

# Pengaruh Variasi Temperatur Hidrotermal pada Sintesis Lithium Mangan Oksida ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) Spinel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo

Yusuf Kurniawan dan Lukman Noerochiem

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Kampus ITS, Keputih, Surabaya 60111

*E-mail:* lukmanits@gmail.com

**Abstrak**—Perkembangan teknologi dalam bidang material menunjukkan perkembangan yang sangat pesat dalam beberapa tahun terakhir. Salah satu material yang sangat dibutuhkan dalam berbagai aplikasi adalah lithium. Lithium sendiri bisa didapatkan dari air laut brines dan geothermal fluid. Salah satunya adalah Lumpur Sidoarjo. Lithium Mangan Oksida Spinel digunakan sebagai material absorben karena murah, tidak beracun dan mudah didapatkan. Pada penelitian ini metode hidrotermal digunakan sebagai metode sintesis pada  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  karena dapat dilakukan pada temperatur yang relatif rendah dan menghasilkan partikel yang lebih homogen. Metode hidrotermal dilakukan pada temperatur 160 °C, 180 °C dan 200 °C selama 24 jam. Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi material setelah proses hidrotermal. Pengujian BET dilakukan untuk mengetahui *surface area*. Setelah itu metode acid treatment dilakukan untuk proses adsorpsi dan desorpsi. Adsorpsi dilakukan dengan mencelupkan Lithium Mangan Oksida Spinel yang telah disintesis kedalam Lumpur Sidoarjo. Pengujian ICP dilakukan untuk mengetahui kandungan lithium yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo sebelum dan sesudah adsorpsi untuk mengetahui jumlah lithium yang terserap. Pengujian desorpsi dilakukan dengan mencelupkan  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  kedalam larutan HCL. Pada uji XRD menunjukkan bahwa  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  berstruktur kristal cubic. Dari hasil uji SEM terlihat bahwa tidak banyak perbedaan morfologi pada ketiga variasi. Partikel cenderung membentuk aglomerasi. Pada hasil uji ICP menunjukkan bahwa  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi dengan 6,775 ppm. Sementara untuk desorpsi yang paling tinggi adalah 200°C sebesar 0.081 ppm.

**Kata Kunci**—Hidrotermal, lithium Mangan Oksida Spinel, lumpur Sidoarjo, adsorpsi, desorpsi.

## I. PENDAHULUAN

PADA masa kini lithium adalah salah satu material yang dibutuhkan dalam berbagai kebutuhan seperti peralatan elektronik portabel, baterai, mobil listrik dan masih banyak lagi selainnya. Tentunya hal ini menunjukkan bahwa setiap tahunnya kebutuhan akan lithium juga semakin tinggi. Berdasarkan data yang ada diperkirakan produksi lithium dunia mencapai 37.000 ton pada tahun 2012 (US Geological Survey, 2013) dengan cadangan lithium yang mencapai sekitar

13 juta ton. Namun hal ini belum dieksplorasi dengan baik di Indonesia karena belum ada yang memproduksi. Apabila dimanfaatkan dengan baik tentunya akan meningkatkan perkembangan industri yang ada di Indonesia, khususnya dalam bidang material inovatif dan baterai. Seorang peneliti dari Jepang yang bernama Wataru Tanikawa menyatakan bahwa Lumpur Sidoarjo (LuSi) merupakan salah satu *geothermal fluid* yang banyak mengandung litium, sekitar 6 ppm. Oleh karena itu Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan sebagai sumber penghasil litium untuk bahan pembuatan baterai.

