</i> paling tinggi pada rasio mol Li/Mn 1 dengan <i>lithium uptake</i> sebesar 6,6 mg/g, pada LMO yang berstruktur monoklinik tidak dapat menyerap <i>Lithium</i>
Adha Bangkit Banyubiru Tangguh dan Lukman Noerochiem (2016)	Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, <i>leaching</i> menggunakan H_2SO_4 serta CaCO_3 dan Na_2CO_3 sebagai <i>binder</i> Li. Dengan variasi Konsentrasi NaOH 0,1M, 0,3M dan 0,5M.	penambahan NaOH akan berakibat bertambahnya kandungan Li yang di ambil tetapi mengalami penurunan efisiensi. Efisiensi paling tinggi pada penambahan 0,1M NaOH dan kandungan paling tinggi terdapat pada penambahan 0,5M NaOH

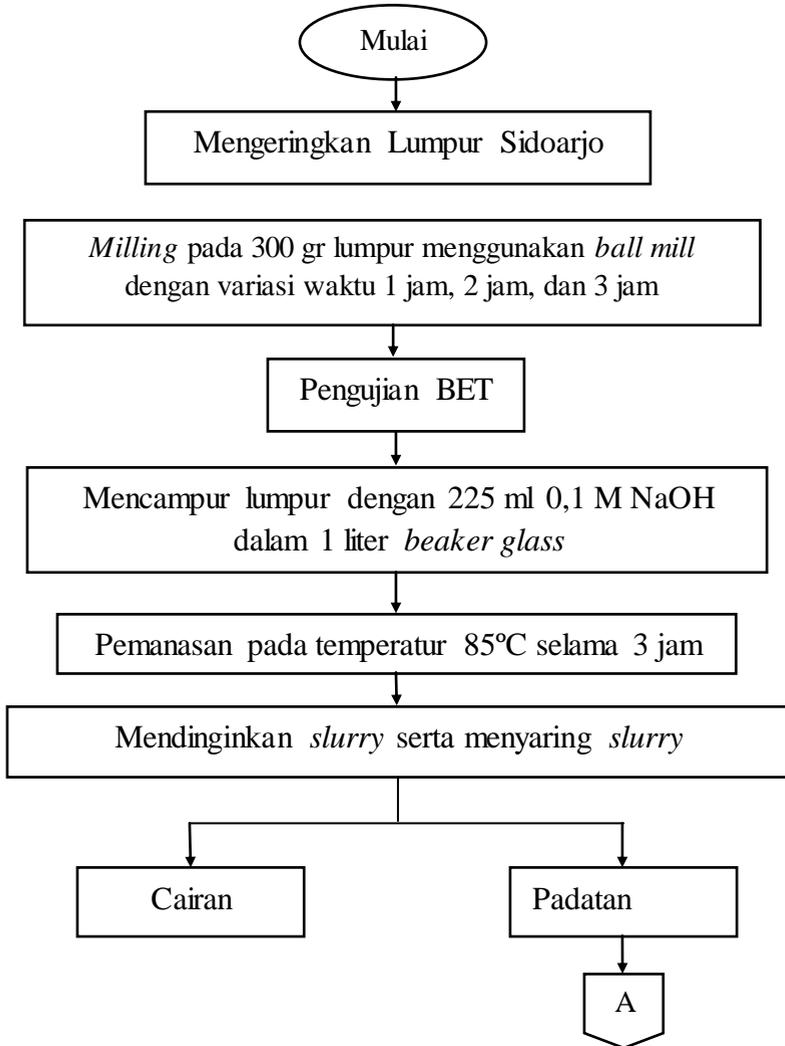


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Hendri Purba dan Lukman Noerochiem (2016)	Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, <i>leaching</i> menggunakan H ₂ SO ₄ serta CaCO ₃ dan Na ₂ CO ₃ sebagai <i>binder</i> Li. Dengan variasi waktu <i>leaching</i> 3 jam, 5 jam, dan 7 jam .	Semakin lama waktu <i>leaching</i> yang dilakukan semakin tinggi prosentase <i>lithium</i> yang dapat diekstrak dari lumpur Sidoarjo
---	--	--

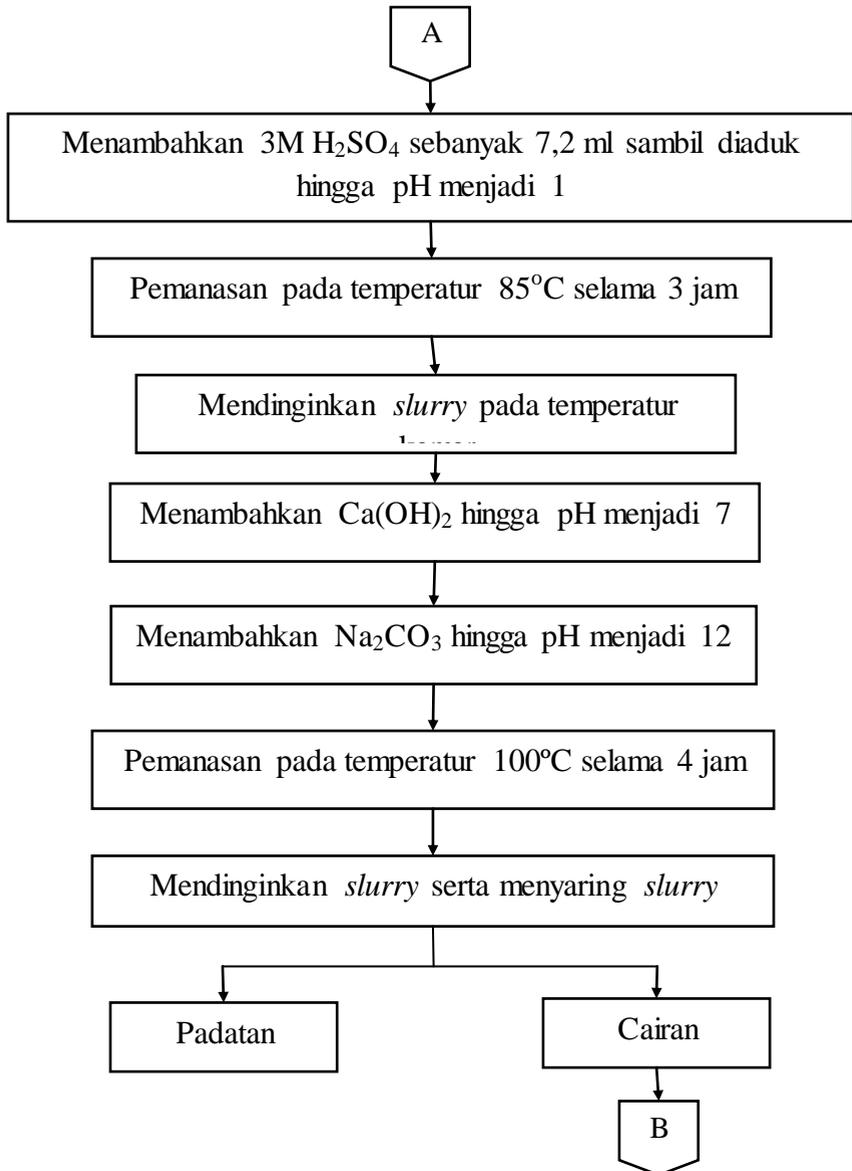
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

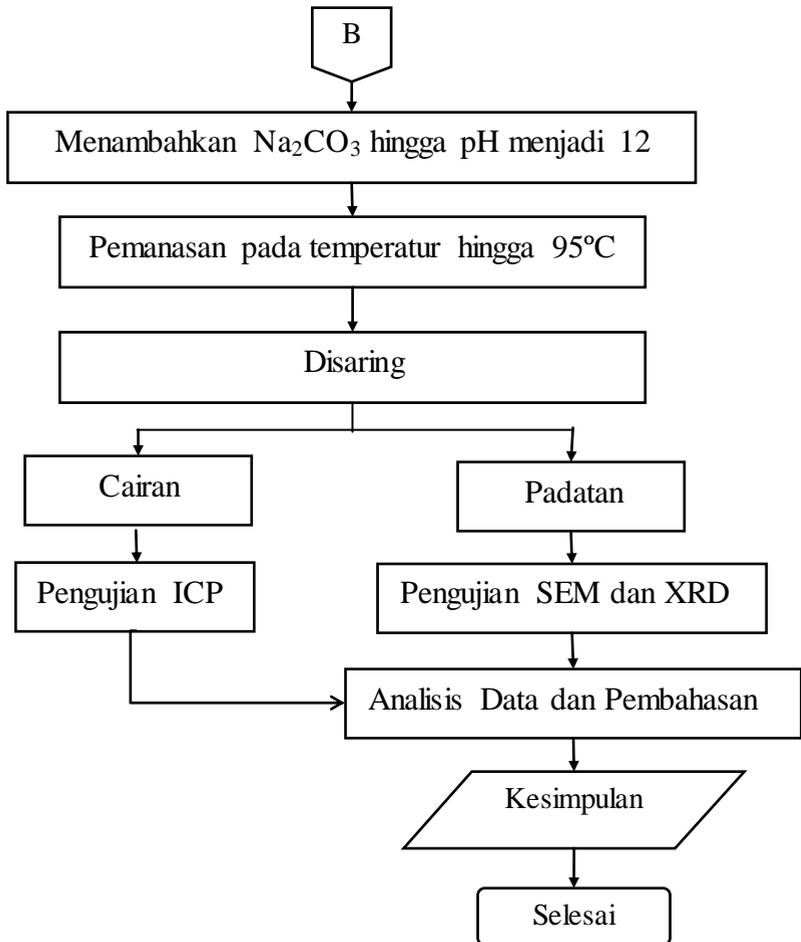
3.1 Diagram Alir Penelitian





BAB III METODOLOGI PENELITIAN





Gambar 3. 1 Diagram proses ekstraksi lithium pada Lumpur Sidoarjo



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- a. Lumpur Sidoarjo
- b. NaOH 0.1 M
- c. H₂SO₄ 3M
- d. Ca(OH)₂
- e. Na₂CO₃

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Neraca Analitik (Digital)
Digunakan untuk menimbang massa lumpur yang sudah dikeringkan.
2. *Ball Mill*
Untuk menghaluskan partikel lumpur kering sehingga ukuran partikelnya menjadi 80 mikron.
3. *Beaker Glass* 500 ml
Digunakan untuk pembuatan larutan dan proses hidrometalurgi
4. *Beaker Glass* 1 Liter
Digunakan sebagai tempat larutan NaOH
5. Pipet tetes
Digunakan untuk memasukkan larutan asam sulfat setetes demi setetes kedalam campuran NaOH dan lumpur
6. *Hot plate*
Digunakan untuk mengeringkan lumpur dan memanaskan *slurry*.
7. *Glove*
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan bahan berbahaya.
8. Kertas Saring
Untuk memisahkan padatan dengan larutan yang ada dalam *slurry*
9. *Shieving*



Untuk didapatkan ukuran partikel yang homogen

10. ICP (*Inductively Coupled Plasma*)

Digunakan untuk mengetahui kandungan unsur Lithium pada larutan sebelum dan sesudah proses recovery.

11. SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Digunakan untuk menganalisis dan mengetahui ukuran dan bentuk kristal hasil ekstraksi lumpur.

12. BET (Brunauer – Emmett – Teller)

Digunakan untuk mengetahui luas permukaan aktif yang dimiliki oleh suatu partikel

13. XRD (*X-ray Diffraction*)

Digunakan untuk mengetahui senyawa senyawa yang terdapat dalam hasil Ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Preparasi Lumpur

- 1 Menjemur lumpur dibawah sinar matahari
- 2 Mengambil 300g lumpur yang sudah dikeringkan dengan menggunakan timbangan digital.
- 3 Lumpur kering dihaluskan menggunakan *ball mill* dengan variasi 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.
- 4 Melakukan penyaringan pada lumpur hasil *ball mill* sehingga didapatkan partikel lumpur berukuran < 80 mikron.

3.4.2 Pembuatan Slurry

- 1 Menyiapkan larutan NaOH 225 ml 0.1 M didalam *beaker glass* ukuran 1 L.
- 2 Memasukkan partikel lumpur kedalam larutan NaOH kemudian dipanaskan pada temperatur 85 °C selama 3 jam hingga membentuk *slurry*.
- 3 Mendinginkan *slurry* dan melakukan penyaringan untuk mengambil padatan.



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.4.3 Oksidasi

1. Meneteskan padatan secara perlahan dengan asam sulfat (H_2SO_4) (95%) 3M sebanyak 7.2 ml dan melakukan pengadukan.
2. Memanaskan pada temperatur 85°C selama 3 jam dengan pengadukan secara terus menerus untuk menjaga pH.

3.4.4 Leaching

1. Mendinginkan di temperatur kamar.
2. Memberikan *treatment slurry* yang telah dingin dengan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pH 7 dan Na_2CO_3 pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur 100°C selama 4 jam.
3. Menyaring *slurry* untuk menghilangkan solid yang tidak bereaksi dengan magnesium dan kalsium karbonat.
4. Menambahkan larutan dengan Na_2CO_3 hingga pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur 95°C .
5. Menyaring larutan yang memiliki temperatur 95°C .
6. Memfiltrasi larutan untuk mendapatkan lithium karbonat.

3.5 Pengujian Karakterisasi Material

3.5.1 X-ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel maka dilakukan pengujian XRD menggunakan instrument PAN *Analytical* dengan *range* sudut 10° - 90° dan menggunakan panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ sebesar 1.54056 \AA yang dilakukan di Departemen Teknik Material FTI-ITS. Sebelum dilakukan pengujian XRD dilakukan preparasi terhadap sampel berupa digerus terlebih dahulu menggunakan mortar agar didapatkan ukuran yang homogen, kemudian sampel diletakkan di tengah-tengah *plate* agar tepat pada titik fokus hamburan sinar-X.

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.6. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X

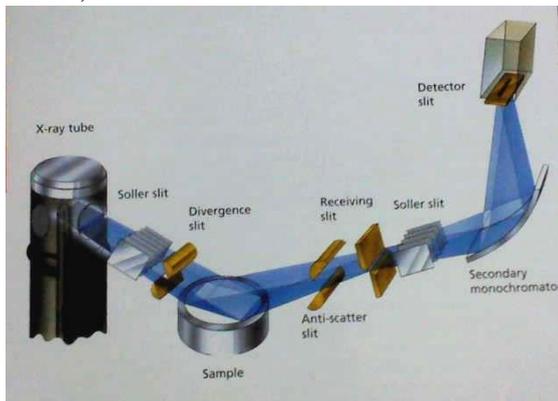
1. Sampel berbentuk serbuk diletakkan diatas tatakan (*plate*) yang dapat diatur.



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

2. Berkas sinar-x didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
3. Pola difraksi sinar-x direkam dalam bentuk kurva intensitas terhadap sudut difraksi.

Untuk menentukan fasa yang terbentuk dapat dilakukan dengan metode pencocokan terhadap difraksi acuan. Pada penelitian ini digunakan data standar yang diperoleh melalui JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*).



Gambar 3. 2 Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD)

Melalui bantuan *software highscore plus* pertama dilakukan pencarian puncak-puncak difraksi dari sampel (*search peak*), kemudian dilakukan pencocokan terhadap JCPDS referensi dalam hal ini adalah JCPDS No. 49-0207. Akan terlihat puncak yang bersesuaian terhadap acuan, dan apabila ditemukan puncak lain dengan intensitas tinggi namun tidak bersesuaian dengan acuan dapat dikatakan ada suatu pengotor yang harus diidentifikasi

3.5.2 Scanning Electron Microscop (SEM)

Pada penelitian ini menggunakan mesin SEM Inspect S50 menggunakan energy 20 kV dan diambil foto morfologi dengan

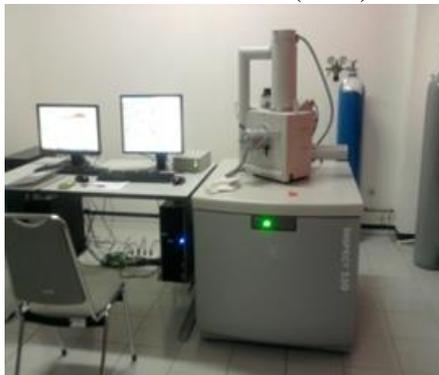


BAB III METODOLOGI PENELITIAN

perbesaran 5000x, dan 7.500x. Preparasi spesimen dilakukan dengan cara digerus menggunakan mortar kemudian dilakukan coating permukaan menggunakan AuPb agar tidak terjadi charging pada saat penggunaan SEM. Pengujian SEM dilakukan di laboratorium karakterisasi Departemen Teknik Material ITS.

SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar dari sampel dengan menggunakan elektron yang terfokus. Elektron berinteraksi dengan elektron pada sampel, menghasilkan beberapa jenis sinyal yang dapat dideteksi dan mengandung informasi tentang topografi permukaan sampel dan komposisinya. Mengamati permukaan padat dengan perbesaran $M= 10-100000$ X, resolusi permukaan hingga kedalaman 3-100 nm. Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).



Gambar 3. 3 Alat SEM



3.5.3 EDX (Energi Dispersive X-ray)

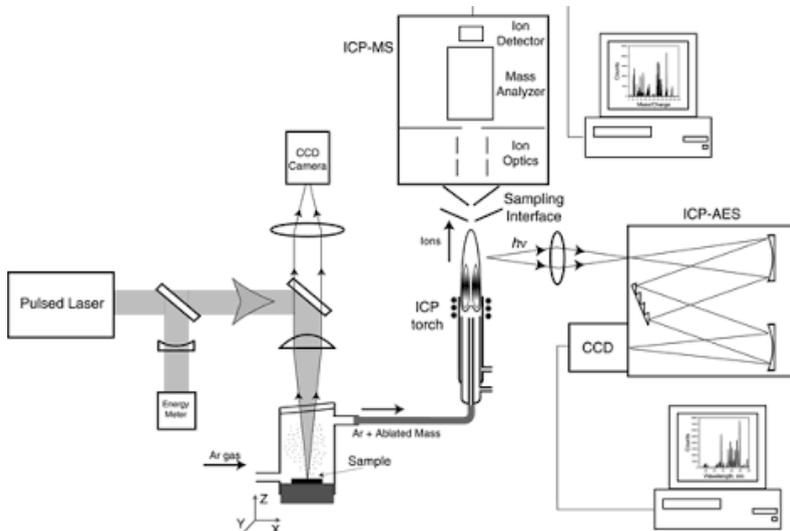
Energy Dispersive X-ray adalah suatu pengujian yang berguna untuk mengetahui unsur-unsur apa saja yang terdapat pada suatu material. Biasanya alat pengujian ini menjadi satu dengan alat uji SEM, karena pada dasarnya ialah sama menggunakan gelombang x-ray untuk mengeksitasi elektron yang terdapat pada senyawa tersebut yang nantinya ditangkap oleh detektor untuk mengetahui unsur tersebut.

Pada penelitian ini EDX digunakan untuk menguji sampel untuk mengetahui unsur apa saja yang terdapat pada sampel tersebut, pengujian ini sangat berguna karena dengan uji EDX kita dapat mengetahui apakah ada unsur-unsur yang merupakan kontaminan, atau adakah unsur-unsur yang merupakan reaktan yang tidak bereaksi.

3.5.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)

ICP adalah salah satu instrumen yang berfungsi untuk menganalisa logam-logam pada larutan. ICP termasuk dalam *spectro atomic* yaitu sebuah teknik yang digunakan untuk mendeteksi jejak logam pada sampel dan untuk mendapatkan karakteristik unsur-unsur yang memancarkan gelombang tertentu. Alat ini menggunakan metode *spectrophotometer* emisi yang artinya adalah metode analisis yang didapat pada pengukuran intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas dan ada sekitar 80 unsur yang dapat dianalisa seperti pada gambar 3.4.

Dalam penelitian ini, alat ICP digunakan untuk mengetahui jumlah unsur litium yang terkandung pada larutan litium, baik sebelum *proses hydrometallurgy* maupun sesudah *hydrometallurgy*. Dengan menghitung unsur litium menggunakan alat ICP, maka akan diketahui kemampuan *uptake* litium.



Gambar 3.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)

3.5.5 BET (Brunauer – Emmet – Teller)

BET (Brunauer-Emmet-Teller) Nova 4200e dapat menghasilkan luas permukaan BET sebagai ukuran pori-pori dan mampu mengukur baik adsorpsi dan desorpsi isoterm dalam beberapa jam. Kisaran luas permukaan dimulai dari $0,01 \text{ m}^2/\text{g}$ dan pori berbagai ukuran $0,35\text{-}400 \text{ nm}$. Teori BET dapat digunakan setelah dilakukan uji menggunakan alat SAA (Surface Area Analyzer). Alat ini berfungsi untuk menentukan diameter dan volume pori, serta luas permukaan spesifik material. Berdasarkan prinsip adsorpsidesorpsi gas adsorbat. Mekanisme adsorpsi gas tersebut berupa penyerapan gas (nitrogen, argon dan helium) pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu tetap. Jika diketahui volume gas (nitrogen, argon, atau helium) yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan diketahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung. Luas permukaan



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

merupakan jumlah pori pada setiap satuan luas dari sampel. Sementara luas permukaan spesifik adalah luas permukaan per satuan gram (Perwira, 2014). Untuk menghitung luas padatan tersebut, teori BET inilah yang digunakan dengan menggunakan persamaan 3.1.

$$S = \frac{X_m L_{av} A_m}{M_v} \quad (3.1)$$

S yaitu luas permukaan total, yaitu kapasitas monolayer yang dapat diperoleh melalui persamaan 3.2, yaitu bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol), yaitu luas penampang adsorbat dengan nilai $0,162 \text{ nm}^2$ menggunakan adsorbat nitrogen, dan yaitu volume molar gas ideal sebesar $22,4 \text{ liter/mol}$. Sementara kapasitas monolayer dapat diketahui menggunakan slope dan intercept dari hasil uji.

$$X_m = \frac{1}{s+i} \quad (3.2)$$

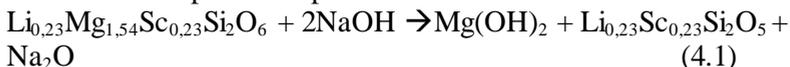
Pada analisis luas permukaan menggunakan uji SAA, sering digunakan gas nitrogen. Hal ini disebabkan tersedianya gas nitrogen dalam kemurnian yang tinggi dan dapat berinteraksi dengan kuat dengan kebanyakan padatan. Biasanya, interaksi antara fasa gas dan padat lemah, sehingga permukaan didinginkan menggunakan nitrogen cair untuk memperoleh jumlah adsorpsi yang terdeteksi. Selanjutnya, tekanan relatif yang lebih rendah dibandingkan dengan tekanan atmosfer didapatkan dalam kondisi setengah vakum. Setelah lapisan adsorpsi terbentuk, gas nitrogen kemudian dihilangkan atau dibebaskan dari sampel dengan cara dipanaskan (Hwang and Barron, 2011).

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1. Proses Ekstraksi Li_2CO_3

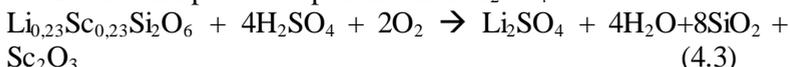
Dalam proses ekstraksi lithium menggunakan metode hidrometalurgi terjadi banyak reaksi yang akhirnya menjadikan kandungan (wt%) lithium dalam suatu ore menjadi bertambah atau semakin murni, Menurut Kawecki, dkk (1961) pada patent US3007770, penambahan NaOH dilakukan pada proses penghilangan $\text{Al}(\text{OH})_2$, FeO, dan MnO_2 . Sementara menurut Yan, dkk (2012) penambahan NaOH bertujuan untuk menghilangkan $\text{Mn}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$. Pada Meshram (2014) diketahui bahwa terdapat pembentukan senyawa $\text{Mg}(\text{OH})_2$ pada penambahan NaOH

1. Reaksi pada saat penambahan NaOH



Menurut Jandova (2010), pada proses leaching menggunakan H_2SO_4 , akan terbentuk Li_2SO_4

2. Reaksi pada saat penambahan H_2SO_4

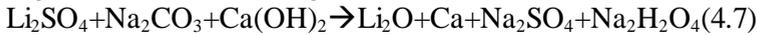
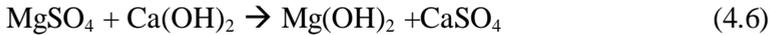


Berdasarkan Botten, dkk (1965), tujuan adanya penambahan Na_2CO_3 adalah untuk menghilangkan pengotor Ca^{2+} pada proses ekstraksi. Berdasarkan penelitian Dresler (1998) penambahan Na_2CO_3 selain untuk menghilangkan Ca^{2+} juga dimaksudkan untuk membentuk Li_2CO_3 , apabila terjadi kekurangan Na_2CO_3 , maka tidak akan terbentuk Li_2CO_3 melainkan Li_2O . Berdasarkan Jandova (2010) pada penambahan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ terjadi proses penghilangan pengotor seperti pada saat penambahan NaOH. Berdasarkan Vieceli (2018) terjadi penghilangan sisa H_2SO_4 menjadi gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dan penghilangan pengotor Al. Sementara berdasarkan Choubey (2016) proses penambahan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor berupa Al, Fe, dan Mg



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

3. Reaksi pada saat penambahan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan Na_2CO_3

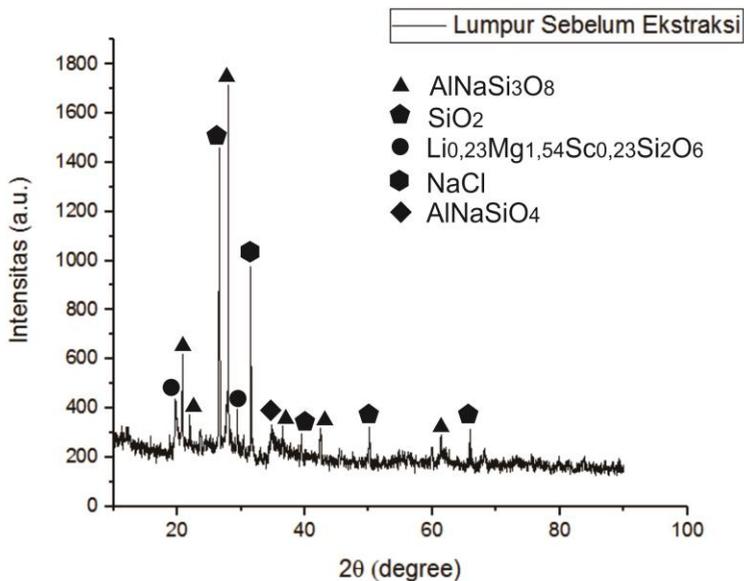


4. Reaksi pada saat penambahan Na_2CO_3 berlebih



4.2. Pengujian XRD

Gambar 4.1 menunjukkan hasil XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi.



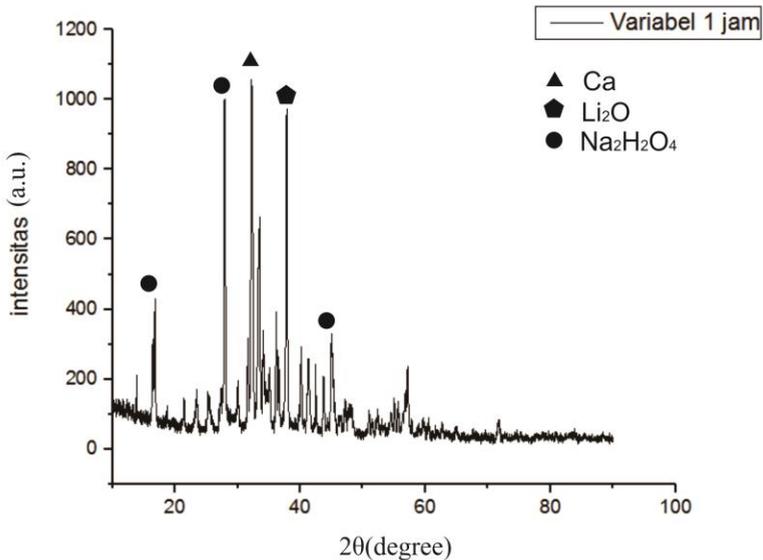
Gambar 4. 1 Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum di ekstraksi.

Pada gambar 4.1. ditemukan senyawa $\text{AlNaSi}_3\text{O}_8$ (albite) yang sesuai dengan entry no 96-900-0585 pada peak $20,12^\circ$; $21,95^\circ$;



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

27,99°; 36,52°; 42,45°; 61,37°, SiO₂ (quartz) yang sesuai dengan entry no 96-901-3322 pada peak 26,59°; 39,44°; 66,11°, Li_{0,23}Mg_{1,54}Sc_{0,23}Si₂O₆ (protopyroxene) sesuai dengan 96-900-2033 pada peak 20,46°; 28,42°, NaCl (halite) sesuai dengan entry no. 96-900-6377 pada peak 31,58°, AlNaSiO₄ (carnegieite) sesuai dengan entry no. 96-101-0958 pada peak 34,49°. Senyawa – senyawa ini mirip dengan bahan dasar pada penelitian Yan, 2012 yaitu mengandung unsur pengotor berupa albite dan quartz, namun kandungan litiumnya berupa lepidolite (K(Li, Al)₃(Si,Al)₄O₁₀(F,OH)₂). (Yan, dkk, 2012)



Gambar 4. 2 Hasil ekstraksi dengan waktu *milling* 1 jam

Gambar 4.2 menunjukkan hasil XRD dengan waktu *milling* 1 jam terhadap proses ekstraksi. Dalam hasil tersebut terdapat tiga senyawa utama yaitu Li₂O, Ca, dan Na₂H₂O₄, dalam proses ekstraksi. Li₂O yang ditemukan pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (Crystallography Open Database) entry no 96-



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

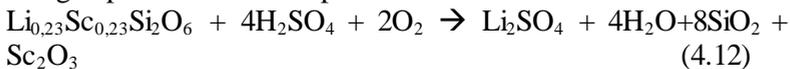
151-4097. Hal ini dapat dibuktikan pada *peak* yang berada pada posisi 2θ 32,22 dengan intensitas *peak* $5,56^\circ$ yang merupakan senyawa Li_2O . Senyawa Li_2O yang berhasil terbentuk pada proses ekstraksi ini memiliki sistem kristal berbentuk cubic.

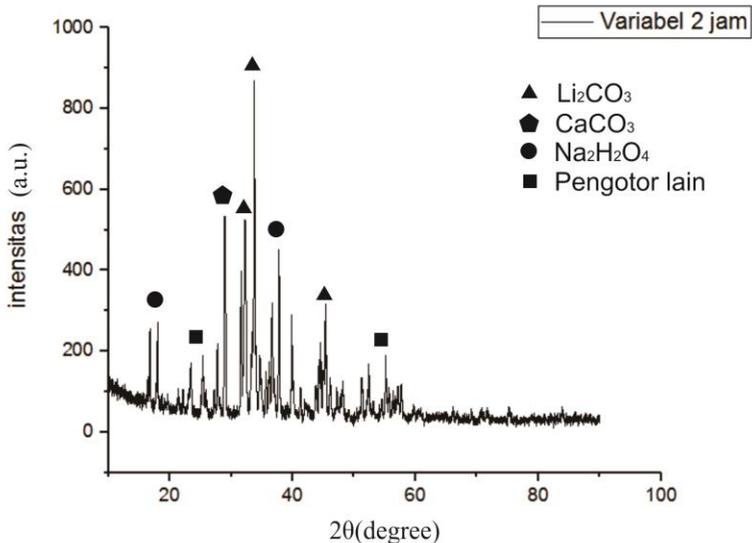
Pengotor yang terbentuk pada proses ekstraksi variabel milling 1 jam ini yang pertama berupa Ca yang terbentuk pada 2θ $27,93^\circ$ dengan intensitas 100 yang memiliki sistem kristal berbentuk cubic sama seperti Li_2O namun memiliki ukuran parameter sel yang berbeda, Li_2O memiliki ukuran parameter sel sebesar $4,81 \text{ \AA}$ sementara Ca memiliki ukuran parameter sel sebesar $5,53 \text{ \AA}$, jadi ukuran kristal yang dimiliki oleh Ca lebih besar apabila dibandingkan dengan Li_2O .

