



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR - TL 141584

# **ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM ( $\text{HNO}_3$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\text{HCl}$ ) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI.**

Muhammad Iqbal Muharrom

NRP 02511440000078

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

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN  
ASAM ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) TERHADAP PROSES  
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR  
SIDOARJO MENGGUNAKAN METODE  
HIDROMETALURGI.**

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP 02511440000078

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

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



FINAL PROJECT - TL141584

**ANALYSIS THE INFLUENCE OF VARIATION  
ACID ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) TO LITHIUM  
EXTRACTION PROCESS IN SIDOARJO MUD  
USING HYDROMETALLURGY METHOD.**

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP 02511440000078

Advisor :  
Lukman Noerochim ST, MSc.Eng, Ph.D  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

Department Of Material Engineering  
Faculty Of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute Of Technology  
Surabaya  
2018

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM  
(HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI  
LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGGUNAKAN  
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

(nama dan nomor)

Oleh :

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP. 02511440000078

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

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

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



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# **ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI.**

**Nama Mahasiswa : Muhammad Iqbal Muharrom**  
**NRP : 0251144000078**  
**Departemen : Teknik Material**  
**Pembimbing I : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D**  
**Pembimbing II : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**

## **ABSTRAK**

*Lithium* merupakan suatu mineral yang banyak digunakan pada pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (*rechargeable*). Salah satu sumber *lithium* adalah berasal dari *geothermal* atau fluida yang keluar dari dalam bumi, di Indonesia terdapat sumber *lithium geothermal* yaitu lumpur lapindo Sidoarjo. Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi *lithium* melalui metode hidrometalurgi dengan variasi larutan asam (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) untuk mengetahui pengaruhnya terhadap morfologi padatan yang terbentuk dan efisiensi pada proses ekstraksi. Proses ekstraksi ini dilakukan dengan proses *milling* dengan *ball mill* selama 3 jam kemudian dikalsinasi dengan *furnace* pada temperatur 700°C selama satu jam, kemudian melakukan penambahan NaOH sebanyak 200ml pada lumpur kering sidoarjo. Setelah proses pencampuran hingga menjadi *slurry*, dilakukan *leaching* dengan variasi asam (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl), penambahan Ca(OH)<sub>2</sub>, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Dari pengujian XRD menunjukkan terbentuknya Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan intensitas tertinggi yaitu pada peak posisi 2θ 29,47° intensitasnya 1000 pada variabel lautan asam HNO<sub>3</sub>. Pada saat setelah ekstraksi didapatkan morfologi kristal yang berbeda dengan senyawa *lithium* yang berbeda juga hal ini dikarenakan pada kadar penambahan reaktan

$\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Nilai efektifitas reaksi tertinggi pada variabel HCl yaitu 0,093 ppm, kedua  $\text{HNO}_3$  0,022 ppm dan ketiga  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm, sedangkan nilai efisiensi ekstraksi tertinggi terdapat pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, kedua  $\text{HNO}_3$  yaitu 64% dan ketiga HCl yaitu 54%. Hal ini dikarenakan nilai keasaman larutan, potensial reduksi dan energi bebas gibs senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel.

***Kata kunci: Hidrometalurgi, Lithium, Lumpur Sidoarjo, Asam***

**ANALYSIS THE INFLUENCE OF VARIATION  
ACID (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) TO LITHIUM  
EXTRACTION PROCESS IN SIDOARJO MUD  
USING HYDROMETALLURGY METHOD.**

**Name** : Muhammad Iqbal Muharrom  
**NRP** : 02511440000078  
**Departemen** : Teknik Material  
**Advisor I** : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D  
**Advisor II** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

**ABSTRACT**

Lithium is a mineral that used widely in rechargeable batteries. One source of lithium is derived from geothermal or fluid out of the earth, in Indonesia there is a source of lithium geothermal Sidoarjo's Dry Mud. In this research, Lithium extraction process is done through Hydrometallurgy method with acid solution variation to know its effect on morphology and efficiency in extraction process. Acid solution is done with variations of HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl. This extraction process is carried out by milling with ball mill for 3 hours and roasting 700°C for 1 hours, next mixing 200m NaOH and Sidoarjo's Dry Mud. After mixing the slurry, leaching with acid variation HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, then Ca(OH)<sub>2</sub>, and Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> are added. From the XRD results, the formation of Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> with the highest intensity that is at peak position 2θ 29,47° with intensity of 1000 at variabel HNO<sub>3</sub> acid solution. At the time after extraction, morphology obtain the different crystals with different lithium compounds was also due to the addition of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> reactants. The highest value of reaction effectivity on HCl variable is 0.093 ppm, both HNO<sub>3</sub> 0.022 ppm and third H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.013 ppm, while

the highest extraction efficiency value is in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  variable is 69%, both  $\text{HNO}_3$  is 64% and third  $\text{HCl}$  is 54%. This is due to the acidity value of the solution, the reduction potential and the lithium-free Gibbs free energy formed on each variable.

**Keywords: Hydrometallurgy, Lithium, Acid, Sidoarjo's Mud**

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya, tidak lupa shalawat serta salam penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad SAW sehingga penulis diberi kesempatan untuk menyelesaikan tugas akhir. Tugas akhir ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib yang harus diambil oleh mahasiswa Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), penulis telah menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul **“Analisis Pengaruh Variasi Larutan Asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) Terhadap Proses Ekstraksi Lithium Pada Lumpur Sidoarjo Menggunakan Metode Hidrometalurgi”**. Penulis ingin berterima kasih juga kepada :

1. Allah SWT atas karunia, rahmat, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan lancar.
2. Kedua Orang Tua, yang telah mendukung secara moril maupun materil serta doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan dan kelancaran anaknya dalam menempuh studi.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI-ITS.
4. 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 bekal ilmu yang sangat bermanfaat.
5. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material FTI-ITS.
6. Dan seluruh pihak yang telah memberikan support dalam tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, Hal ini dikarenakan adanya keterbatasan kemampuan penulis dalam penyusunan 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 studi metalurgi ekstraksi.

Surabaya, 10 Juli 2018

Penulis,  
Muhammad Iqbal Muharrom

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xvii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Lithium .....	5
2.1.1 Sumber Lithium .....	8
2.1.2 Lumpur Sidoarjo .....	11
2.2 Proses Produksi Lithium .....	11
2.3 Pemrosesan Lithium dari Brines .....	13
2.3.1 Elektrolisis .....	13
2.3.2 Sulfur Dioxide Roast-Water Leach .....	14
2.3.3 Adsorpsi .....	16
2.4 Hidrometallurgi.....	20
2.5 Asam Kuat .....	21
2.5.1 Asam Klorida (HCl).....	21
2.5.2 Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....	23
2.5.3 Asam Nitrat (HNO <sub>3</sub> ).....	24
2.6 Standart Potensial Reduksi.....	25
2.7 Energi Bebas Gibbs.....	29
2.8 Pemrosesan Lithium Berbahan Dasar Lumpur .....	30

2.9	Proses Ekstraksi $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .....	32
2.10	Penelitian Sebelumnya .....	34
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>		
3.1	Diagram Alir .....	39
3.2	Bahan Penelitian .....	41
3.3	Peralatan Penelitian .....	43
3.4	Pelaksanaan Penelitian .....	45
	3.4.1 Preparasi Lumpur.....	45
	3.4.2 Pembuatan <i>Slurry</i> .....	45
	3.4.3 Oksidasi .....	45
	3.4.4 Leaching .....	46
3.5	Pengujian Penelitian .....	46
	3.5.1 XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	46
	3.5.2 SEM ( <i>Scanning Electron Microscop</i> ) .....	48
	3.5.3 EDX ( <i>Energy Dispersive X-Ray</i> ) .....	49
	3.5.4 ICP ( <i>Inductively Copled Plasma</i> ).....	50
<b>BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1.	Pengujian XRD.....	53
	4.1.1 Pengujian XRD Sebelum Ekstraksi.....	53
	4.1.2 Pengujian XRD Setelah Ekstraksi .....	54
4.2	Pengujian SEM .....	58
4.3	Pengujian ICP .....	61
	4.3.1 Pengujian ICP Sebelum Ekstraksi.....	61
	4.3.2 Pengujian ICP Setelah Ekstraksi .....	62
	4.3.3 Efisiensi Proses Ekstrasi .....	63
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	65
5.2	Saran .....	65
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>xix</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>xxii</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>		<b>xli</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1.</b>	Logam <i>lithium</i> (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan .....	6
<b>Gambar 2.2.</b>	(a) Total produksi <i>Lithium</i> dan (b) pemanfaatan <i>lithium</i> .....	7
<b>Gambar 2.3.</b>	Pengolahan <i>lithium</i> dengan sumber fluida <i>Geothermal</i> .....	10
<b>Gambar 2.4.</b>	Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi. ....	11
<b>Gambar 2.5.</b>	Skema diagram dari sel elektrolisis untuk <i>recovery Lithium</i> yang menggunakan $\text{LiFeO}_4$ dan $\text{FePO}_4$ sebagai elektroda.....	14
<b>Gambar 2.6.</b>	Hasil SEM $\text{Li}_2\text{CO}_3$ yang terbentuk .....	15
<b>Gambar 2.7.</b>	Hasil SEM $\text{Li}_2\text{O}$ yang terbentuk.....	16
<b>Gambar 2.8.</b>	Hasil SEM $\text{LiNaCO}_3$ .....	16
<b>Gambar 2.9.</b>	Diagram fasa dari <i>Lithium</i> mangan oksida serta produk <i>delithiated</i> .....	19
<b>Gambar 2.10.</b>	Struktur kristal dari <i>Lithium</i> mangan oksida spinel.....	19
<b>Gambar 2.11.</b>	Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al .....	34
<b>Gambar 2.12.</b>	Rasio kobalt, litium dan tembaga sisa baterai dengan 3M $\text{H}_2\text{SO}_4$ pada suhu $70^\circ\text{C}$ . ....	35
<b>Gambar 2.13.</b>	Pengaruh konsentrasi asam nitrat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al .....	36
<b>Gambar 2.14.</b>	Grafik kelarutan Litihium dengan asam nitrat pada berbagai konsentrasi .....	36
<b>Gambar 3.1.</b>	Diagram Alir Penelitian .....	39
<b>Gambar 3.2.</b>	Bahan Penelitian (a) $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\text{HNO}_3$ , $\text{HCl}$ (b) $\text{NaOH}$ (c) $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (d) Alkohol. ....	42
<b>Gambar 3.3.</b>	Alat <i>Ball Mill</i> .....	43

<b>Gambar 3.4.</b>	Alat <i>Furnace</i> .....	43
<b>Gambar 3.5.</b>	Alat <i>Hot Plate</i> .....	44
<b>Gambar 3.6</b>	Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD).....	47
<b>Gambar 3.7.</b>	Alat XRD (X-Ray Diffraction) .....	48
<b>Gambar 3.8.</b>	Alat SEM (Scaning Electron Microscop) .....	49
<b>Gambar 3.9.</b>	ICP (Inductively Coupled Plasma).....	50
<b>Gambar 4.1.</b>	Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo sebelum diekstraksi .....	53
<b>Gambar 4.2.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam HNO <sub>3</sub> ....	54
<b>Gambar 4.3.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ...	55
<b>Gambar 4.4.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam HCl.....	57
<b>Gambar 4.5.</b>	Hasil pengujian XRD dengan larutan asam HNO <sub>3</sub> dengan XRD Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .....	58
<b>Gambar 4.6.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam HNO <sub>3</sub> .....	59
<b>Gambar 4.7.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	60
<b>Gambar 4.8.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam HCl.....	61
<b>Gambar 4.9.</b>	Pengaruh variabel larutan asam pada efisiensi	63

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	<i>Lithium Properties</i> .....	6
<b>Tabel 2.2.</b>	Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa <i>lithium</i> menjadi tingkatan logam <i>lithium</i> .....	8
<b>Tabel 2.3.</b>	<i>Recovery Lithium</i> dari metode adsorpsi yang menggunakan adsorben.....	17
<b>Tabel 2.4.</b>	Sifat fisis asam klorida.....	22
<b>Tabel 2.5.</b>	Nilai standar potensial elektroda ( <i>half cell</i> )....	26
<b>Tabel 2.6.</b>	Energi bebas Gibbs senyawa <i>lithium</i> .....	30
<b>Tabel 2.7.</b>	Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.....	31
<b>Tabel 4.1.</b>	Uji ICP dari hasil ekstraksi .....	62
<b>Tabel 4.2.</b>	Total Li pada hasil ekstraksi .....	62
<b>Tabel 4.3.</b>	Effisiensi pada setiap larutan asam .....	63

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

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 e JF dan Daw G, 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, et. al*, 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 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 (Tanikawa, 2011).

Ada banyak cara untuk mengekstraksi *lithium*. metode-metode yang di gunakan yaitu ekstraksi menggunakan pelarut (*solvent*), teknik deposisi elektrik, metode pertukaran ion dan *recovery*. Penelitian secara terus menerus untuk mendapatkan *lithium*, pada tahun 2014, peneliti Indonesia melakukan penelitian dengan metode *adsorbent lithiium* mangan oksida. *Lithiium* mangan oksida adalah salah satu senyawa adsorben yang murah, aman dan tidak beracun. Hasil penelitian senyawa *lithiium* mangan oksida menunjukkan kemampuan menyerap *lithiium* hingga 6,6 mg/g dengan rasio mol Li/Mn 1 (Noerochim, 2014).

Selain metode *adsorbent*, terdapat metode hidrometalurgi yang mengekstraksi *lithiium* menjadi bentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . Metode ini menggunakan Lumpur Sidoarjo dalam keadaan kering, berbeda dengan metode *adsorbent* yang menggunakan airnya untuk mengekstrak *lithiium*. 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).

Adapun pada penelitian sebelumnya dengan teknik hidrometalurgi variasi waktu milling diperoleh peningkatan waktu milling menyebabkan peak  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berkurang, sedangkan fasa yang terbentuk sama. 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 varibel 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. (Mudzakir, 2017).

Berdasarkan penelitian yang sudah disebutkan diatas terlihat bahwa belum ada penelitian yang membahas terkait pengaruh variasi larutan asam terhadap hasil ekstraksi lithium dengan hidrometalurgi. Maka dari itu pada penelitian ini dilakukan studi pengaruh variasi larutan asam terhaap fasa, morfologi padatan serta effisiensi proses ekstraksi lithium pada lumpur sidoarjo.

## 1.2. Rumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap fasa dan morfologi padatan yang terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo?
2. Bagaimana pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap effisiensi proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari lumpur Sidoarjo?

## 1.3. 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.

## 1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan yaitu:

1. Menganalisa pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap fasa dan morfologi padatan yang



- terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo
2. Menganalisa pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap efisiensi proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari Lumpur Sidoarjo

### **1.5. 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 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** menunjukkan gambar logam lithium dalam bentuk mineral dan ketika dalam penyimpanan. 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** (Garrett, 2004; Bale dan Mei, 1989).

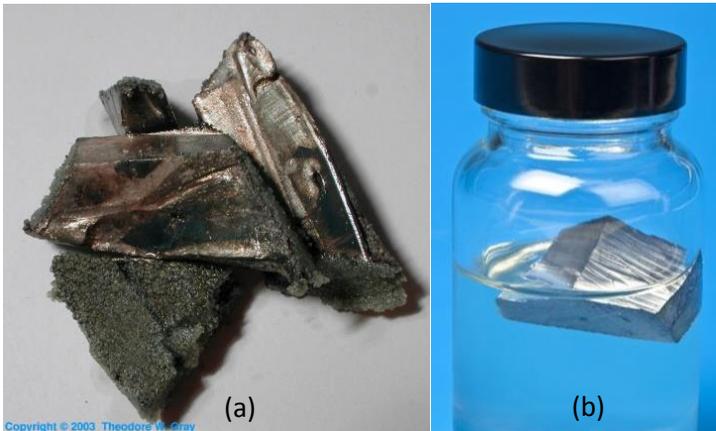
*Lithium* merupakan bahasa Yunani dari kata “lithos” yang berarti batu. *Lithium* pertama kali di temukan oleh Johann Augustus Arfvedson, salah satu mahasiswa Jöns Jakob Berzelius, pada tahun 1817 ketika menganalisis petalite ( $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$ ) (Kamiensiki et al., 2005). Dalam keadaan 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 dapat dilihat pada **Gambar 2.2** yang dibuat oleh Brian W. Jaskula (*Labbe e JF dan Daw G, 2013*) 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.

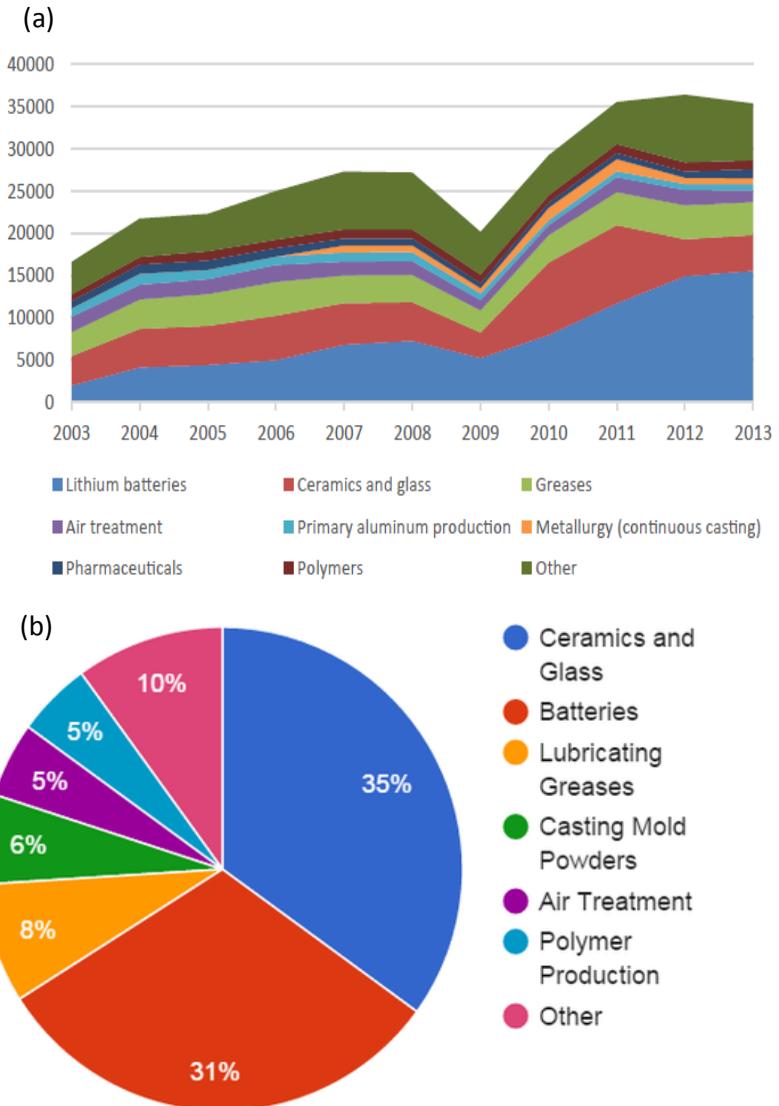


**Tabel 2.1** *Lithium Properties* (Hanford, 1978)

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



**Gambar 2. 1** Logam *lithium* (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan (Theodore W. Gray, 2003)



**Gambar 2.2** (a) Total produksi *Lithium* dan (b) pemanfaatan *lithium* (Jaskula, 2013)



### 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*. Pada tahun 2013 Jaskula 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<sub>4</sub>], 12% LiO<sub>2</sub>
- *Triphylite* [Li(Fe,Mn)PO<sub>4</sub>], 9.5% LiO<sub>2</sub>
- *Lithiophilite* [Li(Mn,Fe)PO<sub>4</sub>], 9.5% LiO<sub>2</sub>
- *Spodumene* [LiAl(SiO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] 8.02% of LiO<sub>2</sub>
- *Amblygonite* [LiAl(F,OH)PO<sub>4</sub>], 7.4% of LiO<sub>2</sub>

Terdapat juga beberapa senyawa dari *lithium* beserta kandungan logamnya yang dapat dilihat pada **Tabel 2.2**.

**Tabel 2.2** Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa *lithium* menjadi tingkatan logam *lithium* (*Lithium Process Chemistry*, 2015)

Nama	Rumus Kimia	Kandungan Logam Li (%)
<i>Lithium metal</i>	Li	100
<i>Lithium carbonate</i>	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	18,79
<i>Lithium oxide</i>	Li <sub>2</sub> O	46,46
<i>Lithium hydroxite</i>	LiOH	28,98
<i>Spodumene</i>	LiAlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	3,73
<i>Petalite</i>	LiAlSi <sub>4</sub> O <sub>10</sub>	2,27
<i>Lepidolite</i>	KLi <sub>2</sub> AlSi <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH,F) <sub>2</sub>	1,92
<i>Lithium chloride</i>	LiCl	16,37
<i>Lithium bromide</i>	LiBr	7,99
<i>Butyllithium</i>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> Li	10,84



Karena konsentrasi yang relatif tinggi *Lithium* juga terjadi pada sedimen tanah seperti *clays*. Salah satu clay ini adalah *hektorit* ( $\text{Na}_{0.33} [\text{Mg}, \text{Li}]_3 \text{Si}_4 \text{O}_{10} [\text{F}, \text{OH}]_2$ ) yang mengandung 0,7-1,3%  $\text{Li}_2\text{O}$  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 (Garrett, 2004; Hamzaoui et al, 2003.). 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 et al, 2006;. Averill dan Olson, 1977).

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.