Pengotor lainnya yang terbentuk pada proses Ekstraksi dengan variabel milling 1 jam ini yaitu $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ (*Thermonatrite*) yang dapat ditunjukkan pada *peak* 2θ $16,83^\circ$; $33,49^\circ$; $37,85^\circ$ dengan intensitas masing – masing 1,96; 3,09; 5,22. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ yang terbentuk pada proses ini memiliki sistem kristal *orthorombic* sehingga bentuknya tidak teratur karena memiliki nilai a, b, dan c pada sistem kristal yang berbeda. Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut:



Gambar 4.3 menunjukkan hasil ekstraksi dengan waktu *milling* 2 jam. Penambahan waktu milling meningkatkan tingkat reaktivitas lumpur kering sehingga reaksi terjadi dengan sempurna sehingga terbentuklah senyawa Li_2CO_3 . Hal ini dapat dibuktikan pada *peak* dengan posisi 2θ $34,01^\circ$; $31,86^\circ$; $40,12^\circ$ yang intensitasnya berturut turut 100; 43,4; 29,76 dan sesuai dengan data COD entry no 96-900-8284. Berdasarkan data yang didapat dari data COD entry no 96-900-8284 diketahui bahwa Li_2CO_3 yang terbentuk memiliki sistem kristal *monoclinic*. Dengan persamaan reaksi pembentukan





Gambar 4. 3 Hasil ekstraksi dengan waktu *milling* 2 jam.

Selain itu, dalam Gambar 4.3 juga terdapat pengotor berupa $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ yang terlihat pada 2θ $32,52^\circ$; $38,05^\circ$; $36,9^\circ$; $42,9^\circ$; $17,03^\circ$ dengan intensitas masing masing $52,61$; $46,12$; $30,86$; $29,76$; $25,5$ yang sesuai dengan data COD entry no 96-101-1296. Na_2CO_3 yang terbentuk dalam proses ini memiliki kristal sistem yang sama seperti ekstraksi menggunakan variabel *milling* 1 jam yaitu orthorhombic. Dan juga terdapat pengotor berupa CaCO_3 pada 2θ $29,19^\circ$ dengan intensitas $59,19$. CaCO_3 yang terbentuk dalam proses ini memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) Hal ini dikarenakan penambahan Na_2CO_3 yang berlebihan mengakibatkan munculnya pengotor $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ dan CaCO_3 . Hal ini didapatkan berdasarkan reaksi

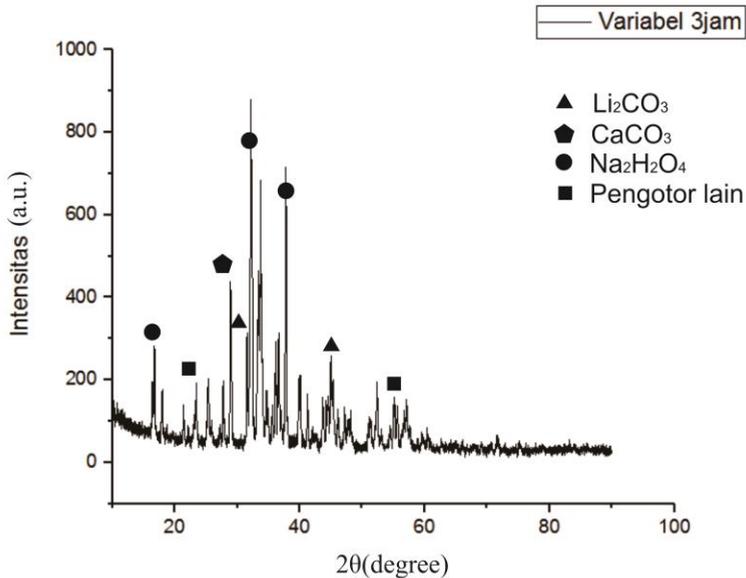


Gambar 4.4 menunjukkan hasil XRD dengan waktu *milling* 3 jam terhadap proses ekstraksi. Pada sampel ketiga, teridentifikasi adanya Li_2CO_3 yang terbentuk pada posisi 2θ $31,64^\circ$; $40,16^\circ$;



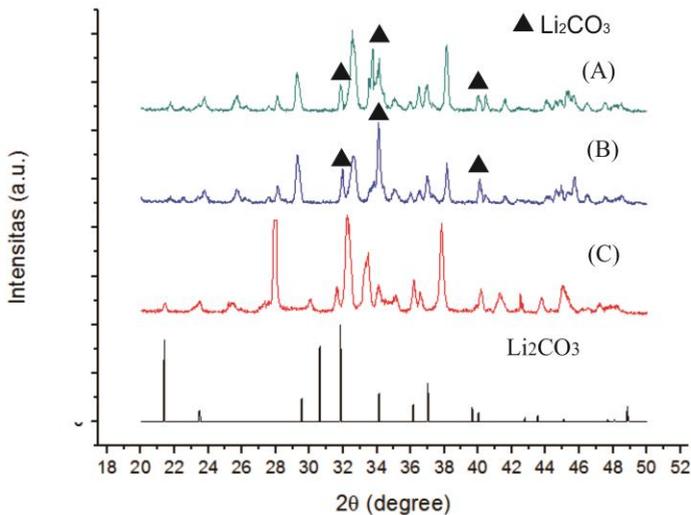
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

34,01°; yang memiliki intensitas masing masing 33,54; 19,02; 21,77. Li_2CO_3 yang terbentuk dalam proses ini memiliki sistem kristal yang sama seperti pada proses ekstraksi dengan variabel milling 2 jam yaitu monoclinic.



Gambar 4. 4 Hasil pengujian XRD ekstraksi dengan waktu *milling* 3 jam

Peak tersebut sesuai dengan data COD entry no 96-900-8284. Dengan bertambahnya waktu *milling*, ternyata Li_2CO_3 yang terbentuk semakin berkurang. Pengotor yang terbentuk pada variabel *milling* 3 jam sama dengan variabel *milling* 2 jam yaitu $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ dan CaCO_3 dengan struktur kristal yang sama yaitu orthorhombic dan trigonal (hexagonal axes).



Gambar 4. 5 Hasil pengujian XRD dengan waktu milling (C) 1 jam, (B) 2 jam, (A) 3 jam.

Gambar 4.5 menunjukkan hasil XRD ketiga sampel ekstraksi litium yang mendapat perlakuan waktu *milling* 1 jam, 2 jam, 3 jam sebelum dilakukannya proses ekstraksi. Dalam gambar tersebut dikelompokan *peak peak* yang sefasa, artinya *peak peak* yang memiliki karakteristik yang mirip antara satu dengan yang lain. Sehingga dapat dibandingkan antara proses ekstraksi dengan menggunakan waktu *milling* 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.

Selain itu, pada Gambar 4.5 juga ditemukan penurunan tingkat intensitas *peak* antara variabel 3 jam dengan variabel 2 jam. Hal ini bisa terjadi karena adanya tingkat reaktivitas yang meningkat pada lumpur Sidoarjo akibat proses *milling*, dengan meningkatnya tingkat reaktivitas menjadikan pengotor yang berada di dalam lumpur semakin reaktif juga sehingga didapatkan jumlah pengotor yang terbentuk semakin tinggi pula. Pada variabel waktu *milling* 1 jam, belum terbentuk adanya Li_2CO_3 hal ini diindikasikan karena terdapat adanya kesalahan dalam



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

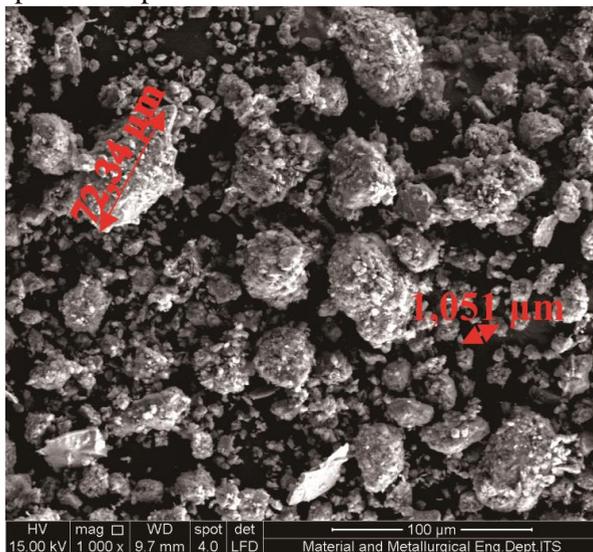
penambahan reaktan berupa kurangnya jumlah reaktan sehingga proses yang terjadi tidak sempurna.

Dari hasil pengujian XRD yang dilakukan, penambahan waktu *milling* mengakibatkan intensitas peak Li_2CO_3 semakin berkurang. Namun pengurangan ini tidak terlalu berpengaruh karena perbedaan yang tidak mencolok

4.2 Pengujian SEM

4.2.1. Sebelum Ekstraksi

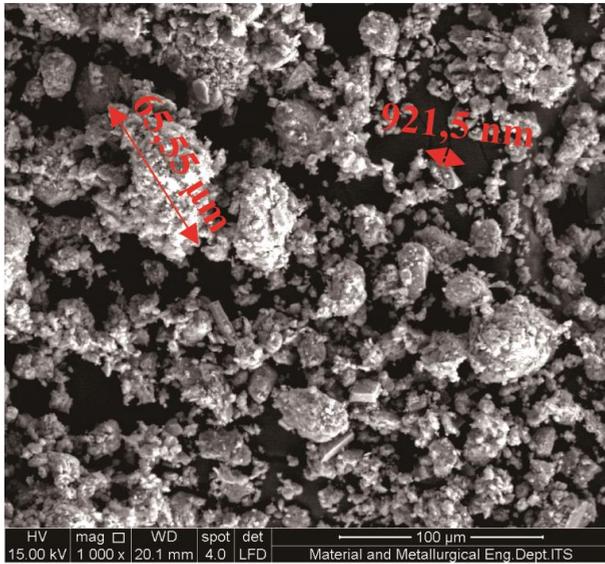
Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel yang terdapat pada lumpur Sidoarjo setelah melalui proses *milling*. Ukuran partikel yang terbentuk pada setiap variasi waktu *milling* dapat dilihat pada Tabel 4.1.



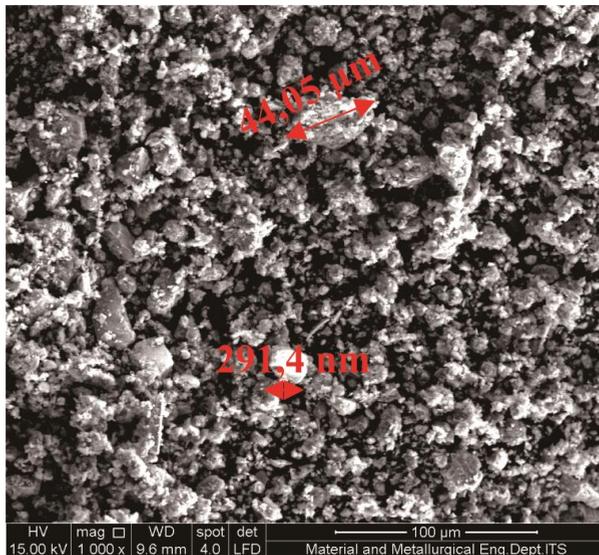
Gambar 4. 6 Variasi *milling* 1 jam



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Gambar 4. 7 Variasi milling 2 jam



Gambar 4. 8 Variasi milling 3 jam



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Tabel 4. 1 Pengaruh milling terhadap ukuran partikel lumpur Sidoarjo

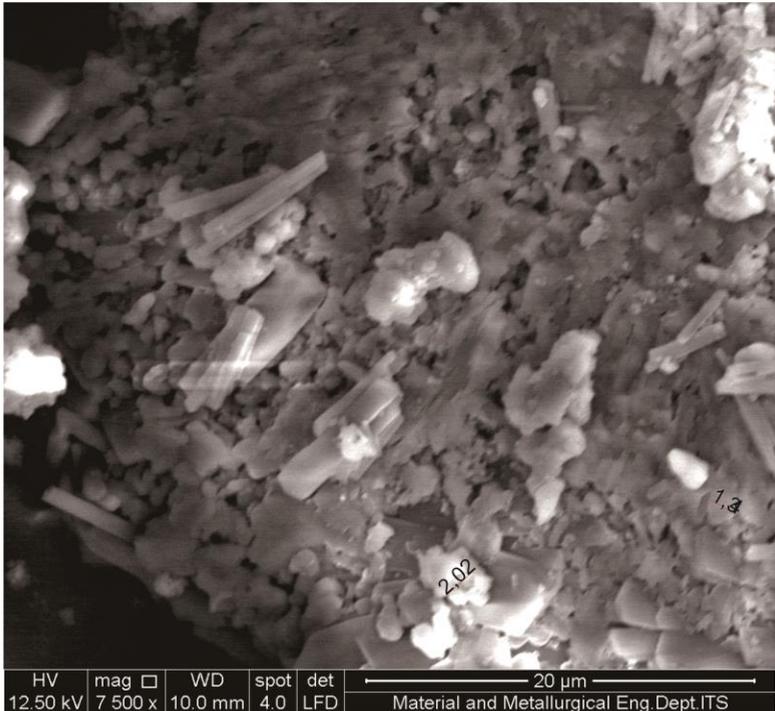
Waktu Milling	Ukuran Partikel (μm)	Shieving $<37 \mu\text{m}$ (%)	Shieving $>37 \mu\text{m}$ (%)
1 jam	72,34 – 1,05	23,68	76,32
2 jam	65,55 – 0,92	30,84	69,16
3 jam	44,05 – 0,29	40,04	59,96

Berdasarkan tabel 4.1 diketahui bahwa ukuran partikel serbuk lumpur Sidoarjo berbeda untuk setiap hasil millingnya, pada hasil milling 1 jam didapatkan partikel memiliki ukuran partikel paling besar 72,34 μm dan paling kecil 1,05 μm . Lalu pada Variabel waktu milling 2 jam didapatkan partikel dengan ukuran paling besar 65,55 dan paling kecil 0,92 μm . Sedangkan pada variasi waktu 3 jam didapatkan ukuran partikel paling besar 44,05 μm dan paling kecil 0,29 μm . Sehingga semakin lama waktu milling akan menghasilkan ukuran partikel lumpur yang semakin kecil.

Menurut (Balaz, 2003), penumbukan mineral merupakan aktivasi mekanik yang sering digunakan, yang mampu menyebabkan perubahan pada sifat fisik maupun kimia dari suatu material. Proses milling yang dilakukan dengan energi yang tinggi menyebabkan adanya pengurangan ukuran partikel yang terjadi untuk semakin lamanya waktu milling.