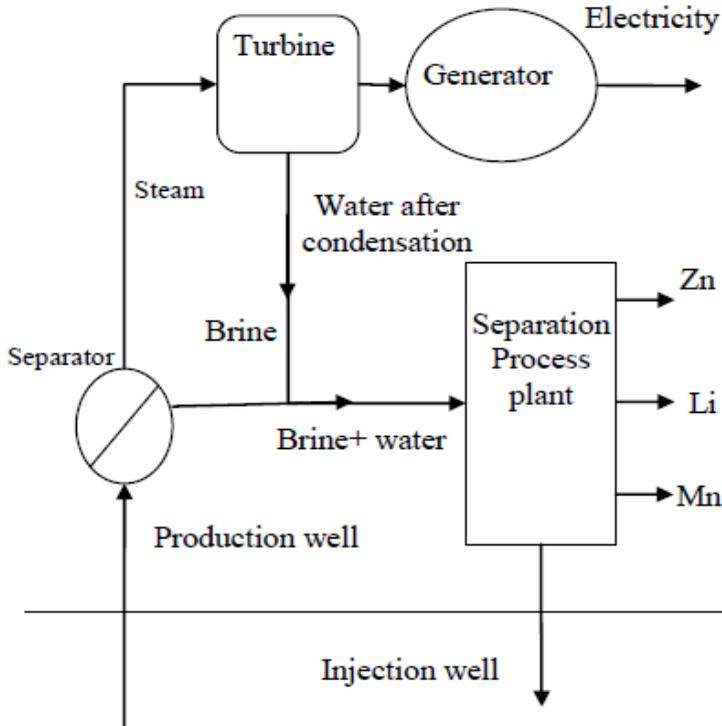
Sering kali, fluida *Geothermal* memiliki kandungan *lithium* yang cukup tinggi sehingga berpotensi sebagai sumber *lithium* alternatif (Bakane, 2013). Hingga sekarang pengolahan *lithium* dari sumber fluida *Geothermal* belum dilakukan secara kormesil.

Namun, ada beberapa peneliti telah memberikan rencana dalam pengolahan *lithium* fluida *Geothermal*. Salah satunya Harrison (2010) 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**.

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 (Davies, 2011).



**Gambar 2.3** Pengolahan *lithium* dengan sumber fluida *Geothermal* (Harrison, 2010)

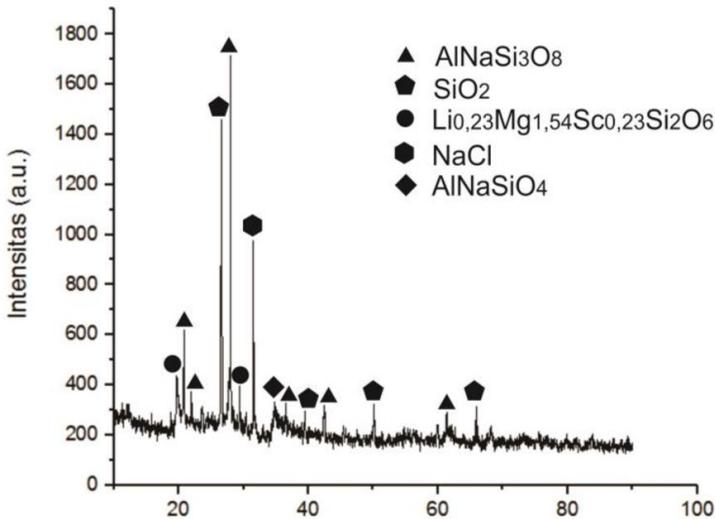
Meskipun menimbulkan kerugian yang sangat besar, menurut hasil penelitian Wataru Tanikawa (2011) menunjukkan kandungan *lithium* yang cukup tinggi, sebesar 5 ppm(mg/L) terdapat di Lumpur Sidoarjo.

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 diamsusikan bahwa debit Lumpur Lapindo dan kandungan *lithium* yang konstan dalam satu tahun, sehingga Lumpur Sidoarjo dapat menghasilkan *lithium* sampai sebanyak 18 ton/tahun.

### 2.1.2. Lumpur Sidoarjo



**Gambar 2.4** Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi.

Pada hasil pengujian XRD tersebut, ditemukan senyawa AlNaSiO<sub>8</sub>; SiO<sub>2</sub>; Li<sub>0,23</sub>Mg<sub>1,54</sub>Sc<sub>0,23</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub>; AlNaSiO<sub>4</sub>; NaCl. Senyawa tersebut mirip dengan senyawa lumpur hektorit dan montmorillonit seperti yang tertera pada **Gambar 2.4**. (Harris E. Kluksdahl, 1986)

## 2.2. Proses Ekstraksi 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.

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*

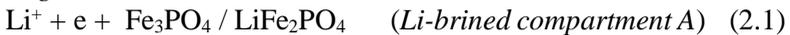
*Recovery Lithium* merupakan pemurnian Li dari *brines* atau air asin yang tujuan utamanya untuk mengurangi waktu yang dibutuhkan *concentrating* Li dari w1% di *brines* menjadi w6% Li. Pengumuman teknologi baru untuk *recovery brines* yang telah dikembangkan oleh *Korean steel maker Posco at its Research 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

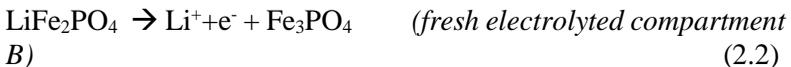
Sebuah teknik baru ditemukan berdasarkan sel elektrolit yang bergantung pada penggunaan *anionic selective membrane* untuk secara tidak langsung mentransfer Li yang dihasilkan dari elektroda  $\text{LiFe}_3\text{PO}_4$  yang secara selektif menjadi  $\text{Fe}_3\text{PO}_4$ . Skema diagram ini menunjukkan kemungkinan aplikasi dari sel ini untuk *selectively recover* Li dari *brines* sel ini untuk selektif pulih Li dari air asin ditunjukkan pada **Gambar 2.5**

Reaksi redoks yang terlibat adalah :

*Negative electrode: Reduction / Interkalasi*



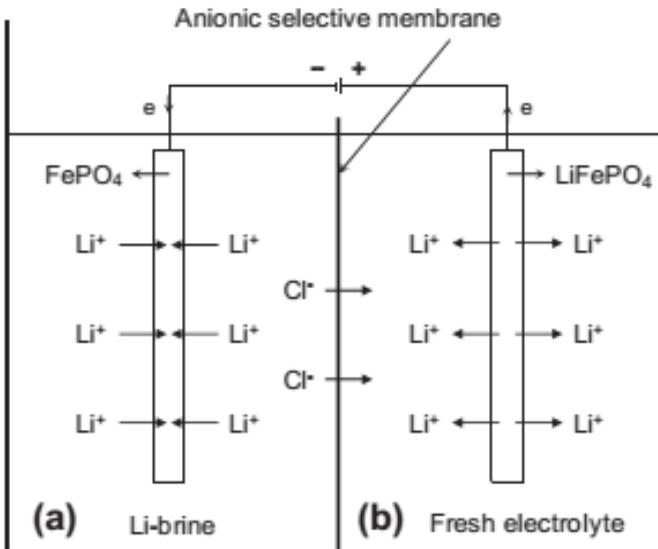
*Positive electrode: Oxidation / Deinterkalasi*



Ketika arus melewati sel ini, ion Li dari Li yang mengandung air garam (kompartemen A) mulai terinterkalasi ke  $\text{FeSO}_4$  pada elektroda negatif (proses reduksi). Pada saat yang sama, Li ion mulai “deinterkalasi” dari  $\text{LiFePO}_4$  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 pemindahan Li. Ketika elektroda di A penuh dengan Li, maka  $\text{Fe}_3\text{PO}_4$  akan diganti dengan  $\text{LiFePO}_4$  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. Teknik ini juga dapat digunakan untuk pertukaran ion Li dari elektrolit (B) yang mengandung Li.



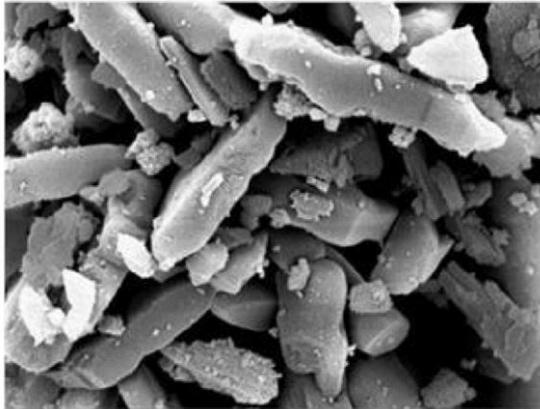
**Gambar 2.5** Skema diagram dari sel elektrolisis untuk *recovery Lithium* yang menggunakan  $\text{LiFeO}_4$  dan  $\text{FePO}_4$  sebagai elektroda

### 2.3.2. 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

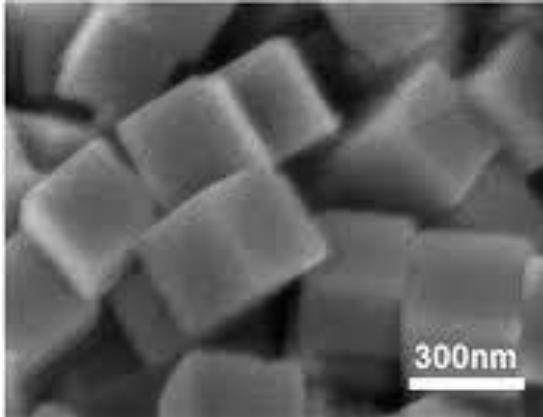


natrium atau kalium, diikuti oleh pencucian asam sulfat. Metode ini telah dipatenkan oleh Kluksdahl. Pada awalnya, *clays* dibuat menjadi *slurry* dengan kaustik di 85° C selama 3 jam. Residu yang diperoleh setelah penyaringan kemudian dicuci dengan 95% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada 85° C selama 3 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<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan hasil SEM pada **Gambar 2.6** (Kluksdahl, 1986).

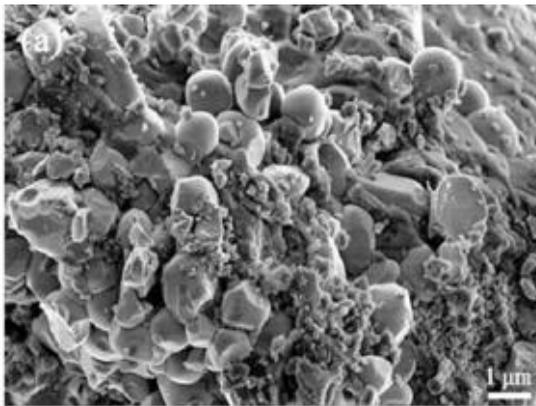


**Gambar 2.6** Hasil SEM Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yang terbentuk

Dresler (1998) pada penelitiannya menyebutkan penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> selain untuk menghilangkan Ca<sup>2+</sup> juga dimaksudkan untuk membentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, apabila terjadi kekurangan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, maka tidak akan terbentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> melainkan Li<sub>2</sub>O seperti hasil SEM pada **Gambar 2.7** menunjukkan partikel Li<sub>2</sub>O dengan bentuk partikel kubus (Kyeongse Song, 2015) Sedangkan apabila Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> berlebih akan membentuk LiNaCO<sub>3</sub> dengan hasil SEM pada **Gambar 2.8** (Bin Zhu 2015).



**Gambar 2.7** Hasil SEM  $\text{Li}_2\text{O}$  yang terbentuk



**Gambar 2.8** Hasil SEM  $\text{LiNaCO}_3$  yang terbentuk

### 2.3.3. 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**

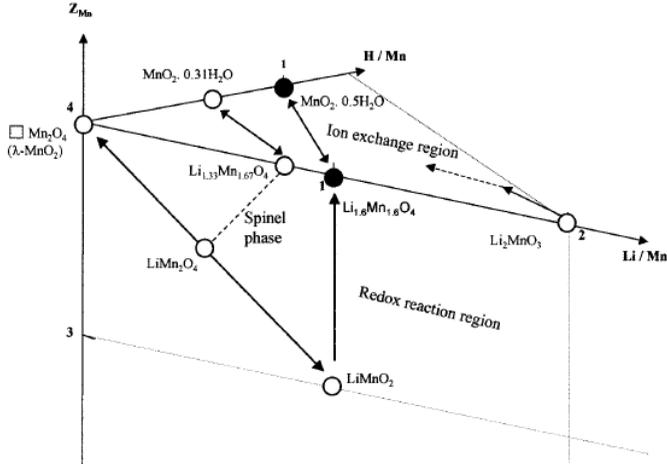
**Tabel 2.3** *Recovery Lithium* dari metode adsorbensi yang menggunakan adsorben. (Chagnes dan Jolanta, 2015)

Bahan	Adsorbensi		
	Adsorben	Extracted (%)	Capacity (mg/g)
<i>Salar de Uyuni brine</i>	$\text{Li}_{0,15}\text{H}_{0,76}\text{Mg}_{0,40}\text{Mn(III)}_{0,08}\text{Mn(IV)}_{1,5}\text{O}_4$ diturunkan dari <i>magnesium-doped LMO</i>	58	23 – 25
	Lembaran $\text{H}_2\text{TiO}_3$ diturunkan dari $\text{Li}_2\text{TiO}_3$	Tidak ditentukan	32
<i>Brine</i>	<i>Nanocrystalline</i> $\text{MnO}_2$ diturunkan dari LMnO	Tidak ditentukan	6,3
	Gel aluminium hidroksida	60	
	Aluminium oksida terhidrasi	90	
Air laut	$\text{H}_{1,6}\text{Mn}_{1,6}\text{O}_4$ diturunkan dari komposit serat nano $\text{Li}_{1,6}\text{Mn}_{1,6}\text{O}_4$	Tidak ditentukan	8,5
	LMO tipe silinder	Tidak ditentukan	15,1
	Bubuk LMO	Tidak ditentukan	27,6
	$\text{H}_{1,39}\text{Li}_{0,01}\text{Mn}_{1,65}\text{O}_4$ diturunkan dari $\text{Li}_{1,57}\text{Mn}_{1,65}\text{O}_4$	76	8

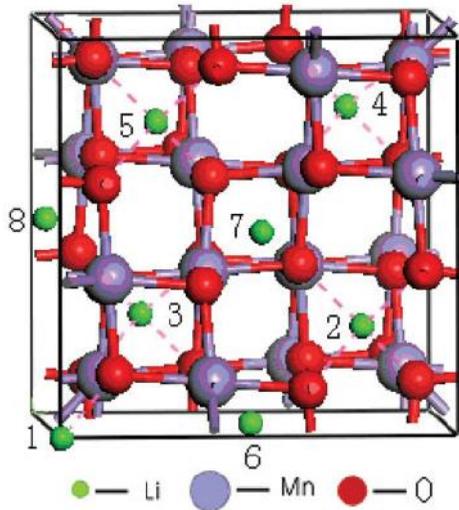


MnO <sub>2</sub> . 0,1Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .1,3H <sub>2</sub> O diturunkan dari Li <sub>1,16</sub> Sb(V) <sub>0,29</sub> Mn(III) <sub>0,77</sub> Mn(IV) <sub>0,77</sub> O <sub>4</sub> tipe spinel	28	14
MnO <sub>2</sub> .0,5H <sub>2</sub> O diturunkan dari Li <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub>	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 <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub> diturunkan dari Li <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub>	61	35
<i>Delithiated</i> Li <sub>1,33</sub> Mn <sub>1,67</sub> O <sub>4</sub> tipe membrane	Tidak ditentukan	10,6
HMnO(Mg) diturunkan dari MgMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	60	4,5

Senyawa yang sering kali diteliti sebagai media adsorben contohnya ialah senyawa berbasis *Lithium* Mangan Oksida, salah satunya LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang disintesa oleh Chung (2004). Senyawa tersebut termasuk didalam bentuk *Lithium* Mangan Oksida Spinel pada diagram fasa **Gambar 2.9**. Beberapa peneliti seperti Feng (1992) menyebutkan bahwa *Lithium* Mangan Oksida yang berbentuk Spinel seperti **Gambar 2.10** memiliki sifat-sifat yang sangat menguntungkan sebagai adsorben seperti tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta keluar masuknya Li<sup>+</sup> secara topotaktis. Karena beberapa alasan tersebut maka senyawa ini sering digunakan sebagai adsorben inorganik dan juga elektroda baterai.



**Gambar 2.9** Diagram Fasa dari *Lithium* Mangan Oksida serta produk *delithiated*. (Chung, 2004)



**Gambar 2.10** Struktur kristal dari *Lithium* Mangan Oksida Spinel (Feng, 1992)



*Lithium* Mangan Oksida Spinel yang secara formula umum dapat diekspresikan menjadi  $\text{Li}_n\text{Mn}^{2+}\text{O}_4$  ( $1 \leq n \leq 1.33$ ;  $0 \leq x \leq 0.33$ ;  $n \leq 1+x$ ) (Feng, 1992). Atau juga bisa ditulis seperti ini  $(\text{Li})[\text{Li}_x\text{Mn}^{2+}]_n\text{O}_4$  dimana  $(\text{Li})$  menunjukkan 8a tetrahedral *site* dan  $[\text{Li}_x\text{Mn}^{2+}]_n$  menunjukkan 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  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_{1.14}\text{Mn}_{1.86}$ ,  $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$  dan lain lain (Jiang, dkk. 2007).

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 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 oktahedral *site*  $(\text{Li})_8[\text{Li}_{0.2}]_{16}[\text{Li}_{0.4}\text{Mn}_{1.6}]_{16}\text{O}_4$ . 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  $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ , dari penelitiannya tersebut diketahui *Lithium* Mangan Oksida ini memiliki kemampuan *Lithium uptake* sampai 37 mg/g.

## 2.4. Hidrometalurgi

Hidrometalurgi adalah metode untuk memperoleh senyawa dari mineralnya. Ini adalah teknik dalam bidang metalurgi ekstraktif yang melibatkan penggunaan lautan kimia pada proses *recovery* senyawa dari mineral, konsentrat, dan bahan residunya. Teknik pemrosesan kimia logam yang melengkapi hidrometalurgi adalah pyrometalurgy, metalurgi uap dan elektrometalurgi garam cair. Hidrometalurgi pada dasarnya dibagi menjadi tiga tahapan :



Pertama adalah leaching melibatkan penggunaan larutan kimia untuk mengekstrak logam. Kondisi leaching solution bervariasi dalam hal pH, potensi oksidasi reduksi, kehadiran agen chelating dan suhu, untuk mengoptimalkan laju, tingkat dan selektivitas pemisahan komponen logam yang diinginkan ke dalam fase liquid. Melalui penggunaan agen chelating, seseorang dapat mengekstrak logam tertentu secara selektif. Berikutnya purification menggunakan pelarut. Dengan mencampurkan ekstrak dalam pengencer yang digunakan untuk mengekstrak logam dari satu fase ke fase lainnya. Kemudian proses recovery adalah langkah terakhir dalam proses hidrometalurgi. Logam yang dihasilkan sebagai bahan baku langsung diproduksi pada tahap ini. Sebagian lagi diperlukan proses lebih lanjut untuk meningkatkan kemurniannya. Beberapa proses sebagai bentuk recovery adalah elektrolisis, reduksi gas, dan pengendapan. (Namil 2017)

## 2.5. Asam Kuat

Asam kuat adalah asam yang terionisasi 100% dalam air. Asam kuat mempunyai derajat ionisasi sama dengan 1. Derajat ionisasi dihitung berdasarkan jumlah mol yang terurai dibagi dengan jumlah mol mula-mula. Kekuatan asam mengacu pada seberapa mudah suatu asam akan melepaskan atau menyumbangkan proton ke dalam larutan. Semakin kuat asam, maka semakin mudah melepaskan proton.

### 2.5.1. Asam Klorida (HCl)

Hidrogen klorida (HCl) adalah asam monoprotik, yang berarti dapat terdisosiasi (terionisasi) melepaskan satu  $H^+$  (sebuah proton tunggal) hanya sekali. Dalam larutan asam klorida,  $H^+$  ini bergabung dengan molekul air membentuk ion hidronium,  $H_3O^+$ .



Ion lain yang terbentuk adalah ion klorida,  $Cl^-$ . Asam klorida oleh karenanya dapat digunakan untuk membuat garam *klorida*, seperti natrium klorida. Asam klorida adalah asam kuat karena ia terdisosiasi penuh dalam air. Asam monoprotik memiliki satu tetapan disosiasi asam,  $K_a$ , yang mengindikasikan tingkat disosiasi



zat tersebut dalam air. Untuk asam kuat seperti HCl, nilai  $K_a$  adalah  $10^4$ . Asam klorida merupakan asam monoprotik yang sulit mengalami reaksi redoks. Walaupun asam, HCl mengandung ion klorida yang tidak reaktif dan tidak beracun.

Asam klorida dalam konsentrasi menengah memiliki sifat stabil untuk disimpan dan terus mempertahankan konsentrasinya. Asam klorida merupakan reagen pengasam yang sangat baik. Asam klorida merupakan asam pilihan dalam titrasi untuk menentukan jumlah basa. Asam klorida azeotropik ( $\pm 20,2\%$ ) dapat digunakan sebagai standar primer dalam analisis kuantitatif. Asam klorida sering digunakan dalam analisis kimia untuk mereaksikan sampel-sampel analisis. Asam klorida pekat melarutkan banyak jenis logam dan menghasilkan logam klorida dan gas hidrogen. Ia juga bereaksi dengan senyawa dasar semacam kalsium karbonat dan tembaga(II) oksida, menghasilkan klorida terlarut yang dapat dianalisis.