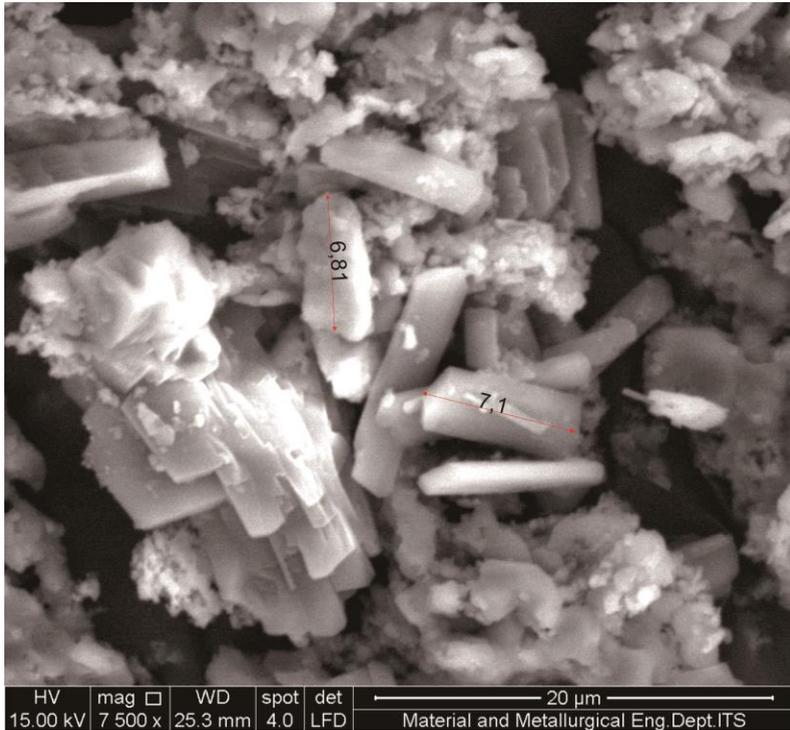
4.2.2. Setelah Ekstraksi

Pengujian SEM juga dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel yang terdapat pada serbuk yang terbentuk setelah melalui proses ekstraksi. Ukuran partikel masing-masing serbuk dapat dilihat pada Tabel 4.2



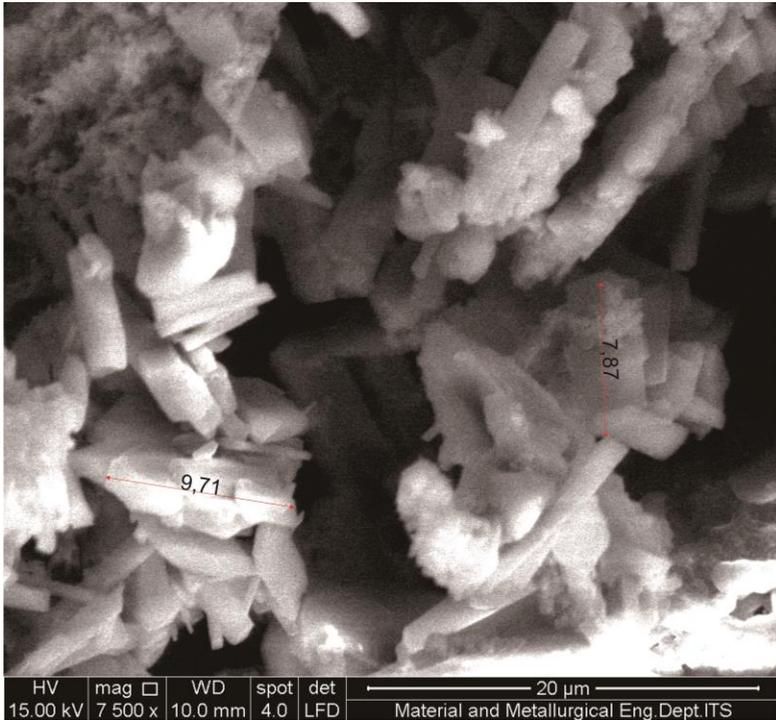
Gambar 4. 9 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 1 jam.

Pada gambar 4.9. terlihat morfologi dan bentuk kristal dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel waktu milling 1 jam, nampak adanya batang batang persegi panjang yang memanjang, ada pula yang berbentuk kubus, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD diketahui sistem kristal Ca dan Li_2O berbentuk cubic, sementara $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ berbentuk orthorombic. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.9. tersebut dapat diambil hasil berupa yang memiliki bentuk persegi atau menyerupai persegi merupakan Li_2O dengan range ukuran 1,24 – 2,02 mikron.



Gambar 4. 10 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 2 jam

Pada gambar 4.10 morfologi yang terlihat sedikit berbeda karena memiliki kandungan yang berbeda, berdasarkan hasil dari analisis XRD, diketahui bahwa senyawa yang terdapat pada gambar diatas yaitu Li_2CO_3 , CaCO_3 , dan $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ yang memiliki sistem kristal masing – masing monoclinic, trigonal (hexagonal axes), dan orthorhombic. Berdasarkan gambar 2.7, diketahui bahwa morfologi dari Li_2CO_3 berbentuk seperti balok lebar panjang. Pada hasil ekstraksi dengan variabel milling 2 jam ini diketahui bahwa ukuran Li_2CO_3 sebesar 6,81 – 7,1 mikron.



Gambar 4. 11 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan waktu milling 3 jam

Pada gambar 4.11. merupakan morfologi hasil ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel milling 3 jam, berdasarkan hasil XRD, didapatkan fasa yang terbentuk pada proses ini sama dengan yang terbentuk pada proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel milling 2 jam yaitu Li_2CO_3 , CaCO_3 , dan $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$. Li_2CO_3 yang terbentuk pada proses ini memiliki ukuran 7,87 – 9,71 mikron dengan morfologi menyerupai balok.



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Tabel 4. 2 Ukuran partikel dari senyawa Li dengan variasi waktu milling 1 jam, 2 jam, dan 3 jam

Waktu Milling	Ukuran Butir
1 jam	1,24 – 2,02 μm
2 jam	6,81 – 7,1 μm
3 jam	7,87 – 9,71 μm

Dari hasil pengujian SEM, terjadi peningkatan ukuran butir yang diakibatkan penambahan waktu milling pada proses ekstraksi. Semakin lamanya waktu milling membuat senyawa Li hasil ekstraksi menjadi semakin jelas bentuk morfologinya. Berdasarkan Vieceli (2017), semakin lamanya waktu milling, akan semakin mengecilkan ukuran partikel, namun setelah adanya proses kimia akan lebih memicu adanya proses aglomerasi. Hal yang sama juga telah di observasi oleh Balaz (2000), Yilmaz dan Apaydin (2014), Zhang, dkk. (2010), Kleiv dan Thomhill (2006), Yarkadas dan Yildiz (2008). Menurut (Zhang ,dkk, 2010), tingginya energi permukaan yang tersimpan akibat adanya aktivasi mekanik akan mudah dikeluarkan, dengan cara membentuk agregat dari partikel partikel berukuran kecil. Seperti pada Kleiv dan Thomhill (2006), perilaku ini secara umum diteliti pada proses dry milling dan dijelaskan dengan aglomerasi dari partikel yang terbentuk setelah adanya pengurangan ukuran.

4.3 Pengujian ICP

4.3.1 Hasil ICP Lumpur Sidoarjo Sebelum Proses Ekstraksi

Pengujian ICP terhadap Lumpur Sidoarjo dilakukan bertujuan untuk mengetahui seberapa banyak kandungan Li yang masih belum di ekstraksi. Selain itu, dari pengujian ICP Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan tinjauan untuk mengetahui efisiensi dari variasi penambahan waktu milling terhadap ekstraksi Lumpur Sidoarjo.



Pengujian ICP sebelumnya pernah dilakukan oleh Noerochim dan Gede (2014), pada penelitian tersebut dijelaskan bahwa pengujian kadar kandungan Li^+ pada Lumpur Sidoarjo dilakukan dengan menggunakan ICP dan mendapatkan hasil kandungan Li^+ yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo sebanyak 15,985 ppm, dan lumpur yang diambil dekat dengan sumber semburan, karena sampel yang digunakan pada penelitian kali ini diambil dekat sumber semburan maka kandungan Li^+ yang terkandung dianggap sama yaitu 15,985 ppm

4.3.2 Hasil ICP Lithium

Hasil dari pengujian ICP untuk proses Ekstraksi Lumpur Sidoarjo menunjukkan seberapa banyak Lithium yang dapat di ambil dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini dapat di ketahui melalui sampel yang di dapat dari variasi waktu milling 1 jam, 2 jam, dan 3 jam yang telah di Uji ICP.

Preparasi pengujian ICP dilakukan melalui pengambilan hasil ekstraksi yang dilarutkan dalam 15 ml aquades. Larutan kemudian di uji ICP untuk mengetahui seberapa banyak Li yang telah di peroleh melauai proses Ekstraksi Lumpur Sidoarjo yang ditunjukkan pada Tabel 4.3

Tabel 4. 3 Hasil pengujian ICP pada variasi waktu milling

Waktu Milling	Volume larutan (<i>ml</i>)	Kandungan Li (<i>ppm</i>)
1 jam	15	6,409
2 jam	15	7,04
3 jam	15	7,684

Hasil dari kandungan Li yang didapat dari pengujian ICP merupakan hasil dari proses ekstraksi. Hasil pengujian ICP menunjukkan kandungan Li yang terdapat pada variasi milling 1 jam menunjukkan Li yang terlarut sebanyak 6,409 ppm, kemudian pada waktu milling 2 jam sebanyak 7,04 ppm, dan waktu milling 3 jam sebanyak 7,684 ppm.



4.3.3 Efisiensi proses Ekstraksi

Karena pada pengujian ICP hasil ekstraksi tidak terdeteksi kandungan litium yang belum bereaksi, maka perhitungan efisiensi dilakukan berdasarkan neraca massa dan menggunakan rumus berikut ini.

$$\text{Efisiensi} = \frac{\text{Total Li yang diperoleh}}{\text{Li dalam Lumpur}} \times 100 \% \quad (4.17)$$

Hasil dari total kandungan Li yang terdapat pada tabel 4.3 dan kandungan Li^+ lumpur pada pembahasan 4.3.1 digunakan kembali untuk menghitung efisiensi dari proses ekstraksi Lumpur Siodarjo.

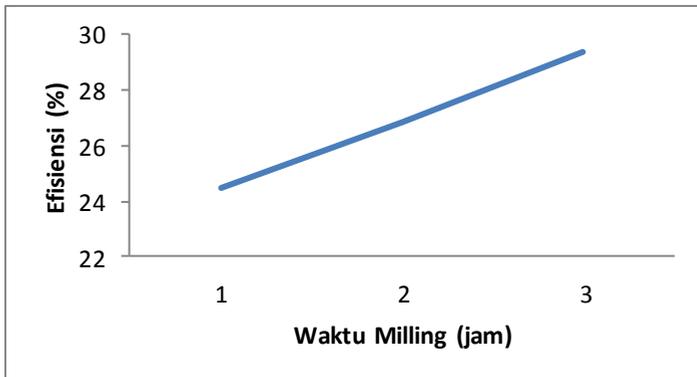
Tabel 4. 4 Efisiensi setiap waktu milling.

Waktu milling	Total Li yang diperoleh (ppm)	Li Lumpur (ppm)	Efisiensi (%)
1 jam	6,409	15,985	40,09
2 jam	7,04	15,985	44,04
3 jam	7,684	15,985	48,07

Jadi, didapatkan efisiensi pada proses milling 1 jam sebesar 40,09%, lalu pada variabel milling 2 jam didapatkan efisiensi sebesar 44,04% , dan pada variabel milling 3 jam sebesar 48,07%. Dapat diketahui bahwa semakin bertambahnya waktu milling menyebabkan efisiensi dari proses ekstraksi semakin meningkat, kandungan Li yang didapat dari proses juga meningkat. Sehingga dapat diambil kesimpulan semakin lamanya waktu milling, menyebabkan hasil litium yang didapat bertambah dan efisiensi juga bertambah



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

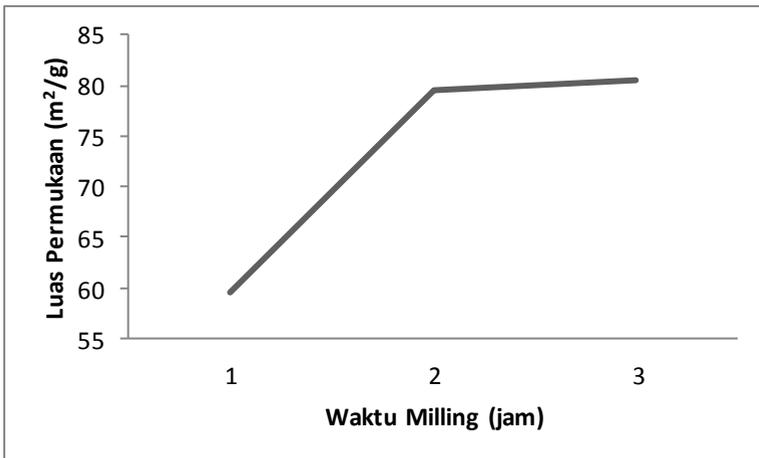


Gambar 4. 12 Pengaruh waktu milling terhadap efisiensi

Hal ini disebabkan karena semakin lamanya waktu milling menyebabkan partikel lumpur memiliki ukuran yang semakin kecil dan memiliki luas permukaan aktif yang tinggi sehingga bisa diperoleh hasil berupa semakin meningkatnya efisiensi proses ekstraksi yang dilakukan. Peningkatan efisiensi leaching dari bahan yang diaktivasi sesuai dengan bahan lainnya yang telah dilaporkan dalam berbagai studi. Contohnya, aktivasi mekanik meningkatkan kelarutan mangan dari Mn-carbonate ore (Yilmaz dan Apaydin, 2014) dan juga mengurangi temperatur dehidrasi dan desulfasi dari alunite, meningkatkan ekstraksi alumina (Yarkadas dan Yildiz, 2008). Penelitian yang dilakukan oleh Zhang,dkk (2010) menunjukkan bahwa aktivasi mekanik secara signifikan mempercepat ekstraksi kromium dari chromite ore, pada media NaOH. Pengaruh dari aktivasi mekanik dari chalcopyrite pada leaching selektif dari tembaga dalam asam sulfat diteliti oleh Achimovicova, dkk (2006). Aktivasi mekanik dipakai oleh Kleiv dan Thomhill (2006) untuk meningkatkan reaktivitas permukaan dari olivine dan kelarutan dari ilmenite dalam larutan asam sulfat juga meningkat dengan menggunakan aktivasi mekanik, berdasarkan (Li, dkk, 2006)



4.4. Pengujian BET



Gambar 4. 13 Pengaruh waktu milling terhadap luas permukaan aktif

Tabel 4. 5 Pengaruh Waktu milling pada luas permukaan aktif

Variasi	Luas Permukaan (m ² /g)
1 jam	59,580
2 jam	79,504
3 jam	80,527

Pada pengujian BET didapatkan hasil berupa luas permukaan aktif dari lumpur Sidoarjo yang dapat dilihat pada tabel 4.6. Diketahui bahwa pada variasi waktu milling 1 jam, didapatkan luas permukaan aktif sebesar 59,58 m²/g. Pada variasi waktu milling 2 jam, didapatkan luas permukaan aktifnya 79,504 m²/g. Sedangkan pada variasi waktu milling 3 jam diperoleh luas permukaan aktif sebesar 80,527 m²/g. Dapat diambil kesimpulan bahwa semakin lamanya waktu milling menyebabkan luas permukaan aktif yang dimiliki oleh lumpur Sidoarjo semakin tinggi. Pada gambar 4.13, terlihat adanya perbedaan yang mencolok antara luas permukaan aktif yang dimiliki oleh variabel



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

milling 1 jam dengan 2 jam, sementara variabel milling 2 jam dengan 3 jam memiliki perbedaan yang tidak signifikan, hal ini menunjukkan pada waktu milling 2 jam dan 3 jam sudah didapatkan nilai luas permukaan aktif yang maksimal pada lumpur Sidoarjo.