Asam klorida memiliki sifat fisis dapat dilihat pada **Tabel 2.4**, seperti titik didih, titik leleh, massa jenis, dan pH tergantung pada konsentrasi atau molaritas HCl dalam larutan asam tersebut. Sifat-sifat ini berkisar dari larutan dengan konsentrasi HCl mendekati 0% sampai dengan asam klorida berasap 40% HCl

**Tabel 2.4** Sifat Fisis Asam Klorida

Konsentrasi		Massa jenis	Molaritas	Kapasitas kalor jenis	Titik didih	Titik leleh
kg HC l/kg	kg HC l/m <sup>3</sup>	kg/l	mol/d m <sup>3</sup>	kJ/(kg·K)	°C	°C
10%	104,80	1,048	2,87	3,47	103	-18
20%	219,60	1,098	6,02	2,99	108	-59
30%	344,70	1,149	9,45	2,60	90	-52
32%	370,88	1,159	10,17	2,55	84	-43
34%	397,46	1,169	10,90	2,50	71	-36
36%	424,44	1,179	11,64	2,46	61	-30
38%	451,82	1,189	12,39	2,43	48	-26



### 2.5.2. Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Asam sulfat,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , merupakan asam mineral (anorganik) yang kuat dan larut dalam air. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan dan merupakan salah satu produk utama industri kimia. Asam sulfat dengan kandungan 98% lebih stabil untuk disimpan, dan merupakan bentuk asam sulfat yang umum digunakan. Asam sulfat 98% disebut sebagai asam sulfat pekat. Asam sulfat murni berupa cairan bening seperti minyak,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah cairan yang sangat polar. Ia memiliki tetapan dielektrik sekitar 100. Konduktivitas listriknya juga tinggi. Konstanta kesetimbangan autopirolysisnya adalah  $K_{ap}(25\text{ }^\circ\text{C}) = [\text{H}_3\text{SO}_4^{++}][\text{HSO}_4^-] = 2,7 \times 10^{-4}$ . Dibandingkan dengan konstanta keseimbangan air,  $K_w = 10^{-14}$ , nilai konstanta kesetimbangan autopirolysis asam sulfat  $10^{10}$  (10 triliun) kali lebih kecil. Walaupun asam ini memiliki viskositas yang cukup tinggi, konduktivitas efektif ion  $\text{H}_3\text{SO}_4^{++}$  dan  $\text{HSO}_4^-$  tinggi dikarenakan mekanisme ulang alik proton intra molekul, menjadikan asam sulfat sebagai konduktor yang baik dan merupakan pelarut yang baik untuk banyak reaksi.

Jika  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bereaksi dengan air terjadi reaksi hidrasi asam sulfat yang sifatnya eksotermik. Selalu tambahkan asam ke dalam air dan jangan terbalik menambahkan air ke dalam asam. Air memiliki massa jenis yang lebih rendah daripada asam sulfat dan cenderung mengapung di atasnya, sehingga apabila air ditambahkan ke dalam asam sulfat pekat, ia akan dapat mendidih dan bereaksi dengan keras. Reaksi yang terjadi adalah pembentukan ion hidronium:



Pada reaksi yang lain asam sulfat bereaksi dengan kebanyakan basa, menghasilkan garam sulfat. Sebagai contoh, garam tembaga tembaga(II) sulfat dibuat dari reaksi antara tembaga(II) oksida dengan asam sulfat:



Asam sulfat juga dapat digunakan untuk mengasamkan garam dan menghasilkan asam yang lebih lemah. Reaksi antara

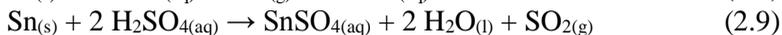
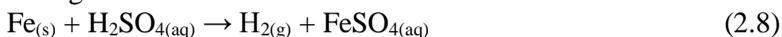


natrium asetat dengan asam sulfat akan menghasilkan asam asetat,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , dan natrium bisulfat:



Hal yang sama juga berlaku apabila mereaksikan asam sulfat dengan kalium nitrat. Reaksi ini akan menghasilkan asam nitrat dan endapat kalium bisulfat. Ketika dikombinasikan dengan asam nitrat, asam sulfat berperilaku sebagai asam sekaligus zat pendehidrasi, membentuk ion nitronium  $\text{NO}_2^+$ , yang penting dalam reaksi nitras yang melibatkan substitusi aromatik elektrofilik.

Asam sulfat juga bereaksi dengan kebanyakan logam dan terjadi reaksi penggantian tunggal, menghasilkan gas hidrogen dan logam sulfat.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  encer bereaksi dengan besi, aluminium, seng, mangan, magnesium dan nikel. Namun reaksi dengan timah dan tembaga memerlukan asam sulfat yang panas dan pekat. Timbal dan tungsten tidak bereaksi dengan asam sulfat. Reaksi antara asam sulfat dengan logam biasanya akan menghasilkan hidrogen seperti yang ditunjukkan pada persamaan di bawah ini. Namun reaksi dengan timah akan menghasilkan sulfur dioksida daripada hidrogen.



Hal ini dikarenakan asam pekat panas berperan sebagai oksidator. Sehingga ketika asam pekat panas bereaksi dengan seng, timah, dan tembaga, maka akan menghasilkan garam, air dan sulfur dioksida, pada asam encer yang beraksi dengan logam seperti seng akan menghasilkan garam dan hidrogen.

### 2.5.3. Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ )

Asam nitrat adalah larutan asam kuat. Di dalam air, asam ini terdisosiasi menjadi ion-ionnya, yaitu ion nitrat  $\text{NO}_3^-$  dan ion hidronium ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ). Garam dari asam nitrat disebut sebagai garam nitrat (contohnya seperti kalsium nitrat atau barium nitrat). Dalam temperatur ruangan, asam nitrat berbentuk uap berwarna merah atau kuning. Asam nitrat murni (100%) merupakan cairan tak berwarna dengan berat jenis  $1.522 \text{ kg/m}^3$ . Asam nitrat membeku pada suhu  $-42 \text{ }^\circ\text{C}$ , membentuk kristal-kristal putih, dan mendidih



pada 83 °C. Ketika mendidih pada suhu kamar, terdapat dekomposisi (penguraian) sebagian dengan pembentukan nitrogen dioksida sesudah reaksi:



Peningkatan konsentrasi asam nitrat dipengaruhi oleh penguraian termal maupun cahaya, dan hal ini dapat menimbulkan sejumlah variasi yang tak dapat diabaikan pada tekanan uap di atas cairan karena nitrogen oksida yang dihasilkan akan terlarut sebagian atau sepenuhnya di dalam asam.

Asam nitrat bereaksi dengan alkali, oksida basa, dan karbonat untuk membentuk garam, seperti amonium nitrat. Karena memiliki sifat mengoksidasi, asam nitrat tidak melepaskan protonnya pada reaksi dengan logam dan garam yang dihasilkan yang berada dalam keadaan teroksidasi lebih tinggi. Asam nitrat memiliki tetapan disosiasi asam ( $\text{pK}_a$ ) 1,4 : dalam larutan akuatik, asam nitrat hampir sepenuhnya (93% pada 0.1 mol/L) terionisasi menjadi ion nitrat  $\text{NO}_3^-$  dan proton terhidrasi yang dikenal sebagai ion hidronium,  $\text{H}_3\text{O}^+$ .



Asam sebagai sebuah oksidator yang kuat, asam nitrat bereaksi dengan sebagian besar bahan-bahan organik dan reaksinya bersifat eksplosif. Produk akhirnya tergantung pada konsentrasi asam, suhu, serta reduktor. Reaksi dapat terjadi dengan semua logam kecuali deret logam mulia dan alloy tertentu. reaksi oksidasi utamanya terjadi dengan asam pekat, pada pembentukan nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ).



## 2.6. Standart Potensial Elektroda

Potensial elektroda adalah potensial listrik yang dihasilkan oleh suatu elektroda jika dibandingkan dengan elektroda hidrogen. Potensial elektroda diberi lambang E. Apabila pengukuran dilakukan pada suhu 25<sup>0</sup> C, tekanan 1 atm dan konsentrasi 1M, maka disebut sebagai potensial elektroda standat ( $E^0$ ).



Untuk membandingkan kecenderungan suatu logam mengalami oksidasi atau reduksi tidak bisa diukur secara langsung namun digunakan elektroda pembanding, yaitu hidrogen. Elektroda yang lebih mudah mengalami reduksi dibanding hidrogen mempunyai nilai  $E^0 =$  positif, sedangkan elektroda yang lebih sukar mengalami reduksi mempunyai nilai  $E^0 =$  negatif. Berdasarkan pengukuran potensial elektroda maka disusunlah deret volta.

Li–K–Ba–Ca–Na–Mg–Al–Mn–H<sub>2</sub>O–Zn–Cr–Fe–Co–Ni–Sn Pb –  
H–Cu–Hg–Ag–Pt–Au

Logam mempunyai kemampuan yang berbeda dalam melepaskan elektron, seperti pada contoh rangkaian sel volta diatas, elektron mengalir dari Zn ke Cu, bukan sebaliknya. Hal tersebut menunjukkan bahwa meskipun keduanya adalah logam namun Zn lebih mudah melepaskan elektron dari Cu. Perbedaan kecenderungan teroksidasi menghasilkan perbedaan rapat muatan antara Zn dan Cu, perbedaan rapat menyebabkan perbedaan potensial listrik antara Zn dan Cu sehingga elektron mengalir. Selisih potensial dinamakan Potensial Sel diberi lambang  $E^0_{sel}$ . Potensial sel ditentukan dengan cara mengukur potensial listrik yang timbul karena penggabungan dua setengah selnya. Pengukuran dilakukan menggunakan voltmeter. Nilai standar potensial elektroda beberapa kation dan anion dapat dilihat pada **Tabel 2.5**

**Tabel 2.5** Nilai Standar Potensial Elektroda (*Half Cell*)

<i>Half Cell</i>	$E^0$ (V)
$\frac{3}{2}N_2(g) + H^+ + e^- \rightleftharpoons HN_3(aq)$	-3.09
$Li^+ + e^- \rightleftharpoons Li(s)$	-3.0401
$N_2(g) + 4H_2O + 2e^- \rightleftharpoons 2NH_2OH(aq) + 2OH^-$	-3.04
$Cs^+ + e^- \rightleftharpoons Cs(s)$	-3.026
$Rb^+ + e^- \rightleftharpoons Rb(s)$	-2.98
$K^+ + e^- \rightleftharpoons K(s)$	-2.931
$Ba^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Ba(s)$	-2.912
$Sr^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Sr(s)$	-2.899
$Ca^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Ca(s)$	-2.868



$\text{Mg}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mg}(s)$	-2.372
$\text{H}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{H}^-$	-2.25
$\text{Be}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Be}(s)$	-1.85
$\text{Al}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Al}(s)$	-1.66
$\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(s) + 4\text{OH}^-$	-1.199
$\text{Mn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mn}(s)$	-1.185
$\text{SiO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{Si}(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	-0.91
$\text{B}(\text{OH})_3(aq) + 3\text{H}^+ + 3e^- \rightleftharpoons \text{B}(s) + 3\text{H}_2\text{O}$	-0.89
$\text{Fe}(\text{OH})_2(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s) + 2\text{OH}^-$	-0.89
$\text{Fe}_2\text{O}_3(s) + 3\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Fe}(\text{OH})_2(s) + 2\text{OH}^-$	-0.86
$2\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2(g) + 2\text{OH}^-$	-0.8277
$\text{Zn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(Hg)$	-0.7628
$\text{Zn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(s)$	-0.7618
$\text{Cr}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Cr}(s)$	-0.74
$\text{Fe}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s)$	-0.44
$\text{Cr}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Cr}^{2+}$	-0.42
$\text{Cd}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cd}(s)$	-0.40
$\text{Cu}_2\text{O}(s) + \text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cu}(s) + 2\text{OH}^-$	-0.360
$\text{PbSO}_4(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(s) + \text{SO}_4^{2-}$	-0.3588
$\text{PbSO}_4(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(Hg) + \text{SO}_4^{2-}$	-0.3505
$\text{Co}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Co}(s)$	-0.28
$\text{Ni}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ni}(s)$	-0.25
$\text{Si}(s) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{SiH}_4(g)$	-0.14
$\text{Sn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Sn}(s)$	-0.13
$\text{O}_2(g) + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HO}_2^{\bullet}(aq)$	-0.13
$\text{Pb}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(s)$	-0.13
$\text{CO}_2(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{CO}(g) + \text{H}_2\text{O}$	-0.11
$\text{Fe}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s)$	-0.04
$2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2(g)$	0
$\text{AgBr}(s) + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(s) + \text{Br}^-$	+0.07133
$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	+0.08
$\text{Fe}_3\text{O}_4(s) + 8\text{H}^+ + 8e^- \rightleftharpoons 3\text{Fe}(s) + 4\text{H}_2\text{O}$	+0.085
$\text{HgO}(s) + \text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}(l) + 2\text{OH}^-$	+0.0977



$\text{N}_2\text{H}_4(\text{aq}) + 4\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{NH}_4^+ + 4\text{OH}^-$	+0.11
$\text{H}_2\text{MoO}_4(\text{aq}) + 6\text{H}^+ + 6e^- \rightleftharpoons \text{Mo}(\text{s}) + 4\text{H}_2\text{O}$	+0.11
$\text{C}(\text{s}) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{CH}_4(\text{g})$	+0.13
$\text{S}(\text{s}) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{S}(\text{g})$	+0.14
$\text{Sn}^{4+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Sn}^{2+}$	+0.15
$\text{Cu}^{2+} + e^- \rightleftharpoons \text{Cu}^+$	+0.159
$\text{SO}_4^{2-} + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{SO}_2(\text{aq}) + 2\text{H}_2\text{O}$	+0.2
$\text{AgCl}(\text{s}) + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{s}) + \text{Cl}^-$	+0.22233
$\text{Cu}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{s})$	+0.340
$\text{CO}(\text{g}) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{C}(\text{s}) + \text{H}_2\text{O}$	+0.52
$\text{I}_3^- + 2e^- \rightleftharpoons 3\text{I}^-$	+0.53
$\text{I}_2(\text{s}) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{I}^-$	+0.54
$\text{H}_3\text{AsO}_4(\text{aq}) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_3\text{AsO}_3(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}$	+0.56
$\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} + 3e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(\text{s}) + 4\text{OH}^-$	+0.59
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + 6\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{S}(\text{s}) + 3\text{H}_2\text{O}$	+0.60
$\text{Fc}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Fc}(\text{s})$	+0.641
$\text{O}_2(\text{g}) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O}_2(\text{aq})$	+0.70
$\text{Fe}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+}$	+0.77
$\text{Ag}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{s})$	+0.7996
$\text{Hg}_2^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Hg}(\text{l})$	+0.80
$\text{FeO}_4^{2-} + 5\text{H}_2\text{O} + 6e^- \rightleftharpoons \text{Fe}_2\text{O}_3(\text{s}) + 10\text{OH}^-$	+0.81
$\text{Hg}_2^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}(\text{l})$	+0.85
$\text{MnO}_4^- + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HMnO}_4^-$	+0.90
$2\text{Hg}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}_2^{2+}$	+0.91
$\text{MnO}_2(\text{s}) + 4\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+0.95
$\text{NO}_3^-(\text{aq}) + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{NO}_2(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}$	+0.96
$\text{IO}_3^- + 5\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{HIO}(\text{aq}) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.13
$\text{Ag}_2\text{O}(\text{s}) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Ag}(\text{s}) + \text{H}_2\text{O}$	+1.17
$\text{ClO}_3^- + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{ClO}_2(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}$	+1.18
$\text{Pt}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pt}(\text{s})$	+1.188
$\text{ClO}_2(\text{g}) + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HClO}_2(\text{aq})$	+1.19
$\text{ClO}_4^- + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{ClO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$	+1.20
$\text{O}_2(\text{g}) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+1.229



$\text{MnO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.23
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6e^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	+1.33
$\text{Cl}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cl}^-$	+1.36
$\text{CoO}_2(s) + 4\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Co}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.42
$2\text{NH}_3\text{OH}^+ + \text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{N}_2\text{H}_5^+ + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.42
$2\text{HIO}(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{I}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.44
$\text{Ce}^{4+} + e^- \rightleftharpoons \text{Ce}^{3+}$	+1.44
$\text{BrO}_3^- + 5\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{HBrO}(aq) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.45
$2\text{BrO}_3^- + 12\text{H}^+ + 10e^- \rightleftharpoons \text{Br}_2(l) + 6\text{H}_2\text{O}$	+1.48
$2\text{ClO}_3^- + 12\text{H}^+ + 10e^- \rightleftharpoons \text{Cl}_2(g) + 6\text{H}_2\text{O}$	+1.49
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+1.51
$\text{HO}_2 \cdot + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O}_2(aq)$	+1.51
$\text{Au}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Au}(s)$	+1.52
$\text{NiO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ni}^{2+} + 2\text{OH}^-$	+1.59
$2\text{HClO}(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cl}_2(g) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.63
$\text{Ag}_2\text{O}_3(s) + 6\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{Ag}^+ + 3\text{H}_2\text{O}$	+1.67
$\text{Pb}^{4+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}^{2+}$	+1.69
$\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.70
$\text{AgO}(s) + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}^+ + \text{H}_2\text{O}$	+1.77
$\text{H}_2\text{O}_2(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+1.78
$\text{Co}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Co}^{2+}$	+1.82
$\text{Au}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Au}(s)$	+1.83
$\text{BrO}_4^- + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{BrO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$	+1.85
$\text{Ag}^{2+} + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}^+$	+1.98
$\text{S}_2\text{O}_8^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{SO}_4^{2-}$	+2.010
$\text{O}_3(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{O}_2(g) + \text{H}_2\text{O}$	+2.075
$\text{HMnO}_4^- + 3\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+2.09
$\text{FeO}_4^{2-} + 3e^- + 8\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Fe}^{3+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+2.20
$\text{F}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{F}^-$	+2.87
$\text{F}_2(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{HF}(aq)$	+3.05

(David, 2006)

## 2.7. Energi Bebas Gibbs

Dalam termodinamika, energi bebas Gibbs (adalah suatu potensial termodinamika yang dapat digunakan untuk



menghitung kerja reversibel maksimum yang dapat dilakukan oleh sistem termodinamika pada suhu dan tekanan konstan (isothermal, isobarik). Sama seperti dalam mekanika, di mana penurunan energi potensial didefinisikan sebagai kerja maksimum yang dapat dilakukan, potensial yang berbeda juga memiliki arti yang berbeda. Penurunan energi bebas Gibbs (J dalam SI) adalah jumlah maksimum pekerjaan non-ekspansi yang dapat diekstraksi dari sistem termodinamika tertutup; maksimum tersebut dapat dicapai hanya dalam proses yang sepenuhnya reversibel. Ketika sebuah sistem berubah secara reversibel dari keadaan awal ke keadaan akhir, penurunan energi bebas Gibbs sama dengan kerja yang dilakukan oleh sistem ke lingkungannya, dikurangi dengan kerja dari gaya tekanan. Energi Gibbs (juga dirujuk sebagai  $G$ ) juga merupakan potensial termodinamika yang diminimalkan saat sistem mencapai kesetimbangan pada tekanan dan suhu konstan. Derivasinya sehubungan dengan koordinat reaksi sistem yang hilang pada titik kesetimbangan. Dengan demikian, pengurangan  $G$  adalah kondisi yang diperlukan untuk spontanitas proses pada tekanan dan suhu konstan. Nilai energi bebas Gibbs beberapa senyawa *lithium* dapat dilihat pada **Tabel 2.6**

**Tabel 2.6** Energi Bebas Gibbs Senyawa Lithium

Senyawa	$\Delta_f G^\circ$ (Kj/mol)
LiCl	-384,5
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-1324
LiNO <sub>3</sub>	-389,5
Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	-1132,4

(Perrot, 1998)

## 2.8. 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 2.7** Pada tahun 1988, Crocker 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 dioxide roast-water leach, HCl roast-water leach, Limestone gypsum water leach

**Tabel 2.7** Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.  
(*Lithium Process Chemistry*,2015)

Bahan	Pembakaran		Leaching		Maks. Li di dapat (%)	Kemurnian produk akhir <sup>a</sup>
	Penam bahan	Temp. (°C)	Pengekstrak	Temp. (°C)		
Lumpur Montmorillonite	SO <sub>2</sub>	700	H <sub>2</sub> O	Tidak ditentukan	86	Belum termasuk
	Anhydrous HCl	700	H <sub>2</sub> O	80	70	
	CaCO <sub>3</sub> + HCl	750	H <sub>2</sub> O	80	80	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
	Gipsu m + kapur	1000	H <sub>2</sub> O	Tidak ditentukan	90	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 99%
Lumpur boron	Gipsu m + kapur	915	H <sub>2</sub> O	Temp. ruangan	88	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Hectorite	Dolomite + CaSO <sub>4</sub>	1000	H <sub>2</sub> O	95	92	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .LiOH
Lumpur montmorillonite	Belum termasuk		NaOH/KOH/N <sub>a</sub> CO <sub>3</sub> /K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> <sup>b</sup>	85	66	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
			kons. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> <sup>c</sup>	85 – 100		

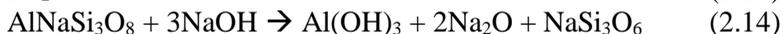
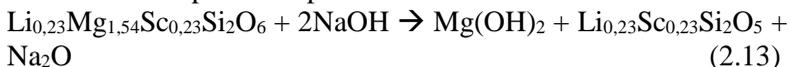


Lumpur Bentonite	Belum termasuk	7M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	250	90	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Granite	Belum termasuk	120 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	260	68	Belum termasuk
		300 g/L HCl	90	76	
Pegmatite	Belum termasuk	120 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	260	71	
		300 g/L HCl	90	49	

## 2.9. Proses Ekstraksi Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

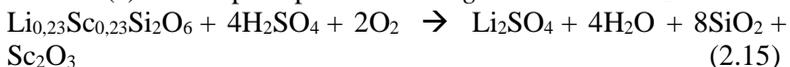
Dalam proses ekstraksi *lithium* menggunakan metode hidrometalurgi terjadi banyak reaksi yang akhirnya menjadikan kandungan (wt%) *lithium* dalam suatu *ore* menjadi bertambah atau semakin murni, Menurut Kawecki, dkk (1961) pada patent US3007770, penambahan NaOH dilakukan pada proses penghilangan Al(OH)<sub>2</sub>, FeO, dan MnO<sub>2</sub>. Sementara menurut Yan, dkk (2012) penambahan NaOH bertujuan untuk menghilangkan Mn(OH)<sub>2</sub>, Al(OH)<sub>3</sub>. Pada Meshram (2014) diketahui bahwa terdapat pembentukan senyawa Mg(OH)<sub>2</sub> pada penambahan NaOH

### 1. Reaksi pada saat penambahan NaOH



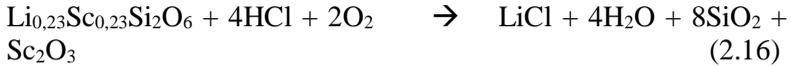
Menurut Jandova (2010), pada proses *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, akan terbentuk Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dari Chobey (2017) pada proses *leaching* HCl dan HNO<sub>3</sub> akan membentuk LiCl dan LiNO<sub>3</sub>. Li<sub>0,23</sub>Sc<sub>0,23</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> yang didapat pada persamaan reaksi 2.13 direaksikan dengan asam.