Luas permukaan yang semakin tinggi mengindikasikan ukuran partikel yang lebih kecil seperti yang telah dibahas pada hasil pengujian SEM pada tabel 4.1. Pada penelitian Yan (2012) menunjukkan bahwa waktu milling yang semakin lama mengakibatkan adanya pengurangan ukuran partikel yang semakin tinggi dan peningkatan luas permukaan. Nilai luas permukaan yang semakin tinggi juga menyebabkan lumpur Sidoarjo menjadi semakin reaktif, yang dapat dilihat pada hasil XRD berupa terdapatnya banyak peak yang terbentuk baik senyawa lithium maupun pengotornya. Reaktifitas dari lumpur Sidoarjo juga dapat dilihat pada pengujian ICP dimana didapatkan efisiensi yang semakin tinggi dengan penambahan waktu milling

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Setelah melakukan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Peningkatan waktu milling menyebabkan peak Li_2CO_3 berkurang, sedangkan fasa yang terbentuk sama. Waktu milling juga mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk, semakin lama waktu milling, partikel yang terbentuk semakin kecil pada variabel milling 1 jam didapatkan ukuran $72,34 - 1,05 \mu\text{m}$, dan paling kecil pada variabel milling 3 jam yaitu $44,05 - 0,29 \mu\text{m}$. Pada saat setelah ekstraksi didapatkan morfologi yang terbentuk sama dengan ukuran partikel paling besar pada variabel milling 3 jam yaitu $9,71 \mu\text{m}$ dan paling kecil pada variabel milling 1 jam yaitu $1,24 \mu\text{m}$ yang terjadi karena adanya proses aglomerasi

2. Peningkatan waktu milling menyebabkan efisiensi dan jumlah litium yang terekstrak semakin meningkat, dengan efisiensi paling kecil sebesar 40,09% dan jumlah litium terekstrak 6,409 ppm pada variabel waktu milling 1 jam, dan efisiensi paling tinggi 48,07% dan jumlah litium terekstrak 7,684 ppm pada variabel waktu milling 3 jam

5.2 SARAN

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yang berhubungan dengan penelitian ini adalah :

1. Memberikan Control Agent yang bertujuan untuk menahan senyawa pengotor tidak mempengaruhi dalam proses ekstraksi.

2. Perlu adanya variabel lain yang dijaga stabilitasnya, seperti tempat penyimpanan, kondisi ball mill, kondisi beaker glass, temperatur hot plate



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

DAFTAR PUSTAKA

- Achimovicová, M., Baláz, P., Briancin, J., 2006. The influence of mechanical activation of chalcopyrite on the selective leaching of copper by sulphuric acid. *Metalurgija* 45 (1), 9–12.
- Amer, AM. 2008. The hydrometallurgical extraction of lithium from Egyptian montmorillonite type clay. *JOM*.
- Anonim. 2005. Li_2CO_3 (Carbonate) Powder for Li-ion Battery Cathode, 200g/bottle. Pada <http://www.avtservices.com.au/shop/Li2CO3-Carbonate-Powder-for-Li-ion-Battery-Cathode-200g-bottle-EQ-Lib-LCN.html> diakses pada 20 Desember 2017
- Averill, A.W, Olson, D.L. 1977. A review of extractive process for lithium from ores and brines. *Energy*, 3(3), 305-313.
- Baláz, P., 2000. *Process Metallurgy 10: Extractive Metallurgy of Activated Minerals*. Elsevier.
- Botten, R.P., Delgrange, J.P., Vesinet, L. And Steinmetz, A., 1965. Method of recovering lithium from lepidolite. Saint, Gobain, US Patent 3189407.
- Buyukburç, A, Koksall G. 2005. An attempt to minimize the cost of extracting lithium from boron clays through robust process design. *Clays Clay Min.*
- Chagnes, Alexandre, Jolanta Swiatowska. 2015. *Lithium Process Chemistry*. Elsevier
- Choubey, Pankaj K., Min-seuk Kim, Rajiv R. Srivastava, Jaechun Lee, Jin-Young Lee. Advance Review on the Exploitation of the Prominent Energy-Storage Element: Lithium. Part I: From Mineral and Brine Resources. *Minerals Engineering* 89 pp 119 – 137
- Chung, K.S., Lee J.C., Kim, E.J., Lee, K.C., Kim, Y.S., Ooi, K. 2004. Recovery of Lithium from Seawater Using NanoManganese Oxide Adsorbents Prepared by Gel Process. *Materials Science Forum Vols. 449-452 (2004)* pp 277-280, Trans Tech Publications, Switzerland.

- Crocker L, Lien RH, May JT, Witkowsky DS., 1988. Seidel DC. Lithium and its recovery from low-grade Nevada clays. Bureau of Mines, US Department of the Interior, Bulletin 691
- Distin PA, Phillips CV. 1982. The acid extraction of lithium from the granites of South West England. Hydrometallurgy.
- Dresler, W., Jena, B.C., Reilly, I.G., Laffin, S., Egab, E., 1998. The extraction of lithium carbonate from a pegmatite. In: Welch, B. (Ed.), Light Metals. TMS, Warrendale, PA, pp. 1303–1308.
- Eugene, W. W. L. and Mujumdar, Arun S., 2009, Gold Extraction and Recovery Processes, Minerals, Metals and Materials Technology Centre (M3TC) Faculty of Engineering, National University of Singapore
- Feng, Q., Miyai, Y., Kanoh, H., Ooi, K., (1992). "Lithium + extraction/insertion with spinel type lithium manganese oxide. Characterization of redox-type and ion-exchange-type sites". Langmuir Vol. 8, 1861.
- Habashi, Fathi. 1997. "Handbook of Extractive Metallurgy" Willey VCH
- Hwang, N. & Barron, A. R., 2011. BET Surface Area Analysis of Nanoparticles. , 1(Figure 1), pp.1–11.
- Ishimori T, Ueno K. 1981. Method for recovering lithium from sea water. Japan Atomic Energy Research Institute, assignee. US patent 4243641.
- Jandova, J., P. Dvorak, Hong N. Vu. 2010. Processing of Zinnwaldite Waste to Obtain Li₂CO₃. Hydrometallurgy 103 p 12 – 18
- Jaskula. Brian W., 2013. "Lithium".U.S. Geological Survey Mineral Commodity Summaries, January 2013, 94-95
- Jeppson, D.W., J.L. Ballif, W.W. Yuan, B.E.Chou.1978.Lithium Literature Review : Lithiums Properties And Interactions. Hanford Engineering Development Laboratory. U.S. Department of Energy.
- Jiang, C.H., Dou, S.X., Liu, H.K., Ichibara, M., Zhou, H.S., (2007)."Synthesis of spinel LiMn₂O₄ nanoparticles through

- one-step hydrothermal reaction". *Journal of Power Sources* 172, 410-415.,
- Kawecki, Henry C., Fleetwood, Albert J. Cole. 1961. Extraction of Lithium. United States Patent Office. US3007770, Nov 7, 1961.
- Kleiv, R.A., Thornhill, M., 2006. Mechanical activation of olivine. *Miner. Eng.* 19 (4), 340–347.
- Kluksdahl HE. 1986. Extraction of lithium from lithium-containing materials. Chevron Research Company, assignee. US patent 4588566; May 13, 1986.
- Labbe JF, Daw G. Panorama. 2013. Le marché du lithium et le rapport final BRGM/RP-60460-FR de BRGM. The French Geological Survey . Paris (France).
- Lee J, Yu SH, Kim C, Sung YE, and Yoon J. 2013. Highly selective lithium recovery from brine using $\text{I-MnO}_2/\text{Ag}$ battery. *Phys Chem Chem Phys*.
- Li, C., Liang, B., Guo, L., Wu, Z., 2006. Effect of mechanical activation on the dissolution of Panzhihua ilmenite. *Miner. Eng.* 19 (14), 1430–1438.
- Liu X, Chen X, Zhao Z, and Liang X. 2014. Effect of Na β on Li extraction from brine using $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$ electrodes. *Hydrometallurgy*.
- Marinkina GA, Zanina AS, Shergina SI, Sokolov IE, and Kotlyarevskii IL. 1992. Effective extractants for the extraction of lithium from aqueous solutions containing sodium and potassium compounds. *Bull Russ Acad Sci Div Chem Sci*.
- Meshram, Pratima, B.D. Pandey, T.R. Mankhand. 2014. Extraction of Lithium from Primary and Secondary Sources by Pre-Treatment, Leaching, and Separation: A Comprehensive Review. *Hydrometallurgy* 150 pp 192 – 208
- Noerochim, Lukman, Adha Bangkit B. T. 2016. Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Proses Ekstraksi Lithium dari Lumpur Sidoarjo. *Jurnal Teknik POMITS*
- Noerochim, Lukman, Gede Panca Ady S.. 2014. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Proses Sintesis Lithium Mangan Oksida

- Spinel (LiMn_2O_4) Nanopartikel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo. *Jurnal Teknik POMITS*
- Noerochim, Lukman, Gita Akbar. 2014. Pengaruh Rasio Mol Li/Mn pada Proses Sintesa MnO_2 dan Li_2CO_3 pada proses Solid State. *Jurnal Teknik POMITS*
- Noerochim, Lukman, Hendri Purba. 2016. Pengaruh Waktu Leaching pada Proses Ekstraksi Lithium dari Lumpur Sidoarjo. *Jurnal Teknik POMITS*
- Noerochim, Lukman, Yusuf Kurniawan. 2014. Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesa MnO_2 dan LiOH pada proses Hidrotermal. *Jurnal Teknik POMITS*
- Perwira, G. 2014. Analisis Luas Permukaan Arang Aktif Dengan Menggunakan Metode BET (SAA). Semarang.
- Risa Devina Manao, Ronald Alfianto, dan Sumarno. 2012. Recovery garam pada air tua (bittern) dengan metode presipitasi. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*.
- Siame, E., R.D. Pascoe. 2011. Extraction of lithium from micaceous waste from china clay production. Camborne School of Mines, College of Engineering, Mathematics and Physical Sciences, University of Exeter.
- Starkey HC. 1982. The role of clays in fixing lithium. *Geological Survey Bulletin 1278-F*. Washington: US Government Printing Office.
- Strelow FWE, Weinert CHSW, dan Van Der Walt TN. 1974. Separation of lithium from sodium, beryllium and other elements by cation-exchange chromatography in nitric acid-methanol. *AnalChimActa*.
- Tanikawa, Wataru., 2011. The Mechanism of Overpressure Generation in The LUSI Mud Volcanol. E-Proceeding Symposium On Future Lusi. Sidoarjo, 25-26 Mei 2011. BPLS.
- Vieceli, Nathalia, Carlos A. Nogueira, Manuel F.C. Pereira, Ana Paula Soares Dias, Fernando O. Durao, Carlos Guimaraes, Fernanda Margarido. 2017. Effects of Mechanical Activation

- on Lithium Extraction from a Lepidolite Ore Concentrate. *Minerals Engineering* 102 pp 1 – 14
- Vieceli, Nathalia, Carlos A. Nogueira, Manuel F.C. Pereira, Fernando O. Durao, Carlos Guimaraes, Fernanda Margarido. 2018. Recovery of Lithium Carbonate by Acid Digestion and Hydrometallurgical Processing from Mechanically Activated Lepidolite. *Hydrometallurgy* 175 pp 1 – 10
- Yan, Qunxuan, Xinhai Li, Zhixing Wang, Xifei Wu, Huajun Guo, Qiyang Hu, Wenjie Peng, Jiexi Wang. 2012. Extraction of Valuable Metals from Lepidolite. *Hydrometallurgy* 117 – 118
- Yarkadas, G., Yildiz, K., 2008. Effect of mechanical activation on alumina extraction from alunite ore and its thermal behaviour. *Mineral Process. Extractive Metall. (Trans. Inst. Min. Metall. C.)* 117 (3), 175–178.
- Yilmaz, V.M., Apaydin, F., 2014. Effect of mechanical activation on manganese extraction from manganese carbonate ore in acidic media. *Indian J. Chem. Technol.* 21, 215–219.
- Zhang, Y., Zheng, S., Du, H.H., Xu, H., Zhang, Y., 2010. Effect of mechanical activation on alkali leaching of chromite ore. *Trans. Nonferrous Metals Soc. China* 20 (5), 888–891.
- Zbranek V, Bertolli S, and Vargas P. 2013. Production of lithium and potassium compounds. Western Lithium Corporation, assignee. US patent 8431005.
- Zhao Z, Si X, Liu X, He L, and Liang X. 2013. Li extraction from high Mg/Li ratio brine with $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$ as electrode materials. *Hydrometallurgy*.

LAMPIRAN

Lampiran1 Hasil Analisis XRD dengan Software Match Variabel milling 1 jam

Match! Phase Analysis Report

Sample: Variabel 3 1Jam

Sample Date
File name: Variabel 3 1Jam.rtd
Data range: 9.990° - 89.981°
Number of points: 4788
Step size: 0.017
Rietveld refinement converged: No
Alpha2 subtracted: No
Background subtr.: No
Data smoothed: Yes
2theta correction: -0.01°
Radiation: X-rays
Wavelength: 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	52.4		Ca
B	31.5	Dilithium Oxide	Li2 O
C	16.1	Sodium carbonate hydrate Thermonatite	H2 Na2 O4
	27.5	Unidentified peak area	

A: Ca (52.4 %)

Formula sum: Ca
Entry number: 96-151-2499
Figure-of-Merit (FoM): 0.714981
Total number of peaks: 34
Peaks in range: 34
Peaks matched: 6
Intensity scale factor: 0.65
Space group: Fm-3 m
Crystal system: cubic
Unit cell: a= 5.5251 Å
I/c: 7.26
Calc. density: 1.578 g/cm³
Reference: Lejebeghere K., Van Spaeybroeck V., Van Oost G., Cottenier S., "Error Estimates for Solid-State Density-Functional Theory Predictions: An Overview by Means of the Ground-State Elemental Crystals", *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 39(1), 1 (2014)

B: Dilithium Oxide (31.5 %)

Formula sum: Li2 O
Entry number: 96-151-4097
Figure-of-Merit (FoM): 0.858135
Total number of peaks: 28
Peaks in range: 28
Peaks matched: 4
Intensity scale factor: 0.07
Space group: Fm-3 m
Crystal system: cubic
Unit cell: a= 4.8070 Å
I/c: 1.37
Calc. density: 1.788 g/cm³
Reference: Faderly, W. D., Hayes W., Hull S., Hutchings M. T., Vitis M., "Investigation of thermally induced Li+ ion disorder in Li2 O using neutron diffraction.", *Journal of Physical: Condensed Matter* 3, 4781-4781 (1991)

C: Sodium carbonate hydrate

Thermonatite (16.1 %)
Formula sum: H2 Na2 O4
Entry number: 96-101-1298
Figure-of-Merit (FoM): 0.885503
Total number of peaks: 420
Peaks in range: 420
Peaks matched: 104
Intensity scale factor: 0.02
Space group: P c a 21
Crystal system: orthorhombic
Unit cell: a= 10.7210 Å b= 5.2430 Å c= 8.4400 Å
I/c: 0.82
Mass density: 2.250 g/cm³
Calc. density: 2.274 g/cm³
Reference: Heiser J P, "Crystal structure of sodium carbonate monohydrate, Na2 C O3 H2 O", *Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie* (-144,1977) 95, 286-273 (1936)

Candidates

Name	Formula	Entry No.	FoM
(Na0.954 La0.046) (La0.112 Fe)	La1.33 Mo4 Na1.33 O16 Sr1.33	98-154-5798	0.7248
	Fe 112 La0.046 Na0.954	98-155-1940	0.8737
	Cl K0.8 Na0.2	98-400-3171	0.8574
	Cl K0.8 Na0.2	98-400-3172	0.8487
	Er0.27 La1.07 Mo4 Na1.33 O16 Sr1.33	98-154-5797	0.8370
	Cl K0.9 Na0.1	98-400-3143	0.8388
	La1.33 Na1.33 O16 Sr1.33 W4	98-154-4328	0.8294
	112 La0.046 Na 04	98-152-8888	0.8257
	A0.98 Co0.98 Na1.97 O16 Sr4.04	98-400-1030	0.8252
	Er0.13 La0.093 Mo4 Na1.33 O16 Sr1.33 Yb0.2798-154-5798		0.8188
Sodium fluoride (Willemite)	F Na	98-101-1283	0.8133
Li51 Na42 W O3	Li0.51 Na0.42 O3 W	98-412-4887	0.8037

Search-Match

Settings	
Reference database used	COD-Inorg REV198327 2017.07.03
Automatic zero-point adaption	Yes
Minimum figure-of-merit (FoM)	0.80
2theta window for peak corr.	0.30 deg.
Minimum rel. int. for peak corr.	1
ParameterInfluence 2theta	0.50
ParameterInfluence Intensity	0.50
Parameter multiple/single phase(s)	0.50

Selection Criteria

Elements:	
Elements that must be present:	Na
Elements that may be present:	All elements not mentioned above

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	hkl	FWHM	Matched
1	13.62	6.4052	5,35	0.0888	
2	16.27	5.4471	5,58	0.0888	
3	18.44	5.3938	18,33	0.0888	
4	18.57	5.3489	7,88	0.0888	C
5	18.78	5.2837	28,74	0.0888	C
6	18.70	4.7451	3,27	0.0888	C
7	21.41	4.1500	5,51	0.0888	C
8	23.14	3.8453	3,28	0.0888	
9	23.27	3.8219	4,40	0.0888	
10	23.48	3.7928	8,02	0.0888	C
11	23.56	3.7785	4,81	0.0888	
12	25.20	3.5338	8,39	0.0888	
13	25.38	3.5090	8,82	0.0888	
14	25.49	3.4946	8,43	0.0888	
15	27.17	3.2824	3,92	0.0888	
16	27.31	3.2851	8,14	0.0888	
17	27.49	3.2447	5,54	0.0888	C
18	27.80	3.2324	8,32	0.0888	C
19	27.79	3.2140	11,87	0.0888	C
20	27.94	3.1937	1000,00	0.0888	A
21	28.04	3.1828	147,46	0.0888	A
22	30.04	2.9749	8,95	0.0888	C
23	31.48	2.8435	5,85	0.0888	
24	31.82	2.8301	17,82	0.0888	
25	31.78	2.8158	4,85	0.0888	
26	31.88	2.8072	4,82	0.0888	
27	32.22	2.7785	74,87	0.0888	B
28	32.31	2.7704	59,78	0.0888	B
29	32.38	2.7648	40,94	0.0888	A,C
30	32.53	2.7524	14,90	0.0888	A,C
31	32.83	2.7442	3,22	0.0888	C
32	32.89	2.7233	3,41	0.0888	
33	33.00	2.7144	4,13	0.0888	
34	33.20	2.6885	28,28	0.0888	
35	33.43	2.6801	41,10	0.0888	C
36	33.57	2.6698	21,45	0.0888	
37	33.87	2.6621	4,55	0.0888	C
38	33.90	2.6442	6,01	0.0888	
39	34.07	2.6317	17,01	0.0888	
40	34.19	2.6229	11,83	0.0888	C
41	34.29	2.6155	5,94	0.0888	C
42	34.43	2.6051	5,74	0.0888	
43	34.59	2.5934	4,45	0.0888	
44	34.70	2.5854	4,94	0.0888	