### 2.(a) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

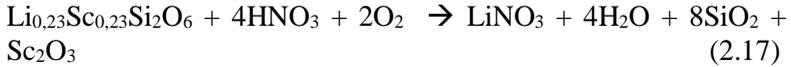




2.(b) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam HCl

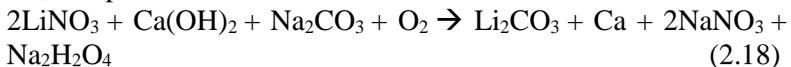


2.(c) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam HNO<sub>3</sub>



Berdasarkan Jandova (2010) pada penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> terjadi proses penghilangan pengotor seperti pada saat penambahan NaOH. Berdasarkan Vieceli (2018) terjadi penghilangan sisa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menjadi gypsum (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O) dan penghilangan pengotor Al. Sementara berdasarkan Choubey (2016) proses penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor berupa Al, Fe, dan Mg. Berdasarkan Botten, dkk (1965), tujuan adanya penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> adalah untuk menghilangkan pengotor Ca<sup>2+</sup> pada proses ekstraksi. Berdasarkan penelitian Dresler (1998) penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> selain untuk menghilangkan Ca<sup>2+</sup> juga dimaksudkan untuk membentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, apabila terjadi kekurangan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, maka tidak akan terbentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> melainkan Li<sub>2</sub>O sedangkan apabila Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> berlebih akan membentuk LiNaCO<sub>3</sub>. Berdasarkan Harrison (2012) penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dapat mengendapkan kalsium menjadi CaCO<sub>3</sub>

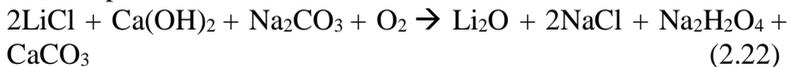
3.(a) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam HNO<sub>3</sub>.



3.(b) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



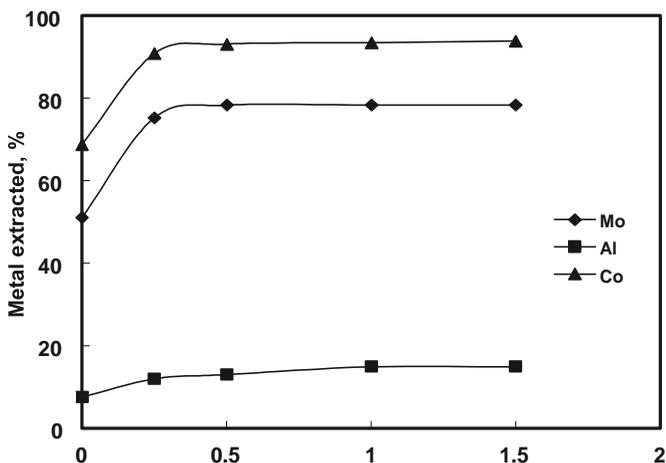
3.(c) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam HCl.





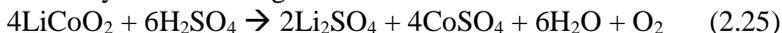
## 2.10. Penelitian Sebelumnya

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Barik dkk. (2012) Asam Sulfat digunakan salah satunya dalam proses ekstraksi molybdenum, aluminium dan cobalt dimana seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.11**, efisiensi ekstraksi molibdenum dan kobalt pada awalnya meningkat dari 75,3% menjadi 77,1% dan 90,7% menjadi 93,0%, dengan peningkatan konsentrasi asam sulfat dari 0,25 menjadi 0,5 M. Peningkatan konsentrasi asam lebih lanjut menjadi 1- 1,5 M memiliki efek yang tidak signifikan (1%). Semua tes berturut-turut dilakukan dengan menggunakan 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .



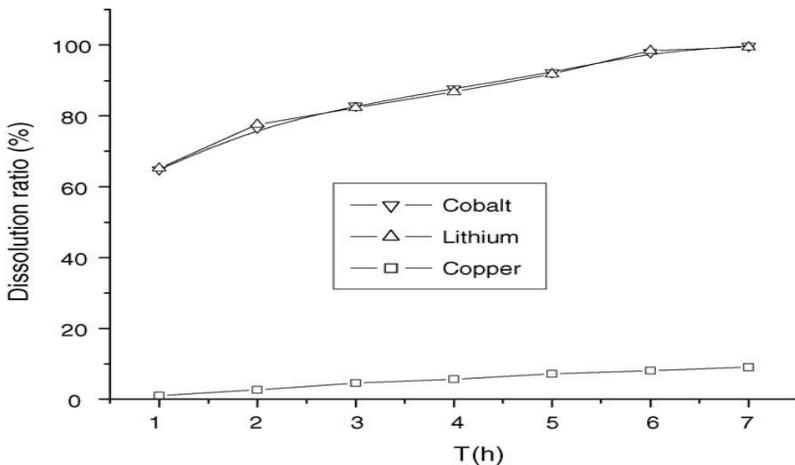
**Gambar 2.11** Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al

Pada penelitian yang lain dilakukan oleh Junmin dkk. (2005) menggunakan  $\text{LiCoO}_2$  dan dilarutkan dengan larutan asam sulfat. Reaksinya adalah sebagai berikut :



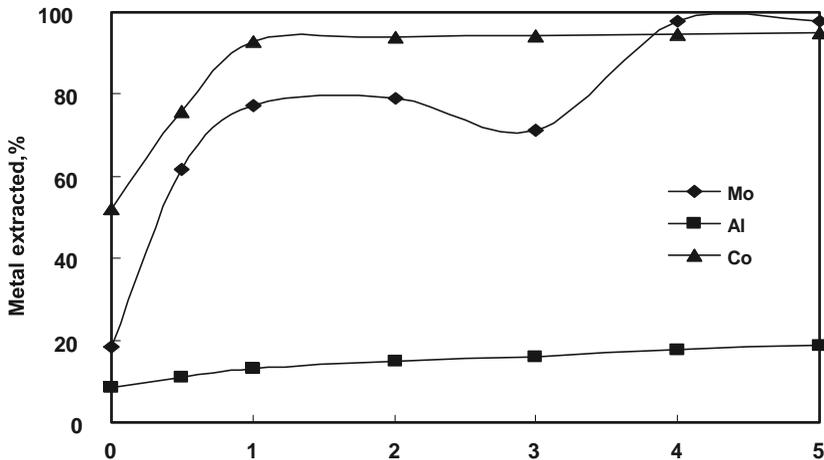


Untuk mendapatkan kondisi optimum  $\text{LiCoO}_2$  dilakukan peningkatan konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan temperatur 2M sampai 4M dan 50-90 °C, Hasilnya efisiensi proses *leaching* meningkat, menunjukkan pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan waktu reaksi pada persentase proses *leaching* kobalt pada masing masing 50 dan 90°C. Selain itu, kemampuan oksidasi asam sulfat meningkat, yang berarti lebih banyak foil tembaga yang larut. Kurva efisiensi proses *leaching* termasuk lithium, kobalt dan tembaga pada sisa baterai ditunjukkan pada **Gambar 2.12**



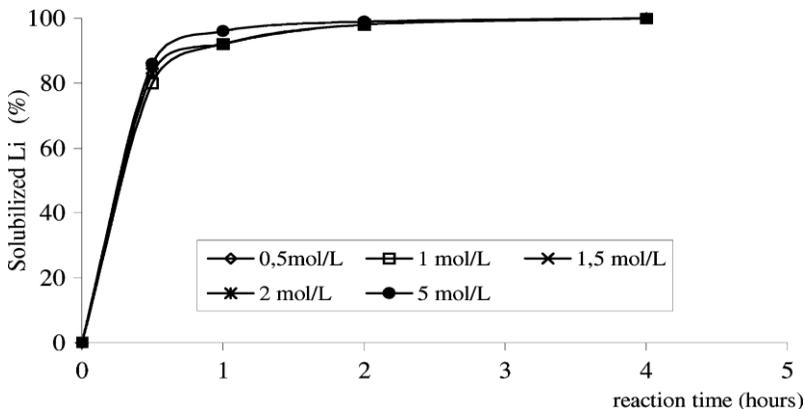
**Gambar 2.12** Rasio kobalt, litium dan tembaga sisa baterai dengan 3M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada suhu 70°C

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Barik dkk. (2012) Asam Nitrat digunakan salah satunya dalam proses ekstraksi molybdenum, aluminium dan kobalt. Percobaan dilakukan menggunakan 4.0 M  $\text{HNO}_3$ . Menurut **Gambar 2.13**, peningkatan meningkat dari 18,5% menjadi 77,1% pada berbagai konsentrasi asam dari 0 sampai 1,0 M dan tetap sama dengan 2,0 M  $\text{HNO}_3$ . Penurunan dramatis hasil molibdenum diamati pada konsentrasi asam yang lebih tinggi (> 2 M) dan selanjutnya meningkat menjadi 97,9% dengan 4,0 M  $\text{HNO}_3$ .



**Gambar 2.13** Pengaruh konsentrasi asam nitrat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al

Pada penelitian yang lain dilakukan oleh Castillo dkk. (2002) menggunakan  $\text{LiMnO}_2$  dan larutan asam nitrat dengan konsentrasi bervariasi dari 0,5 sampai 5 mol  $\text{l}^{-1}$ . Pada hasil analisis spektrofotometri menunjukkan bahwa ketika konsentrasi larutan asam nitrat berkisar antara 1 dan 2 mol  $\text{l}^{-1}$ , memperoleh 100% lithium **Gambar 2.14**.



**Gambar 2.14** Grafik kelarutan Lithium dengan asam nitrat pada berbagai konsentrasi.



Penelitian ekstraksi litium sebelumnya pernah dilakukan oleh Distin PA, Phillips CV (1982) menggunakan metode Ekstraksi menggunakan *Li-bearing* dari granit dan pegmatit dengan cara *leaching*. *Leaching* dilakukan dengan dua sampel granit yang mengandung 0.5% dan 0.07% Li dengan larutan konsentrasi  $\text{HNO}_3$  meningkatkan efisiensi pelarutan kobalt dari 52,1% menjadi 93,0%, sedangkan molibdenum pada awalnya 120 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada temperatur  $260^\circ\text{C}$  selama 3,5 jam menghasilkan 68.2% dan 55.6% Li. Namun, 71.3% Li *ter-recovered* pada pegmatit (0.65% Li) ketika *leaching*.

Kemudian oleh Kluksdahl HE (1986) menggunakan metode Lumpur direaksikan dengan NaOH pada temperatur  $85^\circ\text{C}$  selama 3 jam kemudian di tambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  agar pH-nya dapat bertahan menjadi 1 selama 3 jam. *Slurry* dipanaskan hingga mencapai  $100^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Setelah itu didinginkan dan direaksikan dengan  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menghasillkan Proses dilakukan hingga selesai, *Lithium* diperoleh melalui  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang menghasilkan 60% Li berupa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .

Kemudian oleh Amer AM (2008) menggunakan metode Lumpur di larutkan dengan 7M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang kemudian di panaskan pada temperatur  $250^\circ\text{C}$  dalam *autoclave* menghasilkan Proses *leaching* kemudian di uapkan yang menghasilkan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dengan kemurnian 90% Li pada temperature  $250^\circ\text{C}$ . Pada tahun 2014 Gede Panca Ady Sapputra dan Lukman Noerochim (2014) juga melakukan penelitian menggunakan 0,957 gr  $\text{MnO}_2$  dan 0,132 LiOH kemudian di aduk selama 30 menit. Temperatur kalsinasi adalah  $200^\circ\text{C}$  dengan variasi waktu, 24, 48 dan 72 jam. *Acid treatment* dengan 2 liter HCl 0,5M dan menghasilkan Efisiensi adsorpsi yang terbesar dimiliki oleh *Lithium* Mangan Oksida spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) dengan waktu hidrotermal 72 jam. Sedangkan efisiensi desorpsi yang terbesar dimiliki oleh *Lithium* Mangan Oksida spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) dengan waktu hidrotermal 24 jam. Kemudian Gita Akbar dan Lukman Noerochiem (2014) melakukan penelitian menggunakan proses *solid state* dengan sintesa  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . Sintesa divariasikan pada rasio mol Li/Mn, yaitu 0,5, 0,8, 1 dan 2.

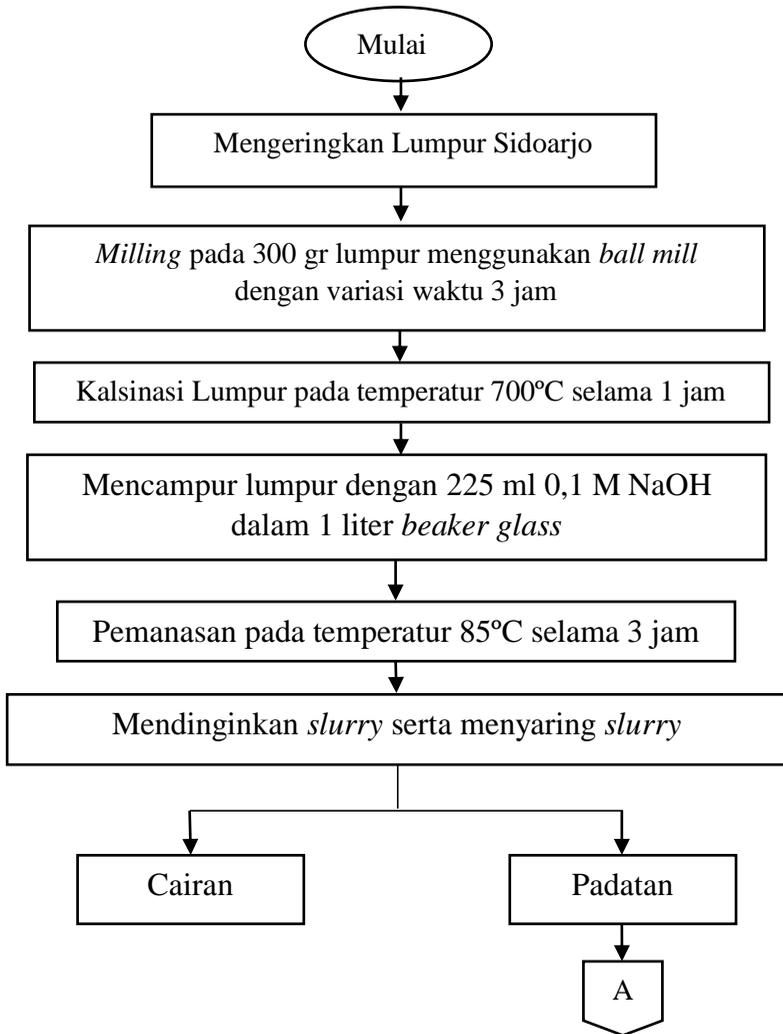


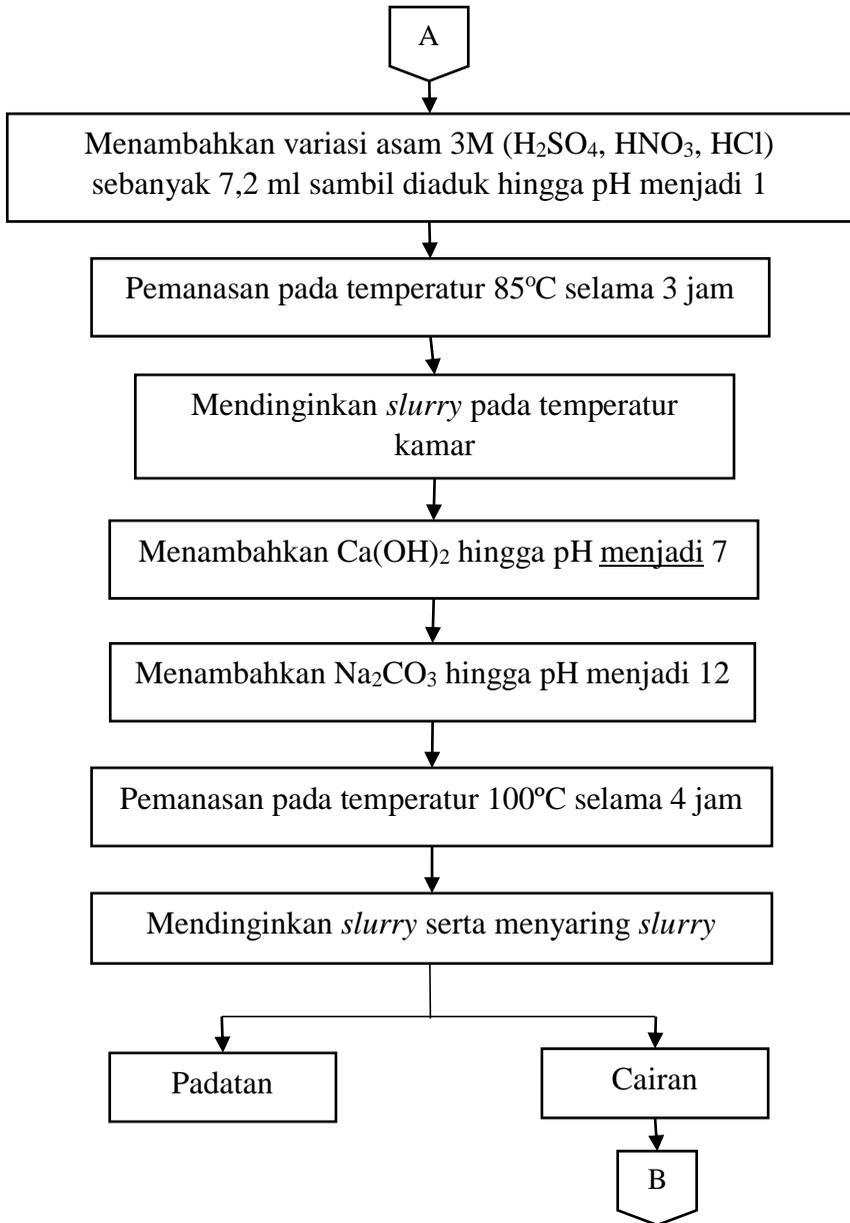
Kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Proses *acid treatment* selama 24 jam didalam 0,5M HCl dan menghasilkan adsorben LMO dengan struktur kristal spinel memiliki kemampuan menyerap *lithium* paling tinggi pada rasio mol Li/Mn 1 dengan *lithium* uptake sebesar 6,6 mg/g, pada LMO yang berstruktur monoklinik tidak dapat menyerap *Lithium*. Berikutnya Adha Bangkit Banyubiru Tangguh dan Lukman Noerochiem (2016) melakukan penelitian Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi Konsentrasi NaOH 0,1M, 0,3M dan 0,5M dan memperoleh hasil 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.

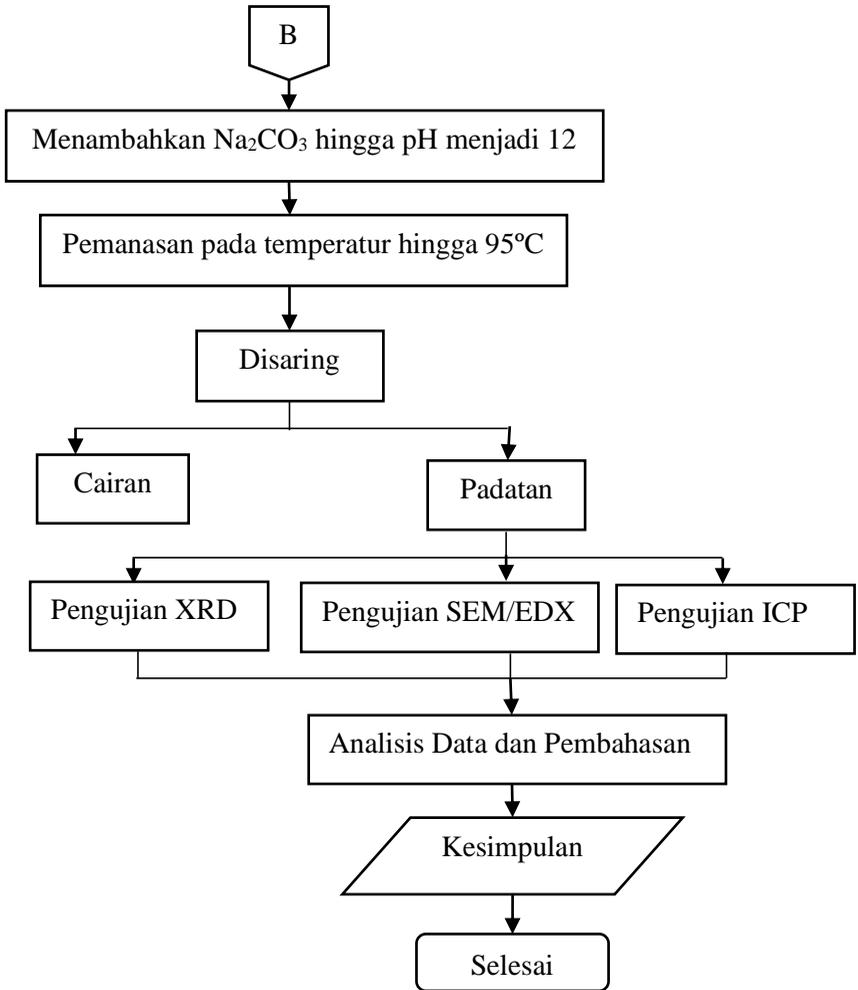
Selanjutnya oleh Hendri Purba dan Lukman Noerochiem (2016) melakukan penelitian Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dan memperoleh hasil Semakin lama waktu *leaching* yang dilakukan semakin tinggi prosentase *lithium* yang dapat diekstrak dari lumpur Sidoarjo. Berikutnya oleh Mudzakkir Dioktyanto dan Lukman Noerochiem (2017) juga melakukan penelitian menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi waktu *milling* 1 jam, 2 jam dan 3 jam dan memperoleh kesimpulan semakin lama waktu *milling* yang dilakukan maka semakin tinggi prosentase efisiensi *lithium* yang dapat diekstrak dari lumpur Sidoarjo.

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

**3.1. Diagram Alir Penelitian**







**Gambar 3.1.** Diagram Alir Penelitian

### 3.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- a. Lumpur Sidoarjo



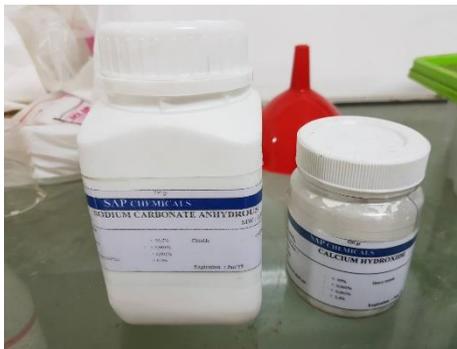
- b. Larutan NaOH 0.1 M
- c. Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3M
- d. Larutan HCl 3M
- e. Larutan HNO<sub>3</sub> 3M
- f. Ca(OH)<sub>2</sub>
- g. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- h. Aquades
- i. Alkohol



(a)



(b)



(c)



(d)

**Gambar 3.2** Bahan Penelitian (a) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, HCl (b) NaOH  
(c) Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (d) Alkohol



### 3.3. Peralatan Penelitian

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.



**Gambar 3.3** Alat *Ball Mill*

3. *Furnace*  
Untuk proses kalsinasi pada sampel



**Gambar 3.4** Alat *Furnace*



4. *Beaker Glass* 500 ml  
Digunakan untuk pembuatan larutan
5. *Beaker Glass* 1 Liter  
Digunakan untuk tempat proses hidrometalurgi
6. Pipet tetes  
Digunakan untuk memasukkan larutan asam sulfat setetes demi setetes kedalam campuran NaOH dan lumpur
7. *Hot plate*  
Digunakan untuk mengeringkan lumpur dan memanaskan *slurry*.



**Gambar 3.5** Alat *Hot Plate*

8. *Glove*  
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan bahan berbahaya.
9. Kertas Saring  
Untuk memisahkan padatan dengan larutan yang ada dalam *slurry*
10. *Shieving*  
Untuk didapatkan ukuran partikel yang homogen
11. ICP (*Inductively Coupled Plasma*)  
Digunakan untuk mengetahui kandungan unsur Lithium pada larutan sebelum dan sesudah proses recovery.
12. SEM (*Scanning Electron Microscope*)



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

13. XRD (*X-ray Diffraction*)

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

### 3.4. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian yang dilakukan akan dibagi dalam beberapa tahap sebagai berikut :

#### 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* selama 3 jam.
- 4 Melakukan *roasting* menggunakan *furnace* pada temperatur 700°C selama 1 jam
- 5 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.

#### 3.4.3 Oksidasi

1. Menetesi padatan secara perlahan dengan variasi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) asam nitrat ( $HNO_3$ ) dan asam klorida (HCl) (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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam.
3. Menyaring *slurry* untuk menghilangkan solid yang tidak bereaksi dengan magnesium dan kalsium karbonat.
4. Menambahkan larutan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hingga pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur  $95^\circ\text{C}$ .
5. Menyaring larutan yang memiliki temperatur  $95^\circ\text{C}$ . Memfiltrasi larutan untuk mendapatkan lithium karbonat.

### 3.5. Pengujian Penelitian

Pengujian yang dilakukan bertujuan untuk melakukan karakterisasi terhadap hasil ekstraksi yang diperoleh agar dapat dibandingkan antara variabel satu dengan variabel yang lain berikut beberapa pengujian yang dilakukan pada penelitian ini.

#### 3.5.1 XRD (X-ray Diffraction)

Pada penelitian ini untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel maka dilakukan pengujian XRD menggunakan instrument PAN *Analytical* dengan *range* sudut  $10^\circ$ - $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1.54056 \text{ \AA}$  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**

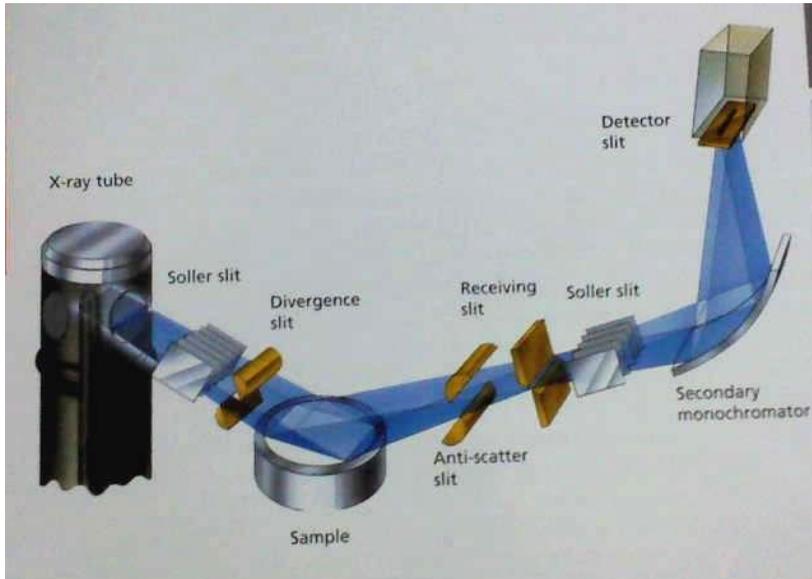
### 3.6 Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X

1. Sampel berbentuk serbuk diletakkan diatas tatakan (*plate*) yang dapat diatur.
2. Berkas sinar-x didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudan masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar  $2\theta$  maka alat berputar sebesar  $\theta$ .



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 Standart*).



**Gambar 3. 6** 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. Alat XRD yang digunakan ditunjukkan pada **Gambar 3.7**.



**Gambar 3.7** Alat XRD (X-Ray Diffraction)

### 3.5.2 SEM (Scanning Electron Microscop)

Pada penelitian ini menggunakan mesin SEM Inspect S50 menggunakan energy 20 kV dan diambil foto morfologi dengan 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. Alat SEM yang digunakan dapat dilihat pada **Gambar 3.8**.

SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar dari sampel dengan menggunakan elektron yang terfokuskan. 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. 8** Alat SEM (Scanning Electron Microscop)

### **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.

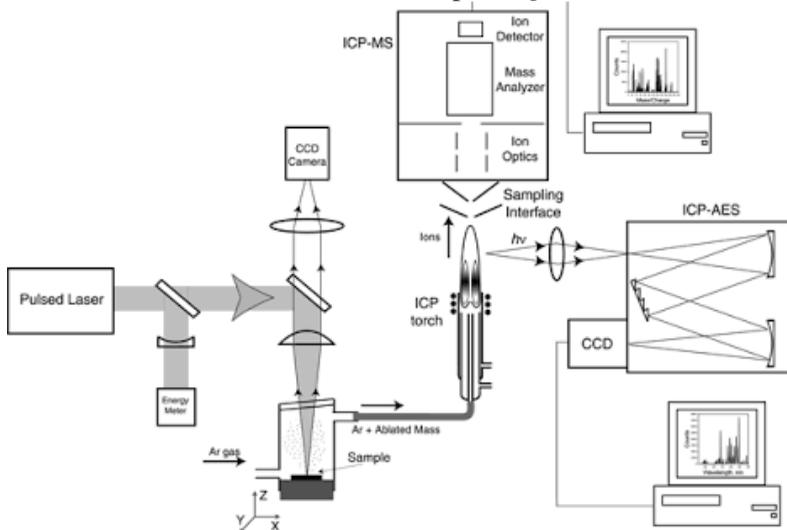
Pada penelitian ini EDX digunakan untuk menguji sampel untuk mengetahui unsur apa saja yang terdapat pada sampel tersebut, pengujian ini sangat berguna karena dengan uji EDX kita dapat mengetahui apakah ada unsur-unsur yang merupakan kontaminan, atau adakah unsur-unsur yang merupakan reaktan yang tidak 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 3.9**.

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 3.9** ICP (Inductively Coupled Plasma)

Dari hasil uji ICP akan didapatkan kandungan lithium dalam satuan ppm (mg/L), hasil uji dari ICP merupakan cuplikan dari hasil ekstraksi yang didapat, sehingga untuk mengetahui hasil



kandungan lithium pada hasil ekstraksi seluruhnya dilakukan dengan perhitungan rumus sebagai berikut

$$Total\ Li = \frac{Hasil\ Uji\ ICP}{Hasil\ yang\ dilarutkan} \times Hasil\ seluruhnya \quad (3.1)$$

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.

$$Efisiensi = \frac{Total\ Li\ yang\ diperoleh}{Li\ dalam\ lumpur} \times 100\% \quad (3.2)$$



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB IV

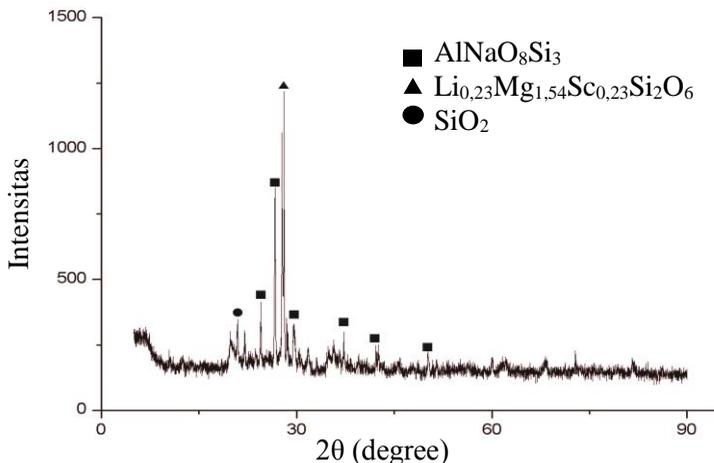
### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. Pengujian XRD

Pengujian XRD terhadap Lumpur Sidoarjo dilakukan untuk mengetahui fasa yang ada pada sampel dan hasil ekstraksi pada tiap variabel larutan asam.

##### 4.1.1. Pengujian XRD Sebelum Ekstraksi

**Gambar 4.1** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo sebelum diekstraksi. Pada gambar 4.1. ditemukan senyawa  $\text{AlNaO}_8\text{Si}_3$  (*albite*) yang sesuai dengan COD (*Crystallography Open Database*) entry no. 96-900-0526 pada peak  $22,06^\circ$ ;  $27,79^\circ$ ;  $28,51^\circ$ ;  $37,31^\circ$ ;  $42,18^\circ$ ,  $50,22^\circ$   $\text{Li}_{0,23}\text{Mg}_{1,54}\text{Sc}_{0,23}\text{Si}_2\text{O}_6$  (*protoproxene*) sesuai dengan entry no 96-900-2031 pada peak  $28,1^\circ$ ,  $\text{SiO}_2$  (*quartz*) yang sesuai dengan entry no 96-101-1160 pada peak  $20,89^\circ$ . Senyawa – senyawa ini mirip dengan bahan dasar pada penelitian Yan, 2012 yaitu mengandung unsur pengotor berupa *albite* dan *quartz*, namun kandungan litiumnya berupa lepidolite ( $\text{K}(\text{Li}, \text{Al})_3(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{F}, \text{OH})_2$ ). (Yan, dkk, 2012)



**Gambar 4.1** Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo sebelum diekstraksi

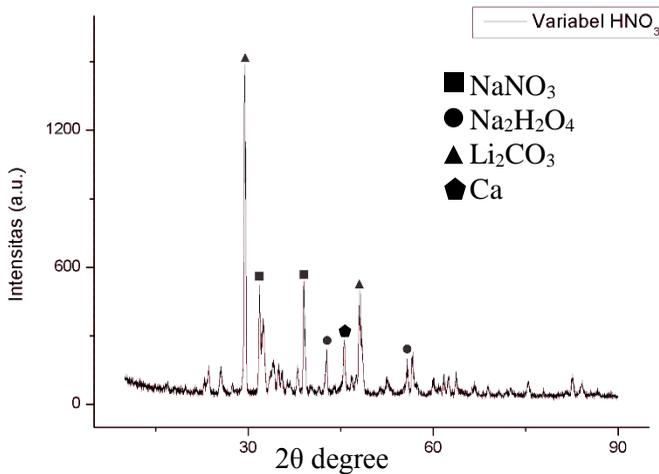


#### 4.1.2. Pengujian XRD Setelah Ekstraksi

**Gambar 4.2** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo setelah diekstraksi dengan menggunakan variasi larutan asam  $\text{HNO}_3$

Pada gambar 4.2 ditemukan  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dan Ca. Pada proses ekstraksi,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang ditemukan pada pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-900-9642. Hal ini dapat dibuktikan pada peak  $29,47^\circ$ ;  $48,08^\circ$ . Senyawa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *monoclinic*.

Pengotor yang terbentuk pada proses Ekstraksi dengan variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  ini yaitu  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  (*Thermonatrite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-101-1296 peak  $2\theta$   $42,77^\circ$ ;  $55,94^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.



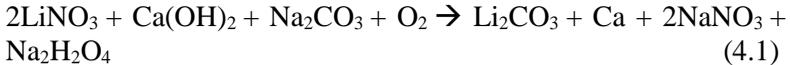
**Gambar 4.2** Hasil ekstraksi dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$

Pengotor lain yang terbentuk pada proses ekstraksi variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  ini berupa  $\text{NaNO}_3$  (*Nitratine*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-900-7562 peak  $2\theta$   $31,85^\circ$ ;  $39,02^\circ$ .



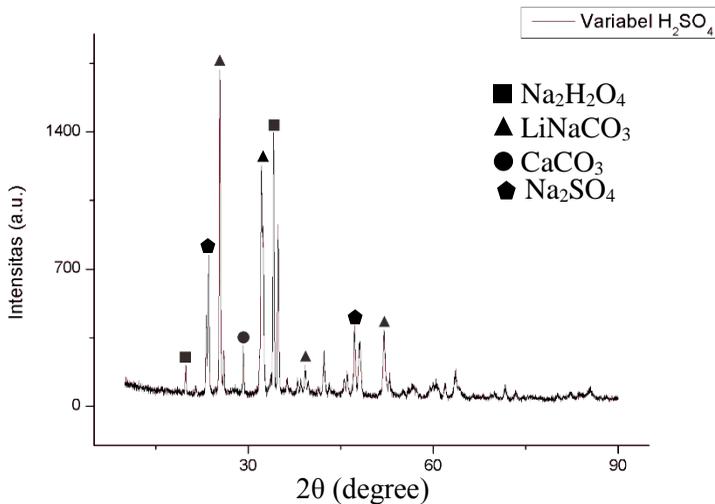
$\text{NaNO}_3$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal trigonal, kemudian Ca yang dapat ditunjukkan pada *entry no.* 96-900-8490 peak  $2\theta$   $45,56^\circ$ . Ca terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *hexagonal*.

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut :



Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.18, pada hasil ekstraksi ini  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berhasil terbentuk, masih terdapat pengotor berupa  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan Ca meskipun tidak memiliki intensitas peak yang tinggi.

**Gambar 4.3** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo setelah diekstraksi dengan menggunakan variasi larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$



**Gambar 4.3** Hasil ekstraksi dengan larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Pada gambar 4.3 ditemukan empat senyawa utama yaitu,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ,  $\text{LiNaCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Pada proses ekstraksi,



$\text{LiNaCO}_3$  yang ditemukan pada pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-810-3519. Hal ini dapat dibuktikan pada peak  $25,43^\circ$ ;  $32,0^\circ$ ,  $39,2^\circ$ ;  $51,98^\circ$ . Senyawa  $\text{LiNaCO}_3$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *hexagonal*.

Pengotor yang terbentuk pada proses ekstraksi variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ini yang pertama berupa  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  (*Thermonatrite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-101-1296 peak  $2\theta$   $18,69^\circ$ ;  $34,16^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.

Pengotor lainnya yang terbentuk pada proses Ekstraksi dengan variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ini yaitu  $\text{CaCO}_3$  (*Calcite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-901-4745 peak  $2\theta$   $29,24^\circ$ .  $\text{CaCO}_3$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *trigonal*, kemudian  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (*Thernardite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-900-4093 peak  $2\theta$   $23,25^\circ$ ;  $47,26^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut:



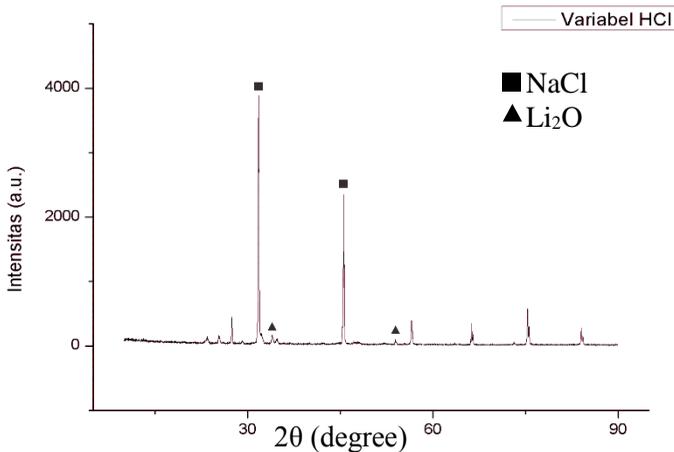
Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.19, 2.20 dan 2.21, terbentuknya  $\text{LiNaCO}_3$  diakibatkan penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang berlebih (Dresler, 1998) sehingga terdapat natrium yang bereaksi dengan lithium, pengotor pada hasil ekstraksi ini juga diakibatkan natrium karbonat berlebih yang bereaksi dengan kalsium sulfat sehingga membentuk kalsium karbonat dan natrium sulfat. Harrison (2012)

Pada **Gambar 4.4** ditemukan dua senyawa yaitu,  $\text{NaCl}$  dan  $\text{Li}_2\text{O}$ . Pada proses ekstraksi,  $\text{Li}_2\text{O}$  yang ditemukan pada pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-151-4097. Hal ini dapat dibuktikan pada



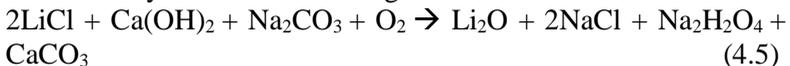
peak 32,24°; 53,85°. Senyawa  $\text{Li}_2\text{O}$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *cubic*.

Pengotor yang terbentuk berupa  $\text{NaCl}$  (*Halite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no 96-900-3310 peak  $2\theta$  31,69°; 45,43°; 75,33°.  $\text{NaCl}$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *cubic*.



**Gambar 4.4** Hasil ekstraksi dengan larutan asam HCl

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut:

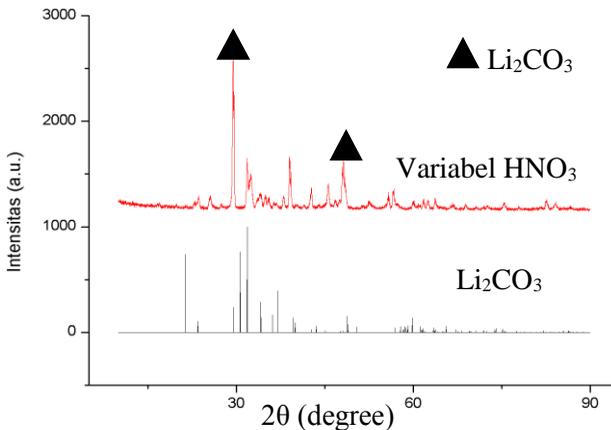


Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.22,  $\text{Li}_2\text{O}$  terbentuk pada presentase yang kecil dikarenakan kurangnya penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Dresler (1998). Sedangkan  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan  $\text{CaCO}_3$  tidak muncul pada hasil uji. Hal ini diindikasikan karena zat-zat tersebut tidak mengendap dikarenakan kadar reaktan yang kurang.