45	34.98	2.5888	8.95	0.0888
46	35.11	2.5558	9.39	0.0888
47	35.22	2.5481	5.37	0.0888
48	36.02	2.4632	6.54	0.0888
49	36.16	2.4828	21.81	0.0888
50	36.38	2.4699	3.72	0.0888
51	36.55	2.4582	12.04	0.0888
52	36.89	2.4493	4.53	0.0888
53	37.44	2.4018	3.34	0.0888
54	37.82	2.3790	66.15	0.0888
55	38.00	2.3682	17.98	0.0888
56	38.10	2.3622	4.80	0.0888
57	39.89	2.2801	4.09	0.0888
58	40.02	2.2531	7.44	0.0888
59	40.18	2.2453	15.85	0.0888
60	40.27	2.2397	7.58	0.0888
61	41.04	2.1695	4.97	0.0888
62	41.26	2.1882	14.32	0.0888
63	41.42	2.1799	9.48	0.0888
64	41.59	2.1718	3.89	0.0888
65	42.48	2.1278	6.68	0.0888
66	42.61	2.1219	4.85	0.0888
67	43.75	2.0692	11.82	0.0888
68	44.78	2.0239	4.10	0.0888
69	44.88	2.0198	13.28	0.0888
70	45.00	2.0145	19.94	0.0888
71	45.16	2.0078	15.00	0.0888
72	45.31	2.0014	10.78	0.0888
73	45.48	1.9943	4.59	0.0888
74	47.05	1.9313	3.98	0.0888
75	47.20	1.9258	6.83	0.0888
76	47.30	1.9217	3.95	0.0888
77	47.54	1.9128	3.32	0.0888
78	47.65	1.9084	3.93	0.0888
79	47.80	1.9028	5.77	0.0888
80	47.90	1.8990	4.83	0.0888
81	48.02	1.8946	4.94	0.0888
82	48.18	1.8888	5.97	0.0888
83	48.32	1.8835	4.55	0.0888
84	50.99	1.7911	5.34	0.0888
85	52.36	1.7473	4.57	0.0888
86	54.37	1.6674	3.22	0.0888
87	54.47	1.6645	3.64	0.0888
88	54.59	1.6612	3.30	0.0888
89	55.05	1.6683	6.45	0.0888
90	55.16	1.6652	4.57	0.0888
91	55.57	1.6537	4.08	0.0888
92	55.69	1.6505	5.84	0.0888
93	55.79	1.6476	3.01	0.0888
94	56.36	1.6321	2.96	0.0888
95	56.55	1.6274	3.81	0.0888
96	56.88	1.6241	5.81	0.0888
97	56.80	1.6210	7.26	0.0888
98	56.91	1.6180	5.21	0.0888
99	57.14	1.6121	13.32	0.0888
100	57.25	1.6093	7.40	0.0888
101	57.36	1.6063	3.50	0.0888
102	59.65	1.5501	3.54	0.0888
103	60.52	1.5298	2.93	0.0888
104	71.56	1.3186	3.43	0.0888
105	71.72	1.3160	4.22	0.0888
106	71.86	1.3134	2.39	0.0888

Rietveld Refinement using FullProf

Calculation was not run or did not converge.

Crystallite Size Estimation using Scherrer Formula

Calculation was not run.

Integrated Profile Areas

Based on calculated profile

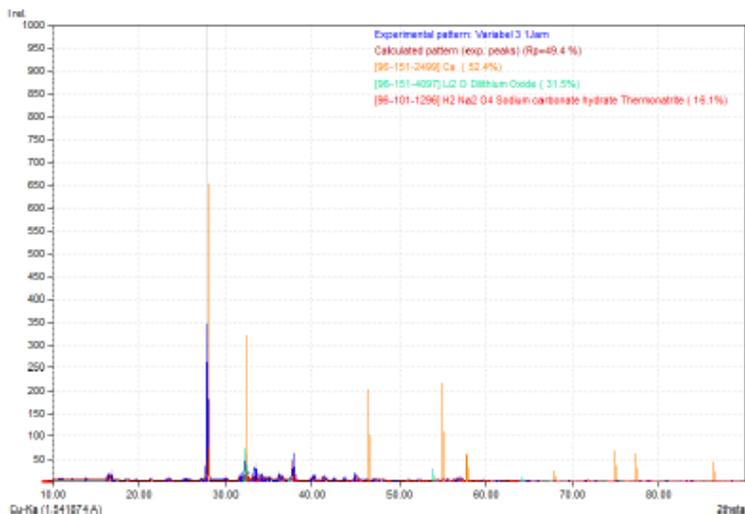
Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	508272	100.00%
Background radiation	258250	51.20%
Diffraction peaks	247043	48.80%
Peak area belonging to selected phases	132805	26.23%
Peak area of phase A (Ca)	158068	31.22%

Peak area of phase B (Dilithium Oxide)	20338	4.02%
Peak area of phase C (Sodium carbonate hydrate Thermantrite)	100750	19.90%
Unidentified peak area	138993	27.45%

Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	2438	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	1081	43.51%
Unidentified peak intensity	1377	56.49%

Diffraction Pattern Graphics



Variabel milling 2 jam

Match! Phase Analysis Report

Sample: Variabel 2 2Jam

Sample Data
 File name: Variabel 2 2Jam.nd
 Data range: 10.250° - 90.241°
 Number of points: 4788
 Step size: 0.017
 Rietveld refinement converged: No
 Alpha2 subtracted: Yes
 Background subtr.: Yes
 Data smoothed: Yes
 Zirble correction: 0.26°
 Radiation: X-rays
 Wavelength: 1.540598 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	44.5	Sodium carbonate hydrate Thermonatrite	H2 Na2 O4
B	44.4	Zabuyelite	C Li2 O3
C	11.0	Calcite	C Ca O3
	35.8	Unidentified peak area	

A: Sodium carbonate hydrate

Thermonatrite (44.5 %)

Formula sum: H2 Na2 O4
 Entry number: 98-101-1298
 Figure-of-Merit (FoM): 0.847403
 Total number of peaks: 420
 Peaks in range: 319
 Peaks matched: 205
 Intensity scale factor: 0.40
 Space group: P 6 c 21
 Crystal system: orthorhombic
 Unitcell: a= 10.7210 Å b= 5.2430 Å c= 6.4400 Å
 I/c: 0.82
 Mass. density: 2.250 g/cm³
 Calc. density: 2.274 g/cm³
 Reference: Heeper J P, "Crystal structure of sodium carbonate monohydrate, Na2 C O3 H2 O", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik/Kristalchemie (-144,1977) 95, 266-273 (1935)

B: Zabuyelite (44.4 %)

Formula sum: C Li2 O3
 Entry number: 98-900-8284
 Figure-of-Merit (FoM): 0.586206
 Total number of peaks: 121
 Peaks in range: 96
 Peaks matched: 50
 Intensity scale factor: 0.43
 Space group: C 1 2/c 1
 Crystal system: monoclinic
 Unitcell: a= 8.3593 Å b= 4.9725 Å c= 6.1975 Å β= 114.830 °
 I/c: 0.89
 Calc. density: 2.099 g/cm³
 Reference: Effenberger H, Zemann J, "Verfeinerung der kristallstruktur des Lithiumcarbonates, Li2CO3", Zeitschrift für Kristallographie 180, 133-138 (1979)

C: Calcite (11.0 %)

Formula sum: C Ca O3
 Entry number: 98-900-7287
 Figure-of-Merit (FoM): 0.712741
 Total number of peaks: 86
 Peaks in range: 66
 Peaks matched: 43
 Intensity scale factor: 0.42
 Space group: R -3 c
 Crystal system: trigonal (hexagonal axes)
 Unitcell: a= 5.0492 Å c= 17.3430 Å
 I/c: 3.52
 Calc. density: 2.804 g/cm³
 Reference: Principe M, Pascale F, Zizovich-Wilson C M, Saunders V R, Orlando R, Doveki R, "The vibrational spectrum of calcite (CaCO3): an ab initio quantum-mechanical calculation. Note: Theoretically derived structure", Physics and Chemistry of Minerals 31, 559-564 (2004)

Search-Match

Settings
 Reference database used COD-Inorg REV198327 2017.07.03
 Automatic zero-point adaptation Yes
 Minimum figure-of-merit (FOM) 0.50
 2theta window for peak corr. 0.30 deg.
 Minimum rel. Int. for peak corr. 1
 Parameter influence 2theta 0.50
 Parameter influence intensities 0.50
 Parameter multiplicity phase(s) 0.50

Selection Criteria

Elements:

Elements that must be present: Li, C, O
 Elements that may be present: All elements not mentioned above

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	hkl	FWHM	Matched
1	10.90	8.1129	25 45	0.2339	
2	11.28	7.8348	24 68	0.2339	
3	12.58	7.0292	20 48	0.2339	
4	13.80	6.4101	23 51	0.2339	
5	14.85	5.9598	30 19	0.2339	
6	15.10	5.8827	27 82	0.2339	
7	15.29	5.7894	24 47	0.2339	
8	15.58	5.6898	38 38	0.2339	
9	15.81	5.6002	32 22	0.2339	
10	16.00	5.5334	27 85	0.2339	
11	16.81	5.3337	74 23	0.2339	A
12	17.03	5.2531	258 86	0.2339	A
13	17.86	5.0193	25 70	0.2339	
14	18.01	4.9219	89 42	0.2339	
15	18.25	4.8571	254 87	0.2339	
16	18.81	4.7130	23 84	0.2339	A
17	19.01	4.6657	25 91	0.2339	
18	19.34	4.5858	25 44	0.2339	
19	19.72	4.4984	23 93	0.2339	
20	19.85	4.4808	27 85	0.2339	
21	21.34	4.1802	30 85	0.2339	B
22	21.58	4.1150	47 87	0.2339	A
23	21.70	4.0912	32 14	0.2339	
24	22.39	3.9681	80 85	0.2339	
25	23.10	3.8468	30 35	0.2339	C
26	23.33	3.8104	85 05	0.2339	A
27	23.47	3.7878	34 71	0.2339	A,B
28	23.88	3.7579	141 72	0.2339	
29	23.79	3.7379	30 38	0.2339	
30	25.82	3.4745	177 90	0.2339	
31	26.08	3.4138	57 43	0.2339	
32	26.32	3.3828	24 11	0.2339	
33	27.50	3.2409	80 82	0.2339	A
34	28.02	3.1820	230 88	0.2339	
35	28.33	3.1482	24 01	0.2339	
36	29.19	3.0584	854 75	0.2339	C
37	29.35	3.0407	121 42	0.2339	B
38	31.86	2.8065	438 05	0.2339	B
39	32.52	2.7508	849 10	0.2339	A
40	32.82	2.7425	177 54	0.2339	A
41	33.48	2.6741	172 73	0.2339	A
42	33.72	2.6580	229 83	0.2339	A
43	34.01	2.6342	1000 00	0.2339	B
44	34.33	2.6101	111 37	0.2339	A
45	34.95	2.5651	178 18	0.2339	
46	35.08	2.5559	80 81	0.2339	
47	35.23	2.5458	29 78	0.2339	A
48	35.90	2.4895	123 45	0.2339	B,C
49	36.43	2.4648	158 32	0.2339	A
50	36.90	2.4339	347 18	0.2339	A
51	37.02	2.4284	31 85	0.2339	B
52	37.25	2.4121	78 87	0.2339	A
53	38.05	2.3830	489 37	0.2339	A
54	40.12	2.2458	300 80	0.2339	B
55	40.38	2.2321	52 39	0.2339	A
56	41.51	2.1738	88 27	0.2339	A
57	42.25	2.1373	48 79	0.2339	
58	42.53	2.1238	26 11	0.2339	B,C
59	42.90	2.1082	50 41	0.2339	A,B,C
60	43.95	2.0583	87 17	0.2339	A

81	44.15	2.0498	87.54	0.2339	
82	44.53	2.0229	170.59	0.2339	A
83	44.89	2.0282	54.59	0.2339	A
84	44.84	2.0199	180.45	0.2339	B
85	45.21	2.0040	138.84	0.2339	A
86	45.34	1.9985	87.95	0.2339	A
87	45.61	1.9875	341.02	0.2339	A
88	46.38	1.9581	111.58	0.2339	A,C
89	47.45	1.9145	79.22	0.2339	A,B
90	47.80	1.9011	26.94	0.2339	A,C
91	48.01	1.8935	53.95	0.2339	A,B,C
92	48.18	1.8871	50.80	0.2339	
93	48.41	1.8789	90.72	0.2339	B
94	48.52	1.8749	24.42	0.2339	A,B
95	49.42	1.8428	22.82	0.2339	
96	50.76	1.7972	17.51	0.2339	A
97	51.20	1.7826	25.38	0.2339	A
98	51.50	1.7732	122.88	0.2339	
99	51.88	1.7680	49.34	0.2339	A
80	52.45	1.7431	73.29	0.2339	A
81	52.84	1.7374	153.80	0.2339	A
82	52.79	1.7326	33.06	0.2339	A
83	53.38	1.7149	53.54	0.2339	A
84	54.72	1.6780	57.17	0.2339	A
85	54.85	1.6726	24.32	0.2339	A
86	55.44	1.6581	187.47	0.2339	A
87	55.83	1.6507	28.40	0.2339	
88	55.93	1.6427	82.82	0.2339	A,C
89	56.62	1.6243	75.07	0.2339	A,C
90	56.81	1.6194	36.47	0.2339	A,B,C
91	57.03	1.6137	51.01	0.2339	A,C
92	57.19	1.6094	26.78	0.2339	A,C
93	57.41	1.6039	85.54	0.2339	A
94	57.97	1.5898	101.28	0.2339	A,B
95	59.88	1.5480	24.72	0.2339	B
96	59.90	1.5430	36.30	0.2339	A,C
97	60.16	1.5386	21.56	0.2339	A,C
98	60.72	1.5239	33.94	0.2339	A,C
99	61.12	1.5151	29.72	0.2339	A,B
100	62.26	1.4899	20.81	0.2339	A,C
101	63.83	1.4613	20.91	0.2339	A,B,C
102	64.08	1.4521	21.12	0.2339	A,B,C
103	64.56	1.4423	22.93	0.2339	A,C
104	65.09	1.4318	25.85	0.2339	A,B
105	66.25	1.4098	36.33	0.2339	A
106	66.41	1.4086	34.91	0.2339	A,B
107	66.97	1.3982	29.34	0.2339	B
108	68.27	1.3727	25.30	0.2339	A,B,C
109	69.36	1.3538	37.36	0.2339	A,B,C
110	70.86	1.3287	34.84	0.2339	A
111	71.36	1.3207	21.80	0.2339	
112	71.73	1.3148	21.27	0.2339	A,B,C
113	71.98	1.3109	30.00	0.2339	A,C
114	72.85	1.3004	19.48	0.2339	A,C
115	72.98	1.2953	19.54	0.2339	A
116	74.49	1.2728	19.75	0.2339	A
117	74.79	1.2684	25.07	0.2339	A
118	75.10	1.2640	20.52	0.2339	A,B
119	75.27	1.2615	22.42	0.2339	B,C
120	75.43	1.2591	54.21	0.2339	B,C
121	75.82	1.2585	37.11	0.2339	B,C
122	76.17	1.2488	20.17	0.2339	A,B,C
123	76.34	1.2464	21.32	0.2339	A
124	76.53	1.2439	23.18	0.2339	A
125	76.79	1.2402	20.32	0.2339	A
126	77.41	1.2319	20.75	0.2339	A,B
127	78.14	1.2222	19.98	0.2339	A,B
128	78.82	1.2134	19.46	0.2339	A,B
129	79.03	1.2108	22.80	0.2339	A
130	79.41	1.2058	20.98	0.2339	A
131	79.61	1.2032	21.78	0.2339	A,C
132	81.38	1.1815	19.82	0.2339	A,B
133	82.87	1.1640	20.09	0.2339	A,C
134	84.10	1.1500	45.11	0.2339	A
135	84.36	1.1472	20.19	0.2339	A,B
136	84.84	1.1419	21.36	0.2339	A,C
137	86.40	1.1253	28.64	0.2339	A,B
138	86.71	1.1016	15.22	0.2339	A,B

Rietveld Refinement using FullProf

Calculation was not run or did not converge.

Crystallite Size Estimation using Scherrer Formula

Calculation was not run.

Integrated Profile Areas

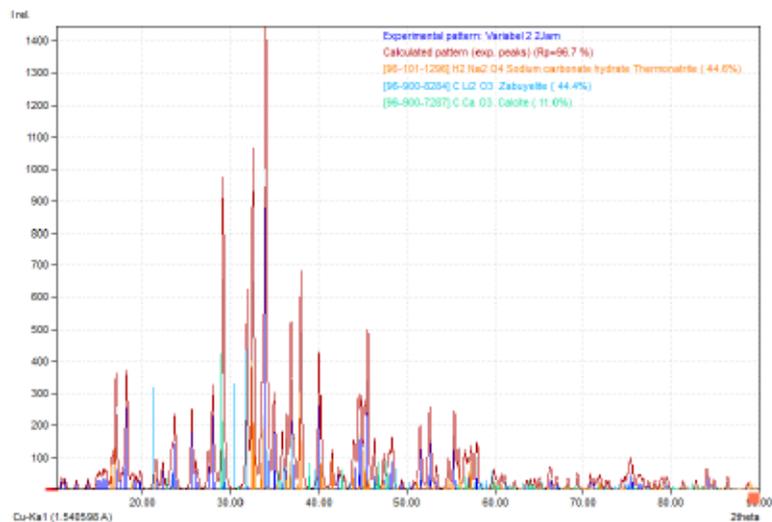
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	81221	100.00%
Background radiation	182	0.22%
Diffraction peaks	81039	99.78%
Peak area belonging to selected phases	51308	63.17%
Peak area of phase A (Sodium carbonate hydrate Thermonatrite)	42547	52.38%
Peak area of phase B (Zabuyelite)	15766	19.41%
Peak area of phase C (Calcite)	9894	12.17%
Unidentified peak area	29915	36.83%

Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	2817	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	1329	50.76%
Unidentified peak intensity	1289	49.24%

Diffraction Pattern Graphics



Variabel milling 3 jam

Match! Phase Analysis Report

Sample: Variabel 1 3Jam

Sample Data

File name	Variabel 1 3Jam.rtd
Data range	10.050° - 90.041°
Number of points	4788
Step size	0.017
Rietveld refinement converged	No
Alpha2 subtracted	No
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
Ziethke correction	0.05°
Radiation	X-rays
Wavelength	1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	80.4	Sodium carbonate hydrate Thermonatrite	H2 Na2 O4
B	24.7	Zabuyelite	C Li2 O3
C	14.9	Calcite	C Ca O3
	20.7	Unidentified peak area	

A: Sodium carbonate hydrate

Thermonatrite (80.4 %)

Formula sum	H2 Na2 O4
Entry number	98-101-1298
Figure-of-Merit (FoM)	0.790119
Total number of peaks	420
Peaks in range	420
Peaks matched	181
Intensity scale factor	0.38
Space group	P c 2 1
Crystal system	orthorhombic
Unit cell	a= 10.7210 Å b= 5.2430 Å c= 8.4400 Å
Ifc	0.82
Mass density	2.250 g/cm ³
Calc. density	2.274 g/cm ³
Reference	Heper J P, "Crystal structure of sodium carbonate monohydrate, Na2 C O3 H2 O", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977) 95, 288-273 (1938)

B: Zabuyelite (24.7 %)

Formula sum	C Li2 O3
Entry number	98-900-8284
Figure-of-Merit (FoM)	0.484454
Total number of peaks	242
Peaks in range	242
Peaks matched	74
Intensity scale factor	0.18
Space group	C 1 2/c 1
Crystal system	monoclinic
Unit cell	a= 8.3593 Å b= 4.9725 Å c= 8.1975 Å β= 114.830 °
Ifc	0.89
Calc. density	2.099 g/cm ³
Reference	Effenberger H, Zemann J, "Verfeinerung der kristallstruktur des lithiumcarbonates, Li2CO3", Zeitschrift für Kristallographie 150, 133-138 (1976)

C: Calcite (14.9 %)

Formula sum	C Ca O3
Entry number	98-900-7287
Figure-of-Merit (FoM)	0.710714
Total number of peaks	88
Peaks in range	88
Peaks matched	30
Intensity scale factor	0.39
Space group	R -3 c
Crystal system	trigonal (hexagonal axes)
Unit cell	a= 5.0492 Å c= 17.3430 Å
Ifc	3.52
Calc. density	2.804 g/cm ³
Reference	Principie M., Pascale F., Zicovich-Wilson C M, Saunders V R., Orlando R., Doveci R., "The vibrational spectrum of calcite (CaCO3): an ab initio quantum-mechanical calculation Note: Theoretically derived structure", Physics and Chemistry of Minerals 31, 559-584 (2004)

Candidates

Name	Formula	Entry No.	FoM
tricalcium oxytrichloride silicate	Ca ₂ Si ₄ N ₁ 7 ₆ O ₄ 2 ₄ Si ₂	95-223-2240	0.8057
Nw15.8 Ca3.84 (Si12 O36)	Ca ₃ 8 ₄ Nw _{15.8} O ₃₆ Si ₁₂	95-810-4357	0.8018
	Ca ₃ N ₂ O ₄ Si ₂	95-720-7315	0.8017
	Al ₂ O ₆ Si ₃	95-200-0962	0.7944
	Al ₂ O ₆ Si ₃	95-001-5879	0.7944
Ag Eu P	Ag Eu P	95-720-6358	0.7902
erbium platinum silicide	Er ₃₈ Pt ₉₉ Si ₃₂	95-220-3141	0.7822
K Ag11 (V O4)	Ag ₁₁ K O ₁₈ V ₄	95-150-9823	0.7812
Si ₂ LiFe ₃ O ₈	Fe ₃ Li O ₈ Si ₂	95-154-4359	0.7791
Stromeyerite	Ag Br	95-001-1888	0.7783
Si ₂ Co Fe O ₅	Co Fe O ₅ Si ₂	95-152-0801	0.7742
Eu O Br	Br Eu O	95-154-2172	0.7735
Hydrogen	H ₂	95-001-3087	0.7721
	Ba ₄ Ga ₂₅ Na ₂	95-810-0978	0.7711
Chlorargyrite	Ag Cl	95-001-1872	0.7705
Gadolinium gallium gemet	Ga ₅ Gd ₃ O ₁₂	95-001-2459	0.7691
Chlorargyrite	Ag Cl	95-001-1871	0.7689
rubidium cuprate(I) argentate(I)	Ag _{0.5} Cu _{0.5} O ₂ Rb ₃	95-810-0407	0.7680
	Ba Ca Fe ₃ Nd O ₈	95-410-7912	0.7675
Silicon bromide	Br ₄ Si	95-210-5707	0.7667
	La O ₃ Rh	95-451-1447	0.7665
	La O ₃ Rh	95-451-1453	0.7665
TAPP tritagonial	Fe ₃ Si ₇ Ga ₂ O ₇₆ Mg ₁ 7 ₆₆ O ₁₂ Y ₀ 8 ₈₄	95-000-2388	0.7665
La (Mn _{0.9} Rh _{0.1}) O ₃	La Mn _{0.9} O ₃ Rh _{0.1}	95-153-3882	0.7651
Ag ₃ Ti ₃ Si ₂	Ag ₃ Ti ₂ Ti	95-153-9814	0.7649
Ag ₃ Ti ₃ Si ₂	Ag ₃ Ti ₂ Ti	95-210-5388	0.7649
Si ₂ Ga Mn O ₅	Ga Mn O ₅ Si ₂	95-153-3471	0.7645
Ilmenite	Fe O ₃ Ti	95-000-0911	0.7641
Gugiate	Ba Ca ₂ O ₇ Si ₂	95-000-8413	0.7637
Hydrogen	H ₂	95-001-3088	0.7630
Jenhuogite	Ca _{0.89} F ₂ Mn ₃ Na ₂ 3 ₁ O ₁₈ Si ₄ Ti ₁ 4 ₂₀ 8	95-000-8521	0.7628
La ₅ 8 ₄ Mg ₄ Ta ₂ W ₂ O ₂₄	La _{5.84} Mg ₄ O ₂₄ Ta ₂ W ₂	95-400-2398	0.7621
	Ba ₂ Co ₈ O _{21.28} Sr ₇	95-700-1329	0.7617
	Al K O ₂	95-210-5209	0.7608
Ag ₈ (Ge O ₄) (S O ₄)	Ag ₈ Ge O ₈ S	95-810-3412	0.7601
	Ca _{0.5} La O ₃ Pb _{0.5}	95-001-4781	0.7594
Digenite	Cu ₁ S	95-000-0118	0.7582
K (Ag ₃ Se ₂)	Ag ₃ K Se ₂	95-810-3422	0.7573
Berlio-oligite	Ba _{0.94} Ca _{0.04} Ce _{0.18} K _{0.08} Na ₂ 1 ₂ O ₈ P ₂ Sr ₀ 8 ₈₉₅ -001-2776	95-001-4420	0.7555
	Cl N	95-001-8018	0.7552
	La Ni _{0.5} O ₃ Pb _{0.5}	95-720-3838	0.7550
La _{0.95} Ba _{0.05} Mn _{0.95} Ti _{0.05} O ₅	Ca La Mn O ₆ Sn	95-152-7340	0.7549
Nd ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	95-153-1417	0.7548
Digenite	Cu ₁ 7 ₉₈ S	95-000-6550	0.7543
Li ₃ (B N ₂)	B Li ₃ N ₂	95-210-5417	0.7542
Silver mercury vanadate	Ag ₃ Hg O ₄ V	95-430-8858	0.7539
Er ₂ Ni ₁₂ As ₇	As ₇ Er ₂ Ni ₁₂	95-152-9071	0.7527
Hydrogenhydrazinium chloride	Cl ₂ H ₈ N ₂	95-101-0802	0.7521
Sc ₃ In	In Sc ₃	95-231-0386	0.7521
(Y ₂ 9 ₇ Sc ₀ 0 ₃) (Sc ₁ 3 ₈ Ga ₀ 8 ₄) Ga ₃ O ₁₂	Ga ₃ 8 ₄ O ₁₂ Sc ₁ 3 ₉ Y ₂ 9 ₇	95-153-8622	0.7513
(P ₄ 2 ₃ P ₂ 0 ₀ 0 ₈)	Pd _{1.84} Pb _{0.18}	95-154-0759	0.7512
and 150 others...			

Search-Match

Settings	
Reference database used	CCD-Inorg REV1983ZT 2017.07.03
Automatic zero-point adaptation	Yes
Minimum figure-of-merit (FoM)	0.80
2theta window for peak corr.	0.30 deg.
Minimum rel. int. for peak corr.	1
ParameterInfluence 2theta	0.50
ParameterInfluence intensities	0.50
Parameter multiplicity phase(s)	0.50

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I ₀	FWHM	Matched
1	10.82	8.1777	0.00	0.0728	
2	11.17	7.9230	7.24	0.5224	
3	11.52	7.6619	0.00	0.1914	
4	11.88	7.5780	25.86	0.2192	
5	11.98	7.5891	9.74	0.2674	
6	12.29	7.1993	3.17	0.4242	
7	12.58	7.0391	10.88	0.1918	
8	12.89	6.8889	12.61	0.2056	
9	13.12	6.7491	3.89	0.2874	
10	13.54	6.5419	4.89	0.5404	
11	14.30	6.1939	0.00	0.1735	

12	14.86	5.9622	0.00	0.1920	
13	16.23	5.4598	0.00	0.2782	
14	16.47	5.3811	139.43	0.2295	A
15	16.82	5.2721	278.55	0.1920	A
16	17.75	4.9987	17.18	0.2016	
17	18.05	4.9157	137.87	0.2184	
18	18.76	4.7310	32.17	0.1671	A
19	19.72	4.5025	23.15	0.2117	
20	21.23	4.1860	3.84	0.5783	
21	21.45	4.1427	76.83	0.2058	A,B
22	22.22	4.0008	39.34	0.1719	
23	23.04	3.8801	0.00	0.1995	
24	23.15	3.8426	52.04	0.3792	
25	23.48	3.7882	155.71	0.2398	A,B
26	25.38	3.5091	193.58	0.2674	
27	25.49	3.4945	28.34	0.2674	
28	25.88	3.4434	48.70	0.2674	
29	27.30	3.2885	48.34	0.1848	A
30	27.80	3.2092	180.00	0.2075	A
31	28.08	3.0815	428.48	0.2187	C
32	29.08	3.0705	170.92	0.2073	C
33	31.84	2.8278	306.14	0.1672	B
34	32.25	2.7759	1000.00	0.2931	
35	32.37	2.7654	0.00	0.2438	
36	32.42	2.7613	355.38	0.1853	A
37	33.31	2.6898	290.22	0.2334	A
38	33.49	2.6761	328.24	0.2041	A
39	33.79	2.6530	683.86	0.2475	A
40	34.01	2.6359	150.09	0.3445	A,B
41	34.88	2.5884	97.11	0.1828	
42	34.81	2.5775	84.37	0.1892	
43	34.98	2.5651	52.83	0.2717	A
44	35.87	2.5169	101.30	0.1998	C
45	36.20	2.4817	277.18	0.2085	A,B
46	36.87	2.4508	336.54	0.2507	A
47	37.03	2.4278	51.38	0.1842	A,B
48	37.83	2.3783	895.12	0.2112	A
49	39.88	2.2805	176.14	0.2002	B
50	40.16	2.2454	178.70	0.2428	A,B
51	41.29	2.1887	148.86	0.2115	A
52	42.02	2.1503	35.73	0.3418	
53	42.82	2.1212	29.29	0.3859	A,B,C
54	43.75	2.0892	125.18	0.2084	B
55	43.89	2.0830	54.88	0.1715	A
56	44.32	2.0438	92.88	0.2007	
57	44.56	2.0335	121.55	0.2579	A
58	44.71	2.0271	0.00	0.0017	
59	44.97	2.0158	130.79	0.1973	B
60	45.07	2.0114	154.38	0.2785	A,B
61	45.24	2.0044	30.33	0.3111	A
62	45.35	2.0000	115.10	0.2139	A
63	45.48	1.9948	76.51	0.2328	A
64	46.14	1.9675	105.18	0.2672	
65	47.22	1.9248	122.79	0.2674	A
66	47.83	1.9094	38.40	0.2674	A,B
67	47.79	1.9034	51.07	0.2674	A,B,C
68	47.92	1.8985	39.22	0.2674	A,B
69	48.03	1.8942	29.76	0.2674	A,B
70	48.19	1.8885	77.27	0.2674	B
71	51.00	1.7909	38.73	0.1549	A
72	51.26	1.7822	38.42	0.3358	A
73	51.39	1.7779	80.71	0.3453	A
74	52.41	1.7459	170.88	0.3587	A
75	52.56	1.7412	0.00	0.1078	
76	53.15	1.7232	43.41	0.2518	A
77	54.47	1.6848	35.38	0.2289	A
78	54.80	1.6809	34.84	0.1878	A
79	55.21	1.6837	153.86	0.3134	A
80	55.89	1.6506	104.70	0.2911	A,C
81	56.38	1.6321	14.78	0.1385	A
82	56.52	1.6282	33.11	0.5120	C
83	56.78	1.6215	89.05	0.2182	A,B,C
84	57.14	1.6120	135.87	0.2896	A,B,C
85	57.29	1.6082	20.32	0.2047	A,C
86	57.54	1.6019	0.00	0.2710	
87	57.89	1.5980	55.22	0.3202	A,B
88	59.52	1.5532	0.00	0.2759	
89	59.83	1.5507	35.31	0.5230	B
90	59.91	1.5439	15.03	0.2745	A,B,C
91	60.48	1.5307	35.00	0.2555	A,C
92	60.86	1.5222	17.71	0.4805	A

93	82.88	1.4827	22.48	0.2090	A
94	83.38	1.4678	21.35	0.2674	A,B
95	84.18	1.4518	13.40	0.5908	A,B,C
96	84.89	1.4370	28.34	0.2674	A,B,C
97	85.23	1.4304	16.23	0.3411	A,B
98	85.99	1.4157	26.19	0.2674	A
99	86.38	1.4083	1.44	0.3191	A,B
100	88.03	1.3781	14.79	0.6594	A,B,C
101	89.11	1.3592	19.86	0.1885	A,C
102	89.60	1.3508	7.72	0.8978	A,B
103	70.18	1.3412	0.00	0.0798	
104	70.81	1.3340	18.84	0.3653	A,B
105	71.58	1.3188	29.46	0.1993	
106	71.71	1.3162	0.00	0.1845	
107	71.83	1.3144	37.83	0.2860	A,B,C
108	73.38	1.2905	0.00	0.0295	
109	75.18	1.2838	2.13	0.1699	A,B,C
110	75.39	1.2808	23.18	0.4008	B,C
111	78.32	1.2478	9.58	0.2974	A,B
112	78.58	1.2177	0.00	0.2674	
113	78.87	1.2137	12.58	0.7537	A,B
114	81.50	1.1810	21.37	0.2674	A,B

Rietveld Refinement using FullProf

Calculation was not run or did not converge.