Pada **Gambar 4.5** menunjukkan hasil XRD dengan sampel larutan asam  $\text{HNO}_3$  yang menghasilkan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  Dalam gambar tersebut dikelompokan peak peak yang sefasa, artinya peak peak



yang memiliki karakteristik yang mirip antara satu dengan yang lain. Peak tersebut sesuai dengan data COD *entry no* 96-900-9642. Sedangkan pada variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada penelitian sebelumnya berhasil membentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  namun pada penelitian ini tidak terbentuk, hal ini diindikasikan karena penambahan jumlah reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang berlebih sehingga terbentuk  $\text{LiNaCO}_3$ . Kemudian pada variabel larutan  $\text{HCl}$  tidak terbentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  hal ini diindikasikan karena penambahan jumlah reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang kurang sehingga terbentuk  $\text{Li}_2\text{O}$ .



**Gambar 4.5** Hasil pengujian XRD dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$  dengan XRD  $\text{Li}_2\text{CO}_3$

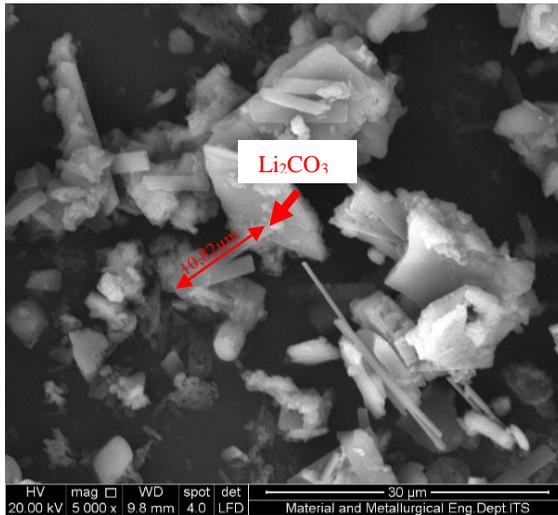
Dari hasil XRD yang dilakukan, penggunaan larutan asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  didapatkan peak yang tinggi pada senyawa Li, namun pada larutan  $\text{HCl}$  peak senyawa Li ditemukan pada intensitas yang rendah.

#### 4.2. Pengujian SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan morfologi kristal yang terdapat pada serbuk hasil ekstraksi pada tiap variabel larutan asam.



Pada **Gambar 4.6** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$ . Pada gambar tersebut terlihat adanya batang persegi panjang, ada juga yang berbentuk seperti prisma segi enam, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD diketahui partikel  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berbentuk balok dengan 3 sumbu yang panjangnya berbeda, sementara partikel  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  berbentuk serpihan balok yang presisi, partikel  $\text{Ca}$  berbentuk prisma dengan dua sisi segi enam, kemudian partikel  $\text{NaNO}_3$  berbentuk prisma lancip dengan sisi segitiga. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.6. dapat diambil hasil berupa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang memiliki bentuk partikel balok persegi panjang dengan ukuran partikel  $\pm 10,82 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.6

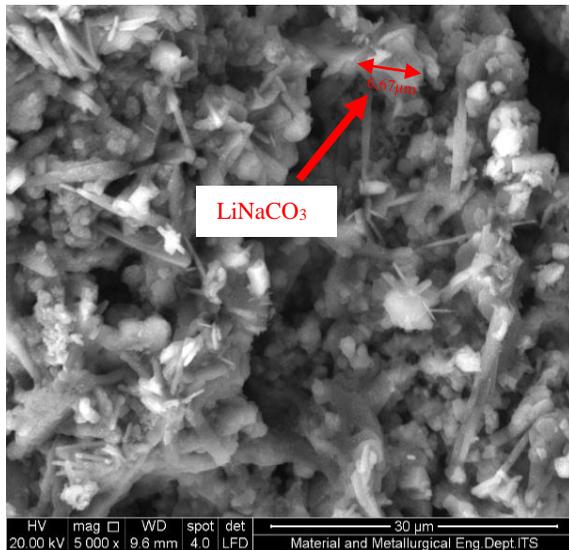


**Gambar 4.6** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$ .

Pada **Gambar 4.7** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , nampak adanya batang batang memanjang dengan



bentuk segi enam pada dua sisinya, ada pula yang berbentuk kubus, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD diketahui partikel  $\text{LiNaCO}_3$  berbentuk prisma dengan dua sisi segi enam, sementara partikel  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  berbentuk serpihan balok yang presisi, partikel  $\text{CaCO}_3$  berbentuk prisma lancip dengan sisi segitiga. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.7. dapat diambil hasil berupa partikel  $\text{LiNaCO}_3$  yang memiliki bentuk batang memanjang dengan bentuk segi enam pada dua sisinya dengan ukuran partikel  $\pm 6,67 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.7

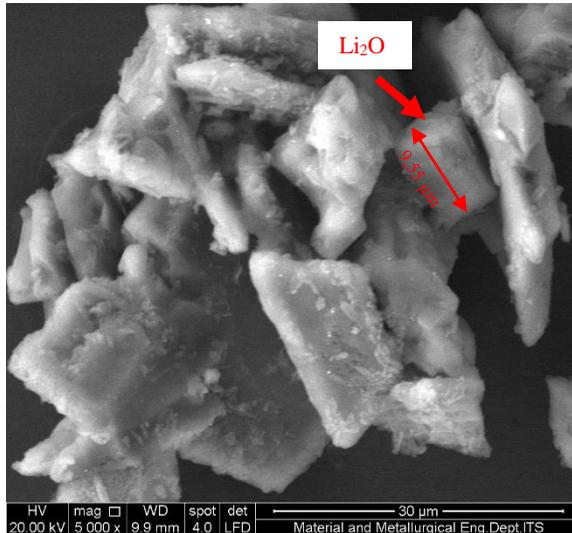


**Gambar 4.7** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Pada **Gambar 4.8** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{HCl}$ , 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 partikel  $\text{Li}_2\text{O}$  dan  $\text{NaCl}$  yang berbentuk prisma segi empat dengan sisi persegi. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.8. tersebut dapat diambil hasil berupa partikel  $\text{Li}_2\text{O}$  yang memiliki bentuk prisma segi empat dengan sisi persegi dengan ukuran partikel  $\pm 9,55 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.8



**Gambar 4.8** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam HCl

### 4.3. Pengujian ICP

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.

#### 4.3.1. Pengujian ICP Sebelum Ekstraksi

Pengujian ICP sebelum proses ekstraksi dilakukan untuk mengetahui efesiensi daripada proses ekstraksi. Penelitian ini



menggunakan sampel LPD 2T yang mana posisi titik pengambilan berada jalur aliran lumpur yang dekat dengan pusat semburan, pada hasil pengujian diperoleh kandungan Li 0,208 ppm (mg/L)

#### 4.3.2. Pengujian ICP Setelah Ekstraksi

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 didapat dari variasi larutan asam  $\text{HNO}_3$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{HCl}$  yang telah di Uji ICP. Preparasi pengujian ICP dilakukan melalui pengambilan hasil ekstraksi yang dilarutkan dalam 20 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 4.1**

**Tabel 4.1** Uji ICP dari hasil ekstraksi

Larutan Asam	Kandungan Li dalam ppm (mg/L)
$\text{H}_2\text{SO}_4$	0,013
$\text{HNO}_3$	0,022
$\text{HCl}$	0,093

Hasil uji dari ICP merupakan cuplikan dari hasil ekstraksi yang didapat, sehingga untuk mengetahui hasil kandungan lithium pada hasil ekstraksi seluruhnya dilakukan dengan perhitungan pada persamaan 3.1, sehingga dapat dihitung total lithium pada hasil ekstraksi. Hal ini ditunjukkan pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2** Total Li pada hasil ekstraksi

Larutan Asam	Hasil Uji ICP ppm (mg/L)	Berat awal sampel yang dilarutkan (gr)	Berat hasil akhir ekstraksi (gr)	Total Li (ppm)
$\text{H}_2\text{SO}_4$	0,013	0,15	1,66	0,1438
$\text{HNO}_3$	0,022	0,15	0,91	0,1334
$\text{HCl}$	0,093	0,15	0,18	0,1116

Total kandungan Li pada hasil ekstraksi keseluruhan yang didapat pada variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  adalah 0,1334 ppm, kemudian pada variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah 0,1438 ppm, selanjutnya pada variabel larutan asam  $\text{HCl}$  adalah 0,116 ppm.



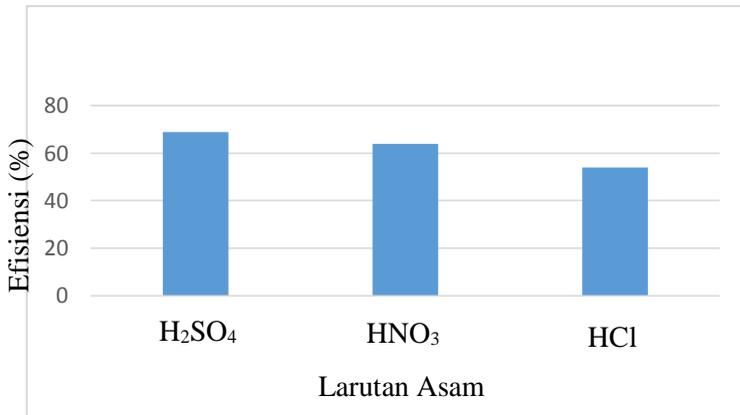
### 4.3.3. Efisiensi Proses Ekstraksi

Karena pada pengujian ICP hasil ekstraksi tidak terdeteksi kandungan litium yang belum bereaksi, maka perhitungan efisiensi dilakukan berdasarkan neraca massa dan menggunakan persamaan 3.2. Hasil dari total Li pada hasil ekstraksi keseluruhan yang terdapat pada Tabel 4.2 dan kandungan Li lumpur pada pembahasan 4.4.1 digunakan kembali untuk menghitung efisiensi dari proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo. Hasil perhitungan efisiensi ditunjukkan pada **Tabel 4.3**.

**Tabel 4.3** Efisiensi pada setiap larutan asam

Larutan Asam	Total Li yang diperoleh (ppm)	Li dalam Lumpur (ppm)	Efisiensi (%)
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,1438	0,208	69
HNO <sub>3</sub>	0,1334	0,208	64
HCl	0,1116	0,208	54

Jadi, didapatkan efisiensi pada variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> adalah 64%, kemudian pada variabel larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adalah 69%, selanjutnya pada variabel larutan asam HCl adalah 54%.



**Gambar 4.9** Pengaruh variabel larutan asam pada efisiensi

Dari hasil uji ICP diperoleh bahwa variabel larutan asam HCl memiliki nilai lebih tinggi dibanding variabel yang lain yaitu 0,093 ppm hal ini mengindikasikan bahwa reaksi dengan asam HCl lebih efektif dibandingkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,022 ppm dan



$\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm hal ini disebabkan karena perbedaan nilai derajat disosiasi asam atau derajat kelarutan asam ( $\text{p}K_a$ ) pada setiap larutan asam, dimana  $\text{p}K_a$  HCl yaitu -6,3 kemudian  $\text{p}K_a$   $\text{HNO}_3$  yaitu -2 dan  $\text{p}K_a$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 1,98.  $\text{p}K_a$  berbanding lurus dengan nilai PH yang artinya semakin kecil nilainya maka semakin efektif reaksi, selain itu juga hal ini disebabkan oleh perbedaan potensial reduksi ( $E^\circ$ ) tiap anion dari variabel asam dimana  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{Cl}^-$  yaitu +1,36 kemudian  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{NO}_3^-$  yaitu +0,96 dan  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{SO}_4^{2-}$  yaitu +0,2. Semakin besar nilai potensial reduksi maka anion akan semakin kuat mengikat kation-kation lithium.

Namun, pada variabel larutan asam HCl diperoleh kuantitas hasil ekstraksi yang lebih sedikit yaitu 0,18 gr, sedangkan kuantitas hasil ekstraksi terbanyak diperoleh pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 1,66 gr. Ketika dilakukan perhitungan nilai efisiensi, diperoleh paling besar nilainya adalah pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, efisiensi yang didapat melebihi angka 66,2 % yang terdapat pada penelitian sebelumnya (Kluksdahl 1986). Perbedaan nilai efisiensi pada tiap variabel larutan asam disebabkan karena perbedaan nilai energi bebas Gibbs pada setiap senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel larutan asam pada proses leaching yaitu  $\text{LiNO}_3$ ,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{LiCl}$ . Dimana masing-masing nilainya adalah -389,5 kJ/mol, -1324 kJ/mol dan -384,5 kJ/mol. Sehingga kuantitas hasil ekstraksi yang diperoleh berbeda. Semakin negatif maka reaksi bekerja semakin spontan sehingga menghasilkan kuantitas hasil yang lebih banyak.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Setelah melakukan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Ditemukan peak  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dengan bentuk struktur kristal monoclinic dan ukuran partikel  $\pm 10,82 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{HNO}_3$ , peak  $\text{LiNaCO}_3$  dengan bentuk struktur kristal hexagonal dan ukuran partikel  $\pm 6,67 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan peak  $\text{Li}_2\text{O}$  dengan bentuk struktur kristal cubic dan ukuran partikel  $\pm 9,55 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{HCl}$ . Hal ini disebabkan karena kadar penambahan reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
2. Nilai efektifitas reaksi tertinggi pada variabel  $\text{HCl}$  yaitu 0,093 ppm, kedua  $\text{HNO}_3$  0,022 ppm dan ketiga  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm, sedangkan nilai efisiensi ekstraksi tertinggi terdapat pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, kedua  $\text{HNO}_3$  yaitu 64% dan ketiga  $\text{HCl}$  yaitu 54%. Hal ini disebabkan karena nilai keasaman larutan, potensial reduksi dan energi bebas gibs senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel.

#### **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 ada perhitungan matematis saat penambahan reaktan sehingga diperoleh kadar yang tepat.
3. Perlu adanya variabel lain yang dijaga stabilitasnya, seperti tempat penyimpanan, kondisi ball mill, kondisi beaker glass, temperatur hot plate



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Amer AM. 2008. *The hydrometallurgical extraction of lithium from Egyptian montmorillonite type clay*. JOM.
- Barik, K.H Park, P.K. Parhi. 2012. *Extraction of Metal Values from Waste Spent Petroleum Catalyst using Acidic Solution. Republic of Korea. University of Science and Technology*.
- Buyukburç A, Koksak G. 2005. *An attempt to minimize the cost of extracting lithium from boron clays through robust process design. Clays Clay Min.*
- Chobey Pankaj, 2017. *Advance review on the exploitation of the prominent energy-storage element Lithium. Part II: From sea water and spent lithium ion batteries (LIBs). South Korea. Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources*.
- 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*
- D'yakov, VA.1996. *Lithium Sodium Carbonate : A New Nonlinear-Optics Crystal. Rusia. International Laser Center, Lomonosov Moscow State University*
- D.W. Jeppson, 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*.
- Distin PA, Phillips CV. 1982. *The acid extraction of lithium from the granites of South West England. Hydrometallurgy*.
- E. Siame, 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*.
- 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*

- Harisson, 2017. *Recovery and Recycling of Lithium*. Republic of Korea. *Advance Materials and Processing Center*.
- Hwang, N., Barron, A.R., 2011. *BET surface area analysis of nanoparticles*. *Connex. Proj.* 1–11.
- Ishimori T, Ueno K. 1981. *Method for recovering lithium from sea water*. Japan Atomic Energy Research Institute, assignee. *US patent 4243641*.
- Jandova et al, 2010. *Processing of zinnwaldite waste to obtain  $\text{Li}_2\text{CO}_3$* . Czech Republic. *Institute of Chemical Technology, Prague*.
- Jaskula Brian W., 2013. “Lithium”. *U.S. Geological Survey Mineral Commodity Summaries, January 2013*, 94-95
- Junmin N, Dongmei Han, Xiaoxi Zuo. 2002. *Recovery of Metal Values from Spent Lithium-ion Batteries with Chemical Deposition and Extraction*. China. *Departement of Chemistry*.
- Kim, Joon Soo et al, 2014. *Method For Preparing High-Purity Lithium Carbonate From Brine*. South Korea. *Korea Institute of Geosciences and Mineral Resources*.
- Kluksdahl HE. 1986. *Extraction of lithium from lithiumcontaining materials*. *Chevron Research Company, assignee*. *US patent 4588566; May 13, 1986*.
- Labb e JF, Daw G. Panorama. 2013. *du march e du lithium e rapport final BRGM/RP-60460-FR e 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 l-MnO<sub>2</sub>eAg battery*. *Phys Chem Chem Phys*.
- Liu X, Chen X, Zhao Z, and Liang X. 2014. *Effect of Nap 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*.

- Murray, HH., 2007. *Applied clay mineralogy*. Elsevier. Department of Geological Sciences Indiana. University Bloomington, Indiana, U.S.A.
- Noerochim, Lukman dan Gede Panca Ady S.. 2014. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Proses Sintesis Lithium Mangan Oksida Spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) Nanopartikel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo. *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*.
- Starkey HC. 1982. *The role of clays in fixing lithium*. *Geological Survey Bulletin 1278-F*. Washington: US Government Printing Office.
- Strelow FWE, Weinert CHSW, and Van Der Walt TN.1974. *Separation of lithium from sodium, beryllium and other elements by cation-exchange chromatography in nitric acid-methanol*. *Anal Chim Acta*.
- Sulistiyono Eko. 2009. *Study of Lithium Extraction from Brine Water, Bledug Kuwu, Indonesia by The Precipitation Series of Oxalic Acid and Carbonate Sodium*. Banten. UI Research Center
- Takinawa, Wataru., 2011. *The Mechanism of Overpressure Generation in The LUSI Mud Volcano*. *E-Proceeding Symposium On Future Lusi*. Sidoarjo, 25-26 Mei 2011.BPLS.
- Um, Namil (July 2017). *Hydrometallurgical recovery process of rare earth elements from waste: main application of acid leaching with devised diagram*. INTECH.
- 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*.





141	48.93	1.8796	28.76	0.2109
146	48.93	1.8752	22.20	0.2109
148	48.76	1.8948	28.37	0.2109
147	48.29	1.9309	25.43	0.2109
148	48.86	1.8959	30.36	0.2109
149	48.75	1.9405	27.98	0.2109
152	48.91	1.8923	32.21	0.2109
151	47.99	1.9244	28.34	0.2109
152	47.33	1.9294	38.21	0.2109
153	47.44	1.9449	33.74	0.2109
154	47.55	1.9598	30.52	0.2109
156	47.89	1.9366	28.99	0.2109
155	47.84	1.9589	40.79	0.2109
157	47.94	1.9387	24.59	0.2109
158	48.93	1.8919	29.63	0.2109
159	48.27	1.9343	25.74	0.2109
160	48.42	1.9192	30.17	0.2109
161	48.37	1.9129	30.96	0.2109
162	48.74	1.9387	42.89	0.2109
163	48.93	1.8945	23.75	0.2109
164	48.94	1.8961	19.87	0.2109
166	48.82	1.9287	22.98	0.2109
166	48.87	1.9323	19.26	0.2109
167	50.15	1.8766	18.98	0.2109
168	50.03	1.8949	18.71	0.2109
169	49.29	1.9799	21.30	0.2109
170	49.82	1.9729	27.20	0.2109
171	49.84	1.9629	27.06	0.2109
172	50.89	1.7949	24.43	0.2109
173	50.30	1.9403	41.12	0.2109
174	50.32	1.9191	28.44	0.2109
175	50.89	1.7295	21.34	0.2109
176	50.37	1.9262	19.80	0.2109
177	50.32	1.9199	22.94	0.2109
178	50.48	1.9199	22.98	0.2109
179	50.24	1.9395	27.35	0.2109
180	50.17	1.9379	28.47	0.2109
181	50.70	1.9489	19.98	0.2109
182	50.81	1.9458	35.20	0.2109
183	50.84	1.9324	47.88	0.2109
184	50.37	1.9389	18.72	0.2109
186	50.34	1.9398	21.06	0.2109
188	50.45	1.9324	28.48	0.2109
187	50.86	1.9203	10.20	0.2109
188	50.89	1.9203	30.48	0.2109
189	50.85	1.9159	49.35	0.2109
190	51.22	1.9087	36.88	0.2109
191	51.30	1.8947	23.33	0.2109
192	49.82	1.9478	28.29	0.2109
193	50.82	1.9424	47.88	0.2109
194	50.76	1.9371	44.88	0.2109
195	50.85	1.9205	17.57	0.2109
196	50.86	1.9182	18.85	0.2109
197	50.86	1.9188	28.78	0.2109
198	51.21	1.9133	28.15	0.2109
199	51.06	1.9133	40.35	0.2109
200	51.91	1.8989	58.30	0.2109
201	52.38	1.8978	18.39	0.2109
202	52.59	1.9033	47.04	0.2109
203	52.66	1.9028	28.78	0.2109
204	53.85	1.8939	24.87	0.2109
205	53.83	1.9171	21.63	0.2109
206	53.83	1.9082	38.34	0.2109
207	53.87	1.9087	17.26	0.2109
208	54.75	1.8710	43.21	0.2109
209	54.84	1.8698	21.49	0.2109
210	54.86	1.9027	38.23	0.2109
211	55.85	1.8623	21.43	0.2109
212	71.86	1.9192	21.42	0.2109
213	72.03	1.9322	32.46	0.2109
214	72.84	1.9080	18.79	0.2109
215	73.10	1.9209	18.84	0.2109
216	73.37	1.9209	47.10	0.2109
217	73.41	1.9209	18.84	0.2109
218	77.82	1.9289	18.32	0.2109
219	77.82	1.9289	18.32	0.2109
220	91.40	1.9192	18.98	0.2109
221	91.84	1.9194	17.28	0.2109
222	91.89	1.9198	17.47	0.2109
223	92.41	1.9093	38.98	0.2109
224	92.43	1.9199	38.98	0.2109
225	92.83	1.9093	38.97	0.2109
226	92.76	1.9360	18.91	0.2109
227	92.80	1.9360	18.90	0.2109
228	93.72	1.9341	18.91	0.2109
229	93.86	1.9197	38.98	0.2109
230	94.30	1.9355	43.23	0.2109
231	94.21	1.9188	47.47	0.2109
232	94.75	1.9429	18.98	0.2109
233	94.86	1.9389	18.90	0.2109
234	96.40	1.9342	28.09	0.2109
235	95.75	1.9329	17.57	0.2109
236	96.30	1.9285	17.06	0.2109
237	98.23	1.9271	28.11	0.2109
238	98.32	1.9283	28.26	0.2109
239	98.89	1.9229	38.26	0.2109
240	98.77	1.9210	17.07	0.2109
241	97.93	1.9189	28.39	0.2109
242	97.59	1.9175	21.49	0.2109
243	97.96	1.9166	18.44	0.2109
244	97.34	1.9155	23.10	0.2109
245	97.87	1.9152	28.80	0.2109
246	97.37	1.9152	18.52	0.2109
247	98.37	1.9152	18.57	0.2109

### Retrieved Refinement using FullProf

Calculations were not done for 800 out of coverage.