Crystallite Size Estimation using Scherrer Formula

Calculation was not run.

Integrated Profile Areas

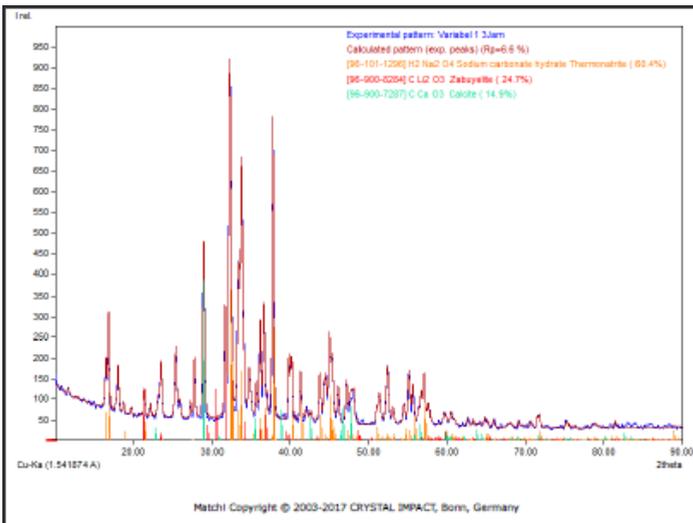
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	337073	100.00%
Background radiation	197216	58.51%
Diffraction peaks	139858	41.49%
Peak area belonging to selected phases	107512	31.90%
Peak area of phase A (Sodium carbonate hydrate Thermonatite)	130101	38.60%
Peak area of phase B (Zabuyelite)	37599	11.13%
Peak area of phase C (Calcite)	37542	11.14%
Unidentified peak area	89832	26.72%

Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	2379	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	814	34.23%
Unidentified peak intensity	1565	65.77%

Diffraction Pattern Graphics



Lampiran 2 Hasil Pengujian ICP Variabel milling 1 jam

Certificate No. 177811-1
January 06, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2
page 1 of 1

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Raka Bayu Naweswara
Keputih Gg. 1 No. 2, Sukolilo, Surabaya

RECEIVED ON : December 29, 2017

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 10 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Extract Lithium Carbonate

DESCRIPTION OF SAMPLE : Extract Lithium Carbonate (Variabel 1 jam)

METHOD & EQUIPMENT :
Analysis performed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/kg)
Lithium (Li)	6.409

Note:

ND : Not Detected

LoQ : Limit of Quantitation.

Lowest level for which it has been demonstrated that criteria for accuracy and precision have been met, measured once during method validation.

RL : Reporting Limit = practical LoQ. RL is measured every analysis batch. RL for Lithium is 0.250 ppm (mg/kg).

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria

(x.x) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 17120478#1

#CA-180106#11-BA

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erma B., ST

Variabel milling 2 jam

Certificate No. 177811-2
January 06, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2
page 1 of 1

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Raka Bayu Naweswara
Keputih Gg. 1 No. 2, Sukolilo, Surabaya

RECEIVED ON : December 29, 2017

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 10 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Extract Lithium Carbonate

DESCRIPTION of SAMPLE : Extract Lithium Carbonate (Variabel 2 jam)

METHOD & EQUIPMENT :
Analysis performed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/kg)
Lithium (Li)	7.04

Note:

ND : Not Detected

LoQ : Limit of Quantitation.

Lowest level for which it has been demonstrated that criteria for accuracy and precision have been met, measured once during method validation.

RL : Reporting Limit = practical LoQ. RL is measured every analysis batch. RL for Lithium is 0.250 ppm (mg/kg).

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria

(x.4) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 17120478#2
#CA-180106#12-BA

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

Variabel milling 3 jam

Certificate No. 177811-3
January 06, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2
page 1 of 1

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Raka Bayu Naweswara
Keputih Gg. 1 No. 2, Sukolilo, Surabaya

RECEIVED ON : December 29, 2017

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 10 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Extract Lithium Carbonate

DESCRIPTION of SAMPLE : Extract Lithium Carbonate (Variabel 3 jam)

METHOD & EQUIPMENT :
Analysis performed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/kg)
Lithium (Li)	7.684

Note:

ND : Not Detected

LoQ : Limit of Quantitation.

Lowest level for which it has been demonstrated that criteria for accuracy and precision have been met, measured once during method validation.

RL : Reporting Limit = practical LoQ. RL is measured every analysis batch. RL for Lithium is 0.250 ppm (mg/kg).

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria

(x.x) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 17120478#3

#CA-180106#13-BA

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

Lampiran 3 Hasil Pengujian BET
Variabel milling 1 jam



FAKULTAS TEKNIK – UNIVERSITAS INDONESIA
LABORATORIUM UJI
DEPARTEMEN TEKNIK METALURGI & MATERIAL

KAMPUS BARU UT - DEPOK 16424 - INDONESIA
Telp: 021 – 7863510, 78849045 Fax : 021 – 78888111 E-mail : lum@metal.ui.ac.id

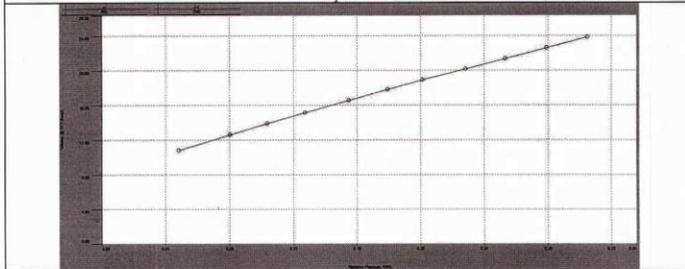
LAPORAN PENGUJIAN BRUNAEUR EMMER TELLER (BET)
BRUNAEUR EMMER TELLER TEST REPORT

Page 1 of 3

No Laporan <i>Report Nr</i>	M0216	Tanggal Terima <i>Receiving Date</i>	15 Desember 2017
No Kontrak <i>Contract Nr.</i>	M0216/PT.02/FT04/P/2017	Tanggal Uji <i>Date of Test</i>	29 Desember 2017
Pemakai Jasa <i>Customer</i>	Adam Bramantyo	Standar <i>Standard</i>	-
Alamat <i>Address</i>	SI DTMM	Metode Uji <i>Testing method</i>	-
Bahan <i>Material</i>	Solid	Mesin Uji <i>Testing machine</i>	Quantachrome Nova e1200

Kode Sampel <i>Sample Code</i>	Kondisi Degassing <i>Degassing Condition</i>	Luas Permukaan <i>Surface Area</i>	Keterangan <i>Remark</i>
1 Jam > 80µm	300°C 3 h	59,580 m ² /g	BET

Grafik Hasil
Graph Result



Depok, 29 Desember 2017
Manajer Teknis


(Ahmad Ashari, ST, MT)

Variabel milling 2 jam



FAKULTAS TEKNIK – UNIVERSITAS INDONESIA
LABORATORIUM UJI
DEPARTEMEN TEKNIK METALURGI & MATERIAL

KAMPUS BARU UI - DEPOK 16424 - INDONESIA
Telp: 021 – 7863510, 78849045 Fax : 021 – 78888111 E-mail : lum@metal.ui.ac.id

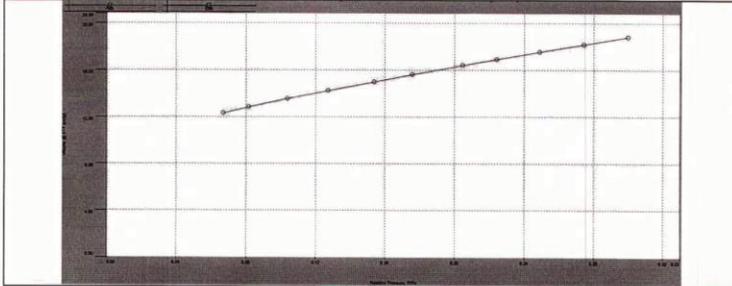
LAPORAN PENGUJIAN BRUNAEUR EMMER TELLER (BET)
BRUNAEUR EMMER TELLER TEST REPORT

Page 2 of 3

No Laporan <i>Report Nr</i>	M0216	Tanggal Terima <i>Receiving Date</i>	15 Desember 2017
No Kontrak <i>Contract Nr.</i>	M0216/PT.02/FT04/P/2017	Tanggal Uji <i>Date of Test</i>	29 Desember 2017
Pemakai Jasa <i>Customer</i>	Adam Bramantyo	Standar <i>Standard</i>	-
Alamat <i>Address</i>	S1 DTMM	Metode Uji <i>Testing method</i>	-
Bahan <i>Material</i>	Solid	Mesin Uji <i>Testing machine</i>	Quantachrome Nova e1200

Kode Sampel <i>Sample Code</i>	Kondisi Degassing <i>Degassing Condition</i>	Luas Permukaan <i>Surface Area</i>	Keterangan <i>Remark</i>
2 Jam > 80µm	300°C 3 h	79.504 m ² /g	BET

Grafik Hasil
Graph Result



Depok, 29 Desember 2017
Manajer Teknis


(Ahmad Ashari, ST., MT)

Laporan hasil pengujian ini hanya berlaku untuk sample yang diuji di Laboratorium Uji-DTMM, publikasi serta penggunaan dokumen ini atau sebagian dari padanya harus dengan izin dari Laboratorium Uji-DTMM

Variabel milling 3 jam



FAKULTAS TEKNIK – UNIVERSITAS INDONESIA
LABORATORIUM UJI
DEPARTEMEN TEKNIK METALURGI & MATERIAL

KAMPUS BARU UI - DEPOK 16424 - INDONESIA
Telp: 021 – 7863510, 78849045 Fax : 021 – 78888111 E-mail : lum@metal.ui.ac.id

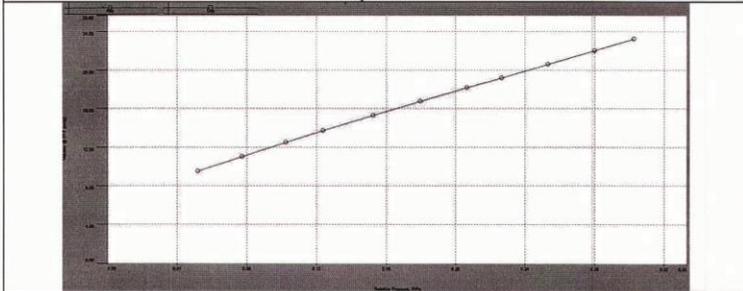
LAPORAN PENGUJIAN BRUNAEUR EMMER TELLER (BET)
BRUNAEUR EMMER TELLER TEST REPORT

Page 3 of 3

No Laporan <i>Report Nr</i>	M0216	Tanggal Terima <i>Receiving Date</i>	15 Desember 2017
No Kontrak <i>Contract Nr</i>	M0216/PT.02/FT04/P/2017	Tanggal Uji <i>Date of Test</i>	29 Desember 2017
Pemakai Jasa <i>Customer</i>	Adam Bramantyo	Standar <i>Standard</i>	-
Alamat <i>Address</i>	S1 DTMM	Metode Uji <i>Testing method</i>	-
Bahan <i>Material</i>	Solid	Mesin Uji <i>Testing machine</i>	Quantachrome Nova e1200

Kode Sampel <i>Sample Code</i>	Kondisi Degassing <i>Degassing Condition</i>	Luas Permukaan <i>Surface Area</i>	Keterangan <i>Remark</i>
3 Jam > 80µm	300°C 3 h	80.527 m ² /g	BET

Grafik Hasil
Graph Result



Depok, 29 Desember 2017
Manajer Teknis


(Ahmad Ashari, ST., MT)

Laporan hasil pengujian ini hanya berlaku untuk sample yang diuji di Laboratorium Uji-DTMM; publikasi serta penggunaan dokumen ini atau sebagian dari padanya harus dengan izin dari Laboratorium Uji-DTMM

UCAPAN TERIMA KASIH

Penghargaan dan ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah ikut berperan serta terhadap penulisan tugas akhir ini. Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat-Nya, nikmat berupa kesehatan dan kesempatan yang selalu Dia berikan
2. Kedua Orang tua penulis, Triwikantoro dan Dyah A. Setyowati yang telah memberikan doa, dukungan, kasih dan sayang, semangat dan nasehat yang sangat berguna dalam keberhasilan penulis.
3. Bapak Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D dan Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir, yang telah memberikan bimbingan dan motivasi kepada penulis.
4. Rekan Seperjuangan dalam hal pengerjaan Tugas Akhir, tempat curhat dan senasib dalam hati yang sengaja dikosongkan yaitu rekan Jalan Menuju Surga.
5. Teman-teman Mahasiswa Angkatan 2014 (MT16) yang memberikan sebuah sentuhan kehangatan layaknya keluarga.
6. Rekan SMALAPALA yang selalu membangkitkan semangat untuk terus berjuang menggapai cita – cita.
7. Sahabat JMMI yang selalu mengingatkan untuk terus mendekat kepada-Nya agar selalu mendapat kemudahan
8. Seluruh Dosen dan karyawan, serta Mahasiswa DTM yang tak pernah menyerah untuk DTM FTI-ITS yang terbaik.
9. Seluruh pihak yang telah memberikan kontribusi atas penulisan Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Tugas Akhir ini masih terdapat kekurangan, namun dibalik itu terdapat niat tulus

untuk berbagi pengetahuan bagi sesama. Penulis berharap bahwa laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis sendiri dan pembaca.

Surabaya, Desember 2017
Penulis

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Mudzakkir Dioktyanto lahir di kota Madiun, 08 Oktober 1996 dari ayah bernama Triwikantoro dan ibu bernama Dyah A. Setyowati. Penulis adalah anak kedua dari empat bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Negeri Klampis Ngasem I Surabaya, lalu SMP Negeri 19 Surabaya, lalu SMA Negeri 5 Surabaya. Kegiatan ekstrakurikuler yang pernah diikuti penulis ada Science Center IPA (KIR), FIRST (Olimpiade), SMALAPALA (Pecinta Alam), dan pernah menjadi ketua SMALAPALA. Penulis melanjutkan pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Departemen Teknik Material. Semasa kuliah penulis aktif di berbagai kegiatan intra dan ekstra kampus antara lain pernah menjadi Ketua Magnificent 2015, Kepala Kaderisasi LDJ Ash – Haabul Kahfi 16/17, dan Kepala Jaringan JMMI TPKE ITS 17/18, kemudian aktif sebagai staff Divisi Aksi Sobot Bumi Surabaya. Selain itu penulis juga memiliki pengalaman kerja praktisi di PT. Timur Megah Steel dan ditempatkan di Divisi Perlakuan Panas. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai proses ekstraksi Lithium pada Lumpur Sidoarjo.