### Integrated Profile Areas

Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall collection profile	335815	100.00%
Background estimate	16157.2	4.81%
Diffraction peaks	188863	56.22%
Peak area belonging to selected phases	113264.4	33.71%
Peak area of phase A (B2H6)	47076	13.99%
Peak area of phase B (C2H6)	29714	8.85%
Peak area of phase C (C2H6 carbonates hydrate (7mers water))	34849	10.44%
Peak area of phase D (C2H6)	7260	2.16%
Unresolved peak area	97307	28.98%

### Peak Residuals

Peak ID	Counts	Amount
Overall peak intensity	8997	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	952	10.59%
Unresolved peak intensity	8945	99.41%

### Diffraction Pattern Graphics





12	18.89	4.733	19.06	0.2095	A
13	18.89	4.578	19.06	0.2095	B
14	18.89	4.5733	19.06	0.2095	
15	18.87	4.528	19.06	0.2095	
16	18.76	4.4963	19.06	0.2095	
17	18.86	4.4962	19.06	0.2095	
18	18.91	4.4962	19.06	0.2095	
19	18.91	4.4962	19.06	0.2095	
20	20.35	4.3222	19.06	0.2095	
21	20.35	4.288	19.06	0.2095	
22	20.95	4.2699	19.06	0.2095	
23	20.95	4.2519	19.06	0.2095	
24	21.39	4.1916	19.06	0.2095	
25	21.48	4.1919	19.06	0.2095	A
26	21.63	4.1908	19.06	0.2095	C
27	21.64	4.1907	19.06	0.2095	
28	22.81	3.9793	19.07	0.2095	D
29	22.85	3.9222	20.97	0.2095	B
30	23.41	3.7870	19.05	0.2095	A
31	23.45	3.7784	19.05	0.2095	
32	23.62	3.7563	19.06	0.2095	
33	23.68	3.7561	19.06	0.2095	
34	23.81	3.7563	19.07	0.2095	
35	24.88	3.7199	19.04	0.2095	
36	24.31	3.6961	19.06	0.2095	
37	24.48	3.6963	19.06	0.2095	
38	24.88	3.6962	19.06	0.2095	
39	24.85	3.6797	19.07	0.2095	
40	25.98	3.6699	19.18	0.2095	
41	25.76	3.6584	19.09	0.2095	
42	26.03	3.6499	19.09	0.2095	C
43	26.05	3.6194	19.05	0.2095	
44	26.77	3.4569	19.07	0.2095	
45	26.82	3.4222	19.05	0.2095	
46	26.78	3.4327	19.04	0.2095	
47	26.77	3.3789	19.04	0.2095	
48	26.54	3.3563	19.03	0.2095	
49	26.72	3.3324	19.18	0.2095	
50	27.78	3.2777	19.04	0.2095	
51	27.49	3.2678	19.07	0.2095	A
52	27.87	3.2277	19.06	0.2095	A
53	27.81	3.2269	19.06	0.2095	
54	28.78	3.1964	19.04	0.2095	B
55	28.75	3.1964	19.03	0.2095	
56	28.98	3.0883	19.06	0.2095	B
57	28.24	3.0919	19.09	0.2095	D
58	31.83	2.8263	19.17	0.2095	
59	31.85	2.8019	19.11	0.2095	
60	32.03	2.7967	19.05	0.2095	C
61	32.18	2.7862	19.04	0.2095	B
62	32.15	2.7867	19.04	0.2095	
63	32.32	2.7863	19.14	0.2095	
64	32.03	2.7859	19.05	0.2095	A
65	32.03	2.7489	19.12	0.2095	
66	32.03	2.7528	19.12	0.2095	
67	32.03	2.7389	19.05	0.2095	
68	32.03	2.7389	19.06	0.2095	
69	32.03	2.6861	19.21	0.2095	A
70	32.03	2.6762	19.06	0.2095	
71	32.03	2.6677	19.01	0.2095	
72	32.03	2.6483	19.07	0.2095	ABC
73	32.03	2.6487	19.02	0.2095	
74	32.03	2.6386	19.07	0.2095	
75	32.03	2.6288	19.07	0.2095	
76	32.03	2.6286	19.03	0.2095	
77	32.03	2.6373	19.25	0.2095	
78	32.03	2.6286	19.25	0.2095	
79	32.03	2.6388	19.25	0.2095	
80	32.03	2.6286	19.06	0.2095	
81	32.03	2.6372	19.04	0.2095	
82	32.03	2.6286	19.06	0.2095	
83	32.03	2.5996	19.09	0.2095	A
84	32.03	2.5916	19.06	0.2095	B
85	32.03	2.5912	19.15	0.2095	D
86	32.03	2.5713	19.06	0.2095	A
87	32.03	2.4598	19.06	0.2095	D
88	32.03	2.4597	19.06	0.2095	ABC
89	32.03	2.4362	19.11	0.2095	
90	32.03	2.4361	19.04	0.2095	
91	32.03	2.3468	19.06	0.2095	BC
92	32.03	2.3369	19.06	0.2095	
93	32.03	2.3216	19.14	0.2095	C
94	32.03	2.2883	19.17	0.2095	D
95	32.03	2.2887	19.18	0.2095	C
96	32.03	2.2739	19.17	0.2095	
97	32.03	2.2673	19.82	0.2095	
98	32.03	2.2533	19.22	0.2095	A
99	32.03	2.1628	19.29	0.2095	
100	32.03	2.1619	19.06	0.2095	B
101	32.03	2.1759	19.32	0.2095	A
102	32.03	2.1628	19.87	0.2095	
103	32.03	2.1389	19.34	0.2095	
104	32.03	2.1287	19.06	0.2095	
105	32.03	2.1168	19.40	0.2095	
106	32.03	2.1065	19.81	0.2095	
107	32.03	2.0966	19.26	0.2095	D
108	32.03	2.0867	19.05	0.2095	
109	32.03	2.0779	19.86	0.2095	
110	32.03	2.0673	19.03	0.2095	
111	32.03	2.0621	19.07	0.2095	A
112	32.03	2.0521	19.03	0.2095	ABC
113	32.03	2.0386	19.01	0.2095	A
114	32.03	1.9989	19.34	0.2095	A
115	32.03	1.9986	19.27	0.2095	A
116	32.03	1.9764	19.04	0.2095	
117	32.03	1.9684	19.35	0.2095	
118	32.03	1.9663	19.37	0.2095	
119	32.03	1.9572	19.11	0.2095	
120	32.03	1.9464	19.81	0.2095	ABC
121	32.03	1.9416	19.19	0.2095	
122	32.03	1.9364	19.81	0.2095	D
123	32.03	1.9289	19.17	0.2095	D
124	32.03	1.9217	19.26	0.2095	B
125	32.03	1.9162	19.83	0.2095	A
126	32.03	1.9161	19.45	0.2095	
127	32.03	1.9068	19.86	0.2095	
128	32.03	1.9063	19.45	0.2095	A
129	32.03	1.8983	19.85	0.2095	B
130	32.03	1.8983	19.87	0.2095	D
131	32.03	1.8883	19.87	0.2095	
132	32.03	1.8883	19.87	0.2095	
133	32.03	1.8786	19.11	0.2095	A
134	32.03	1.8719	19.06	0.2095	
135	32.03	1.8676	19.19	0.2095	B
136	32.03	1.8613	19.45	0.2095	ABC
137	32.03	1.8516	19.06	0.2095	
138	32.03	1.8422	19.51	0.2095	
139	32.03	1.8322	19.06	0.2095	ABC
140	32.03	1.7923	19.15	0.2095	A
141	32.03	1.7783	19.15	0.2095	A
142	32.03	1.7783	19.14	0.2095	
143	32.03	1.7678	19.07	0.2095	A
144	32.03	1.7614	19.06	0.2095	
145	32.03	1.7577	19.14	0.2095	C
146	32.03	1.7489	19.06	0.2095	
147	32.03	1.7528	19.15	0.2095	

149	52.20	1.1089	86.94	0.2085	A
149	52.44	1.3434	44.16	0.2085	
150	52.87	1.7069	20.82	0.2085	C
151	52.85	1.7307	61.37	0.2085	
152	53.26	1.9289	37.37	0.2085	
153	53.25	1.7187	27.19	0.2085	A
154	53.42	1.7109	17.12	0.2085	
156	53.52	1.7109	19.08	0.2085	
155	53.74	1.7063	14.52	0.2085	
157	54.35	1.8261	15.81	0.2085	AC
158	55.29	1.9089	22.52	0.2085	A
158	56.23	1.8474	19.89	0.2085	AB
159	56.34	1.8461	28.47	0.2085	C
161	56.31	1.8454	21.18	0.2085	A
162	56.36	1.8314	29.18	0.2085	
163	56.37	1.8205	44.80	0.2085	D
164	56.96	1.8763	11.34	0.2085	A
165	57.35	1.8732	28.32	0.2085	AC
165	57.29	1.8699	42.32	0.2085	AB,D
167	57.35	1.8689	14.33	0.2085	D
168	57.80	1.8484	11.82	0.2085	AB
169	58.34	1.8679	19.47	0.2085	A
170	58.65	1.8267	43.17	0.2085	B
171	58.82	1.8486	18.76	0.2085	
172	58.74	1.8469	28.28	0.2085	
173	58.89	1.8432	32.71	0.2085	A
174	59.82	1.9452	43.00	0.2085	A
175	60.77	1.8389	21.84	0.2085	AB,C
176	60.44	1.8162	42.86	0.2085	
177	60.82	1.8282	28.37	0.2085	AC,D
178	60.76	1.8273	32.13	0.2085	AC,D
179	60.84	1.8181	29.09	0.2085	AB
180	61.60	1.8487	42.33	0.2085	AB
181	62.95	1.8561	33.52	0.2085	
182	63.36	1.8709	11.37	0.2085	AD
183	63.30	1.8559	28.37	0.2085	B
184	63.35	1.8539	54.19	0.2085	
185	63.35	1.8523	18.34	0.2085	A
186	63.85	1.8585	14.37	0.2085	
187	63.85	1.8571	28.36	0.2085	
188	64.34	1.8529	28.38	0.2085	
188	64.21	1.8488	37.24	0.2085	
190	64.34	1.8487	25.40	0.2085	D
191	64.86	1.8746	22.86	0.2085	AB
192	68.29	1.9389	22.30	0.2085	AC
193	68.29	1.9389	18.81	0.2085	D
194	68.89	1.9431	28.38	0.2085	A
195	68.89	1.9425	17.75	0.2085	A
196	70.87	1.9279	14.32	0.2085	AB,C
197	71.84	1.9193	38.38	0.2085	
198	71.85	1.9189	38.73	0.2085	A
199	71.84	1.9183	18.78	0.2085	A
200	71.86	1.9159	18.33	0.2085	A
201	72.87	1.9189	18.38	0.2085	B,D
202	72.87	1.9165	14.31	0.2085	AB
203	73.87	1.9189	18.38	0.2085	B,C
204	73.44	1.9283	32.15	0.2085	D
205	73.26	1.9283	18.36	0.2085	
206	82.32	1.9193	14.36	0.2085	C
207	82.08	1.9193	18.81	0.2085	AB,C
208	86.96	1.9434	17.08	0.2085	AD
209	86.51	1.9389	18.38	0.2085	A
210	86.29	1.9374	27.40	0.2085	A
211	86.41	1.9369	23.73	0.2085	B
212	86.44	1.9361	28.38	0.2085	AB
213	86.80	1.9329	19.37	0.2085	AC
214	86.81	1.9322	19.31	0.2085	AB
216	87.76	1.9381	14.37	0.2085	AB

### Rietveld Refinement using FullProf

Calculations were not done or did not converge.

### Integrated Profile Areas

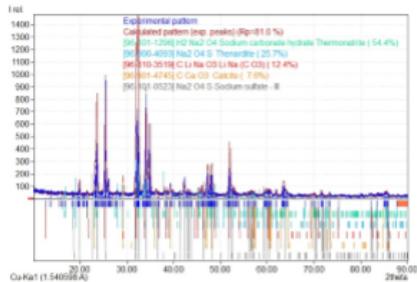
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall reference profile	428818	100.00%
Chi-squared reference	200038	46.88%
Diffraction peaks	222080	51.81%
Peak areas belonging to individual phases	48911	11.41%
Peak area of phase: CaO (reference: Thermochemical)	36522	8.52%
Peak area of phase: S (reference: Thermochemical)	30710	7.17%
Peak area of phase: C (reference: C-DB)	4472	1.04%
Peak area of phase: D (reference: D)	159877	37.30%

### Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	5059	100.00%
Peak intensity belonging to individual phases	588	11.62%
Unidentified peak intensity	4820	95.38%

### Diffraction Pattern Graphics



Netzsch Copyright © 2003-2016 CRISTAL, TMAC, Iker, Germany

# Variabel Larutan Asam HCl

## Match! Phase Analysis Report

Sample: LDC00 (HCl)

**Sample Data**  
 File name: LDC000 PHCL.wml  
 File path: C:\Program Files\Match! Software\Match! Software\Match! LDC00 (HCl)  
 Date collected: Jan 1, 2015 20:31:00  
 Date range: 0.000 - 99.999  
 Number of points: 4337  
 Mass List: 0.000  
 Method calibration convergent: No  
 Method calibration used: Yes  
 Diagnostic mode: No  
 Date last modified: No  
 Data set modified: 3.000  
 Data compression: None  
 Normalization: Average  
 Normalized: 1.042008.A

### Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	100	None	Cl <sub>2</sub> H
B	0.0	Unknown	Cl <sub>2</sub> H
C	0.0	Unknown	Cl <sub>2</sub> H

### A: HCl (99.97%)

Formula sum: Cl<sub>2</sub>H  
 Entry number: 963001343  
 Type of element pair: 0322222  
 Total number of peaks: 10  
 Peaks in range: 10  
 Peaks excluded: 0  
 Internal standard used: None  
 Approx. mass: F wt. 3 m  
 Crystal system: am-0321.A  
 Unit cell: 1.00  
 Code clarity: 2.000 g/mol  
 Reference: Yeh et al., Wang P.K., Choumali, M. D., Jones R. L., Clark S. M., Blevins S., "Hydrogen chloride molecular structure" 1981(1002), 1-130 C, P = 0.33 kcal/mole = 130.60 kJ/mol; J. Am. Chem. Soc. 103, 204, 210 (1981)

### B: Unknown (0.03%)

Formula sum: Cl<sub>2</sub>H  
 Entry number: 963001343  
 Type of element pair: 0322222  
 Total number of peaks: 10  
 Peaks in range: 10  
 Peaks excluded: 0  
 Internal standard used: None  
 Approx. mass: F wt. 3 m  
 Crystal system: am-0321.A  
 Unit cell: 1.00  
 Code clarity: 2.000 g/mol  
 Reference: Yeh et al., Wang P.K., Choumali, M. D., Jones R. L., Clark S. M., Blevins S., "Hydrogen chloride molecular structure" 1981(1002), 1-130 C, P = 0.33 kcal/mole = 130.60 kJ/mol; J. Am. Chem. Soc. 103, 204, 210 (1981)

### Candidates

Index	Amount (%)	Name	Entry No.	FW
A	100	None	963001343	0.1319
B	0.0	None	963001343	0.1320
C	0.0	None	963001343	0.1321
D	0.0	None	963001343	0.1322
E	0.0	None	963001343	0.1323
F	0.0	None	963001343	0.1324
G	0.0	None	963001343	0.1325
H	0.0	None	963001343	0.1326
I	0.0	None	963001343	0.1327
J	0.0	None	963001343	0.1328
K	0.0	None	963001343	0.1329
L	0.0	None	963001343	0.1330
M	0.0	None	963001343	0.1331
N	0.0	None	963001343	0.1332
O	0.0	None	963001343	0.1333
P	0.0	None	963001343	0.1334
Q	0.0	None	963001343	0.1335
R	0.0	None	963001343	0.1336
S	0.0	None	963001343	0.1337
T	0.0	None	963001343	0.1338
U	0.0	None	963001343	0.1339
V	0.0	None	963001343	0.1340
W	0.0	None	963001343	0.1341
X	0.0	None	963001343	0.1342
Y	0.0	None	963001343	0.1343
Z	0.0	None	963001343	0.1344
aa	0.0	None	963001343	0.1345
ab	0.0	None	963001343	0.1346
ac	0.0	None	963001343	0.1347
ad	0.0	None	963001343	0.1348
ae	0.0	None	963001343	0.1349
af	0.0	None	963001343	0.1350
ag	0.0	None	963001343	0.1351
ah	0.0	None	963001343	0.1352
ai	0.0	None	963001343	0.1353
aj	0.0	None	963001343	0.1354
ak	0.0	None	963001343	0.1355
al	0.0	None	963001343	0.1356
am	0.0	None	963001343	0.1357
an	0.0	None	963001343	0.1358
ao	0.0	None	963001343	0.1359
ap	0.0	None	963001343	0.1360
aq	0.0	None	963001343	0.1361
ar	0.0	None	963001343	0.1362
as	0.0	None	963001343	0.1363
at	0.0	None	963001343	0.1364
au	0.0	None	963001343	0.1365
av	0.0	None	963001343	0.1366
aw	0.0	None	963001343	0.1367
ax	0.0	None	963001343	0.1368
ay	0.0	None	963001343	0.1369
az	0.0	None	963001343	0.1370
ba	0.0	None	963001343	0.1371
bb	0.0	None	963001343	0.1372
bc	0.0	None	963001343	0.1373
bd	0.0	None	963001343	0.1374
be	0.0	None	963001343	0.1375
bf	0.0	None	963001343	0.1376
bg	0.0	None	963001343	0.1377
bh	0.0	None	963001343	0.1378
bi	0.0	None	963001343	0.1379
bj	0.0	None	963001343	0.1380
bk	0.0	None	963001343	0.1381
bl	0.0	None	963001343	0.1382
bm	0.0	None	963001343	0.1383
bn	0.0	None	963001343	0.1384
bo	0.0	None	963001343	0.1385
bp	0.0	None	963001343	0.1386
bq	0.0	None	963001343	0.1387
br	0.0	None	963001343	0.1388
bs	0.0	None	963001343	0.1389
bt	0.0	None	963001343	0.1390
bu	0.0	None	963001343	0.1391
bv	0.0	None	963001343	0.1392
bw	0.0	None	963001343	0.1393
bx	0.0	None	963001343	0.1394
by	0.0	None	963001343	0.1395
bz	0.0	None	963001343	0.1396
ca	0.0	None	963001343	0.1397
cb	0.0	None	963001343	0.1398
cc	0.0	None	963001343	0.1399
cd	0.0	None	963001343	0.1400
ce	0.0	None	963001343	0.1401
cf	0.0	None	963001343	0.1402
cg	0.0	None	963001343	0.1403
ch	0.0	None	963001343	0.1404
ci	0.0	None	963001343	0.1405
cj	0.0	None	963001343	0.1406
ck	0.0	None	963001343	0.1407
cl	0.0	None	963001343	0.1408
cm	0.0	None	963001343	0.1409
cn	0.0	None	963001343	0.1410
co	0.0	None	963001343	0.1411
cp	0.0	None	963001343	0.1412
cq	0.0	None	963001343	0.1413
cr	0.0	None	963001343	0.1414
cs	0.0	None	963001343	0.1415
ct	0.0	None	963001343	0.1416
cu	0.0	None	963001343	0.1417
cv	0.0	None	963001343	0.1418
cw	0.0	None	963001343	0.1419
cx	0.0	None	963001343	0.1420
cy	0.0	None	963001343	0.1421
cz	0.0	None	963001343	0.1422
ca	0.0	None	963001343	0.1423
cb	0.0	None	963001343	0.1424
cc	0.0	None	963001343	0.1425
cd	0.0	None	963001343	0.1426
ce	0.0	None	963001343	0.1427
cf	0.0	None	963001343	0.1428
cg	0.0	None	963001343	0.1429
ch	0.0	None	963001343	0.1430
ci	0.0	None	963001343	0.1431
cj	0.0	None	963001343	0.1432
ck	0.0	None	963001343	0.1433
cl	0.0	None	963001343	0.1434
cm	0.0	None	963001343	0.1435
cn	0.0	None	963001343	0.1436
co	0.0	None	963001343	0.1437
cp	0.0	None	963001343	0.1438
cq	0.0	None	963001343	0.1439
cr	0.0	None	963001343	0.1440
cs	0.0	None	963001343	0.1441
ct	0.0	None	963001343	0.1442
cu	0.0	None	963001343	0.1443
cv	0.0	None	963001343	0.1444
cw	0.0	None	963001343	0.1445
cx	0.0	None	963001343	0.1446
cy	0.0	None	963001343	0.1447
cz	0.0	None	963001343	0.1448
ca	0.0	None	963001343	0.1449
cb	0.0	None	963001343	0.1450
cc	0.0	None	963001343	0.1451
cd	0.0	None	963001343	0.1452
ce	0.0	None	963001343	0.1453
cf	0.0	None	963001343	0.1454
cg	0.0	None	963001343	0.1455
ch	0.0	None	963001343	0.1456
ci	0.0	None	963001343	0.1457
cj	0.0	None	963001343	0.1458
ck	0.0	None	963001343	0.1459
cl	0.0	None	963001343	0.1460
cm	0.0	None	963001343	0.1461
cn	0.0	None	963001343	0.1462
co	0.0	None	963001343	0.1463
cp	0.0	None	963001343	0.1464
cq	0.0	None	963001343	0.1465
cr	0.0	None	963001343	0.1466
cs	0.0	None	963001343	0.1467
ct	0.0	None	963001343	0.1468
cu	0.0	None	963001343	0.1469
cv	0.0	None	963001343	0.1470
cw	0.0	None	963001343	0.1471
cx	0.0	None	963001343	0.1472
cy	0.0	None	963001343	0.1473
cz	0.0	None	963001343	0.1474
ca	0.0	None	963001343	0.1475
cb	0.0	None	963001343	0.1476
cc	0.0	None	963001343	0.1477
cd	0.0	None	963001343	0.1478
ce	0.0	None	963001343	0.1479
cf	0.0	None	963001343	0.1480
cg	0.0	None	963001343	0.1481
ch	0.0	None	963001343	0.1482
ci	0.0	None	963001343	0.1483
cj	0.0	None	963001343	0.1484
ck	0.0	None	963001343	0.1485
cl	0.0	None	963001343	0.1486
cm	0.0	None	963001343	0.1487
cn	0.0	None	963001343	0.1488
co	0.0	None	963001343	0.1489
cp	0.0	None	963001343	0.1490
cq	0.0	None	963001343	0.1491
cr	0.0	None	963001343	0.1492
cs	0.0	None	963001343	0.1493
ct	0.0	None	963001343	0.1494
cu	0.0	None	963001343	0.1495
cv	0.0	None	963001343	0.1496
cw	0.0	None	963001343	0.1497
cx	0.0	None	963001343	0.1498
cy	0.0	None	963001343	0.1499
cz	0.0	None	963001343	0.1500

### Search-Match

**Settings**  
 Reference database used: CSD  
 Reference database version: 2015.01.04  
 Reference database format: CIF  
 Reference database version: 2015.01.04  
 Reference net. for peak list: 1  
 Parameter reference table: 0.00  
 Parameter reference tolerance: 0.00  
 Parameter reference range (ppm): 1000

### Peak List

No.	Time (s)	#(A)	FWHM	Matched
1	11.25	7.0891	6.20	0.9303
2	12.20	7.2004	6.20	0.9303
3	15.95	6.1768	6.22	0.9303
4	21.15	3.0007	6.40	

6	25.37	3.6627	21.86	0.9303
7	25.37	3.5269	26.31	0.9303
8	25.33	3.0458	24.17	0.9303
9	27.39	3.2615	152.83	0.9303
10	28.93	3.3669	8.43	0.9303
11	31.48	2.6588	56.53	0.9303
12	31.88	2.6208	1030.93	0.9303
13	31.88	2.6538	19.37	0.9303
14	32.03	2.7819	33.33	0.9303
15	32.94	2.7529	16.44	0.9303
16	32.25	2.7711	12.72	0.9303
17	32.93	2.7824	16.44	0.9303
18	33.85	2.6568	9.23	0.9303
19	33.85	2.6719	20.23	0.9303
20	33.85	2.6378	23.53	0.9303
21	34.42	2.6838	10.29	0.9303
22	34.55	2.2815	16.35	0.9303
23	34.75	2.2821	17.29	0.9303
24	35.70	2.4142	8.45	0.9303
25	43.85	2.5714	9.33	0.9303
26	44.25	2.2647	10.87	0.9303
27	44.45	2.2621	8.46	0.9303
28	44.85	2.2678	10.85	0.9303
29	44.97	2.2763	10.84	0.9303
30	45.25	2.2823	17.23	0.9303
31	45.43	1.9848	163.35	0.9303
32	45.85	1.9872	27.86	0.9303
33	46.85	1.9773	8.43	0.9303
34	47.39	1.9202	12.84	0.9303
35	47.22	1.9203	10.87	0.9303
36	47.45	1.9444	9.35	0.9303
37	47.86	1.9808	9.79	0.9303
38	47.79	1.9819	11.83	0.9303
39	48.83	1.9838	11.49	0.9303
40	53.85	1.7312	26.83	0.9303
41	55.22	1.6544	9.74	0.9303
42	56.43	1.6205	132.15	0.9303
43	55.64	1.6248	8.32	0.9303
44	56.26	1.6177	9.22	0.9303
45	60.15	1.4142	20.73	0.9303
46	61.88	1.4107	46.86	0.9303
47	61.88	1.2843	16.34	0.9303
48	75.03	1.2623	8.44	0.9303
49	76.12	1.2638	46.37	0.9303
50	75.24	1.2478	164.14	0.9303
51	76.47	1.2672	12.13	0.9303
52	83.85	1.1015	26.33	0.9303
53	83.85	1.1423	37.13	0.9303

Calculation was not done for all data coverage.

### Rietveld Refinement using FullProf

#### Integrated Profile Areas

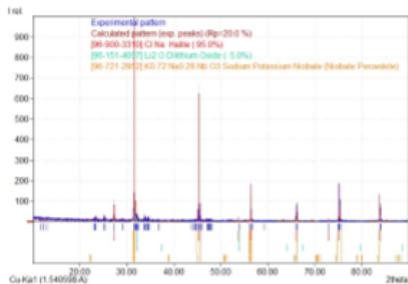
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall collection profile	88390	100.00%
Debye-Ni correction	84532	94.58%
Diffraction profile	62317	69.94%
Peak areas belonging to selected phases	33152	37.51%
Peak area of phase 0 (not used)	20220	22.88%
Peak area of phase 0 (Diffraction Checked)	402	0.46%
Uncollected peak area	63941	72.42%

#### Peak Residuals

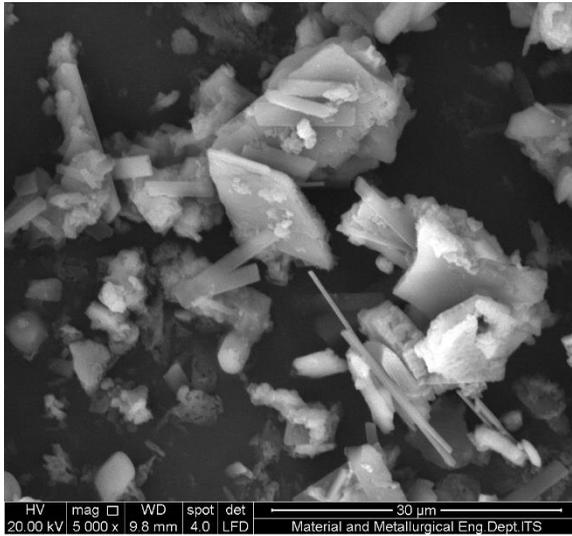
Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	1160	1.31%
Peak intensity belonging to selected phases	121	1.37%
Uncollected peak intensity	420	4.75%

#### Diffraction Pattern Graphics

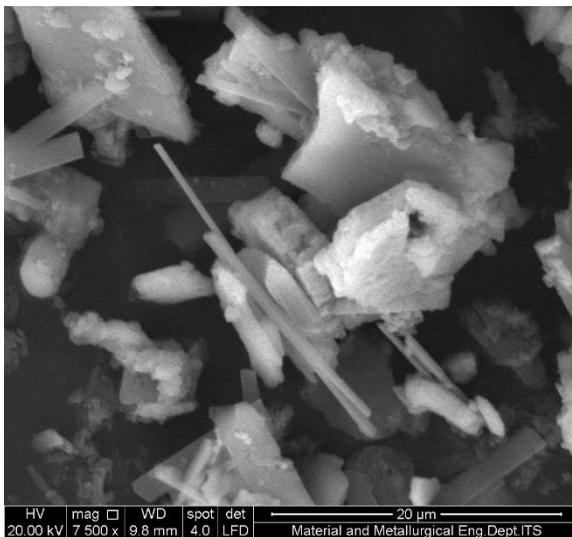


MAAT Copyright © 2003-2014 CRYSTAL IMPACT, Siles, Slovakia

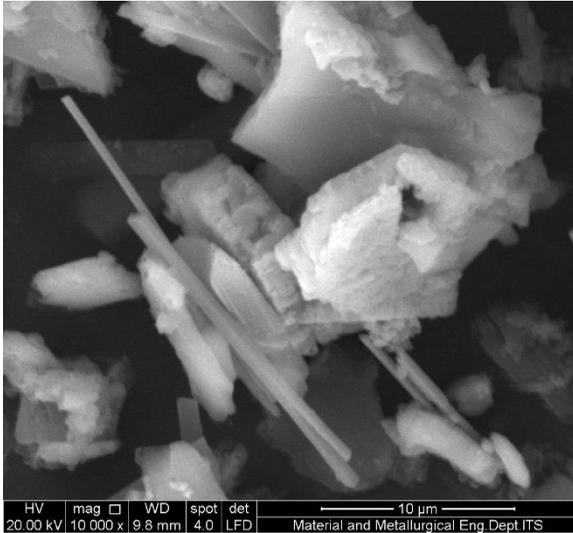
Lampiran Hasil Uji SEM  
Variabel Larutan Asam HNO<sub>3</sub>



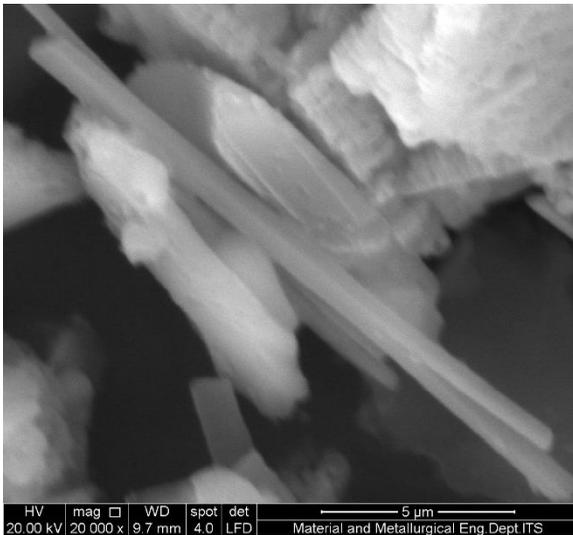
Gambar SEM variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> perbesaran 7500x

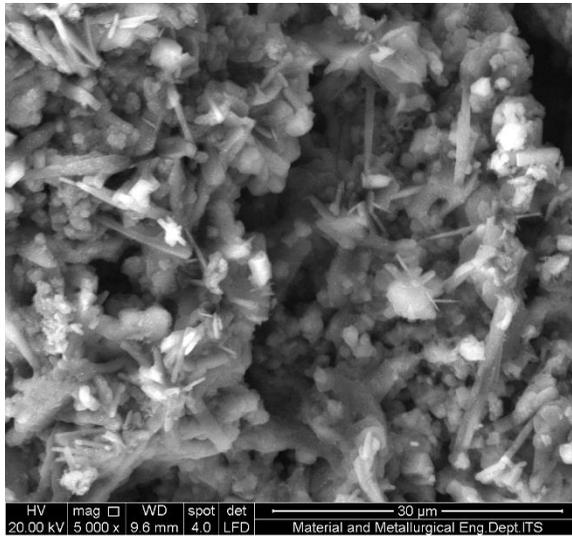


Gambar SEM variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> perbesaran 10000x

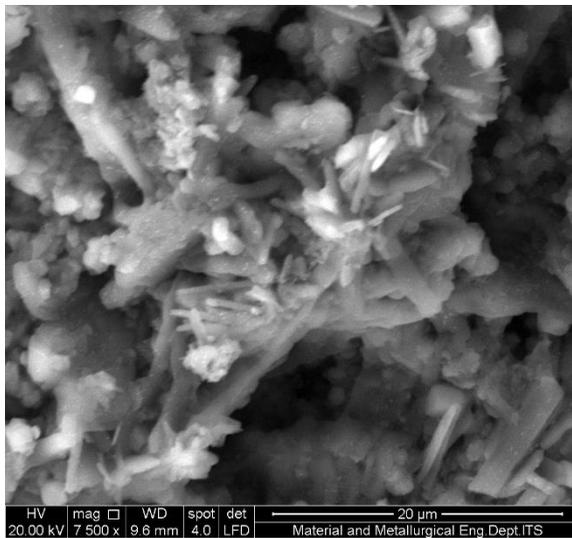


Gambar SEM variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> perbesaran 10000x

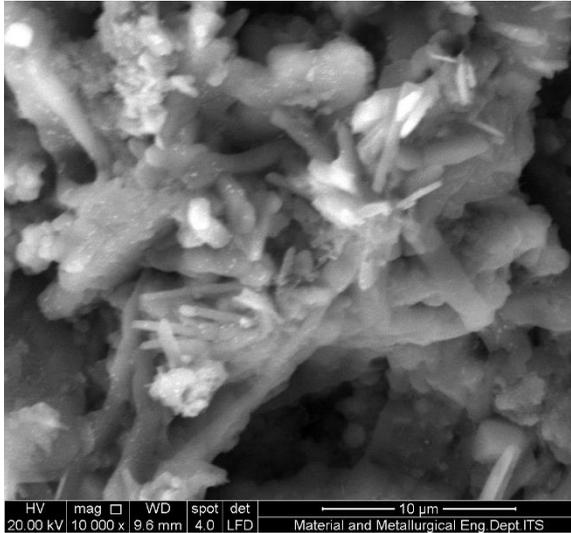
## Variabel Larutan Asam $H_2SO_4$



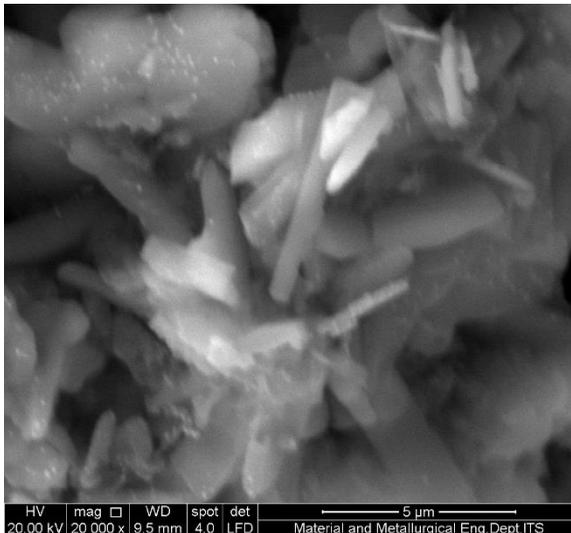
Gambar SEM variabel larutan asam  $H_2SO_4$  perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam  $H_2SO_4$  perbesaran 7500x

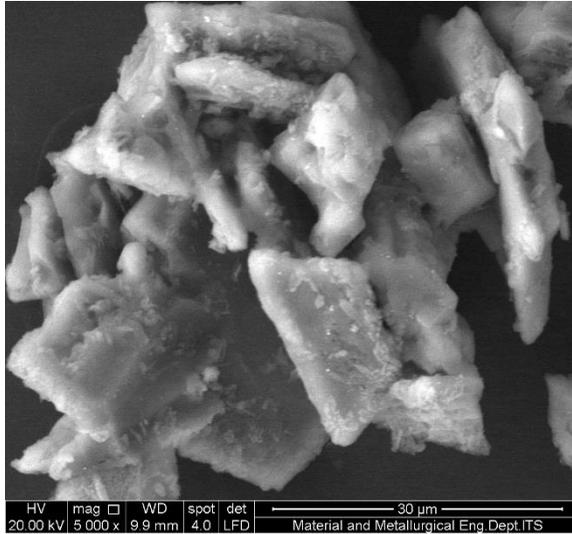


Gambar SEM variabel larutan asam  $H_2SO_4$  perbesaran 10000x

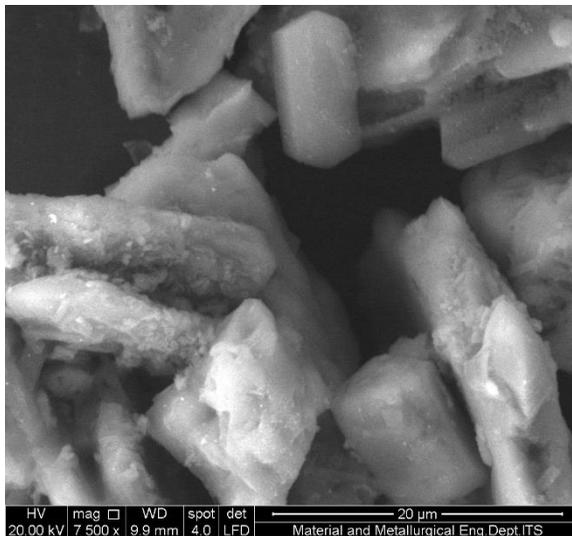


Gambar SEM variabel larutan asam  $H_2SO_4$  perbesaran 20000x

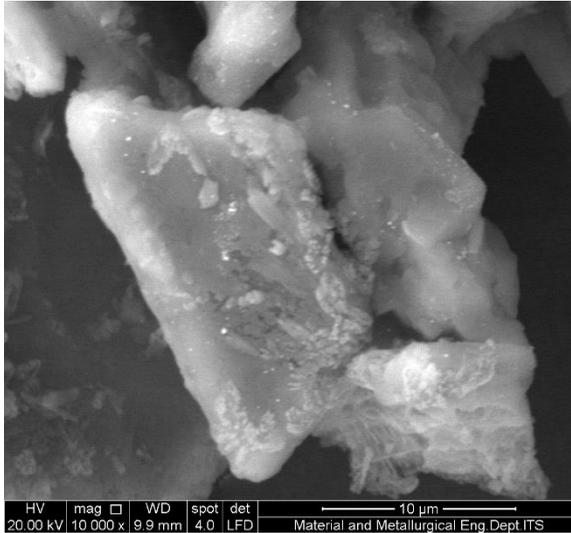
## Varibel Larutan Asam HCl



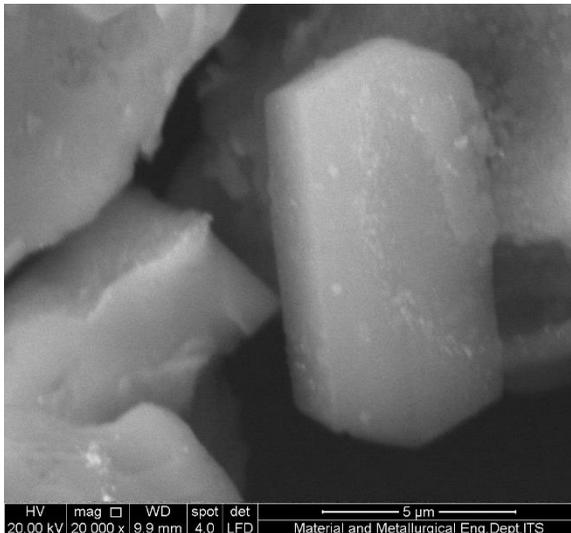
Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 7500x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 10000x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 20000x

# Lampiran Hasil Uji ICP Variabel Larutan Asam HNO<sub>3</sub>

Certificate No. 184044-3  
July 03, 2018

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

## REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
          : Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION of SAMPLE : LPD 2.3 (KNO<sub>3</sub>)

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

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.022

Note :  
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria  
(xxx) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#3  
#CA-180703#22-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

# Variabel Larutan Asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Certificate No. 184044-2  
July 03, 2018

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

## REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION of SAMPLE : LPD 2.2 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

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

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.013

Note :  
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria  
(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#2  
#CA-180703#21-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

# Variabel Larutan Asam HCl

Certificate No. 184044-1  
July 03, 2018

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

## REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION of SAMPLE : LPD 2.1 (HCl)

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

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.093

Note :  
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria  
(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#1  
#CA-180703#20-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 7 Mei 1997, merupakan anak keempat dari 5 bersaudara dari pasangan Suba'i Mustalim dan Muinatun. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Satria Bangsa, SDN Gading I, SMPN 1 Surabaya dan SMAN 2 Surabaya. Selama SMA penulis pernah aktif sebagai Bendahara SKI (Sie Kerohanian Islam), Ketua SMC (Smada Muslim Competition) dan Anggota Club Olimpiade Fisika. Penulis melanjutkan pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Departemen Teknik Material. Semasa kuliah penulis aktif di berbagai kegiatan ekstra kampus antara lain pernah menjadi Staff Kaderisasi LDJ (Lembaga Dakwah Jurusan) Ash Habul Kahfi, Ketua Pelaksana RDK (Ramadhan Di Kampus) 1437 H, Sekretaris Jenderal JMMI (Jamaah Masjid Manarul Ilmi) 1718. Penulis juga menjadi Founder KSSI (Komunitas Shaum Sunnah ITS) dan Founder GMB (Gerakan Muslim Berbagi) Surabaya. Selain itu penulis juga memiliki pengalaman kerja praktisi di PT. Dirgantara Indonesia ditempatkan di Divisi Surface Treatment menganalisis proses chromic anodizing pada pesawat terbang. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai proses ekstraksi Lithium pada Lumpur Sidoarjo dengan metode Hidrometallurgi.