Salah satu cara untuk menyerap lithium pada umumnya adalah dengan menggunakan Lithium Mangan Oksida spinel [1]. Banyak metode sintesis yang dapat dilakukan untuk membuat Lithium Mangan Oksida spinel seperti metode *sol-gel* [2], *hydrothermal* [3], *spray-pyrolysis* [4], *solid state* [5] dan lain sebagainya. Sebenarnya bubuk  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  sudah banyak dibuat dengan metode *solid-state reaction*, namun memiliki banyak kekurangan seperti tidak homogen, bentuk tidak teratur dan ukuran partikel yang besar [2]. Umumnya  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  berukuran agak besar dan biasanya memiliki konduktivitas elektrik yang rendah. Oleh karena itu banyak dikembangkan metode lain untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya adalah dengan menggunakan metode hidrotermal yang memiliki beberapa keuntungan seperti homogenitas, kemurnian, temperatur sintering yang lebih rendah dan berukuran nanopartikel [6]. Dengan ukuran yang sangat kecil ini membuat proses adsorpsi lithium menjadi lebih efektif karena semakin besarnya luas permukaan maka semakin besar pula lithium yang dapat teradsorpsi [7].

Dalam penelitian ini, ekstraksi litium pada Lumpur Sidoarjo akan dilakukan dengan *inorganic absorbent* (Lithium Mangan Oksida Spinel) yang berukuran nanopartikel dan akan difokuskan pada efisiensinya. Sintesis Lithium Mangan Oksida spinel menggunakan metode hidrotermal dengan bahan dasar  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{MnO}_2$ . Dari hasil sintesis yang telah dilakukan, akan dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya, SEM untuk mengetahui morfologi, lalu BET untuk mengetahui luas permukaan dan ICP untuk mengetahui komposisi kimia yang terdapat pada padatan.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### 1. Sintesis Lithium Mangan Oksida

Litium mangan oksida spinel nanopartikel di buat dengan proses hidrotermal dari 2 senyawa yaitu  $MnO_2$  dan  $LiOH$ . Pertama, dilakukan proses pencampuran antar 2 senyawa dengan magnetic stirer. Reaksi yang terjadi :



Campuran  $MnO_2$  dan  $LiOH$  dimasukkan ke dalam *autoclave*, kemudian dilakukan pemanasan pada oven dengan temperatur  $160^\circ C$ ,  $180^\circ C$ ,  $200^\circ C$  dengan waktu 24 jam. Setelah pemanasan, melakukan pencucian dengan *Aqua Destilled Water* dan *Ethanol* pada temperatur kamar dengan menggunakan setrifuge. Melakukan kembali pemanasan dengan tujuan pengeringan pada campuran  $MnO_2$  dan  $LiOH$  dengan temperatur  $70^\circ C$  selama 3 jam. Setelah selesai proses hidrotermal, melakukan karakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan dari campuran, XRD untuk mengetahui struktur kristal dari campuran, dan SEM untuk mengetahui morfologi dari campuran. Kemudian melakukan *Acid Treatment* pada campuran  $MnO_2$  dan  $LiOH$  dengan mencelupkan ke dalam  $HCl$  0.5 M selama 48 jam. Kembali melakukan pengujian XRD untuk membandingkan struktur kristal yang terbentuk. Memasukkan adsorben yaitu LMS dengan temperatur pemanasan  $160^\circ C$ ,  $180^\circ C$  dan  $200^\circ C$  ke dalam kantong yang terbuat dari membran *Kimtech*, kemudian di *sealing* dengan *EVA Hot Melt Adhesive*.

Setelah itu, melakukan proses ekstraksi ke dalam Lumpur Sidoarjo

### 2. Preparasi Lumpur Sidoarjo

Melakukan pemisahan antara solid dan liquid pada Lumpur Sidoarjo, karena Lumpur Sidoarjo yang didapat berupa campuran solid dan liquid. Dengan menggunakan setrifuge selama 20 menit dan kecepatan putaran 2500 rpm. Setelah solid terpisah pada Lumpur Sidoarjo, melakukan pengujian ICP pada liquid Lumpur Sidoarjo untuk mengetahui jumlah kadar litium yang terdapat didalamnya.

### 3. Proses Adsorpsi dan Desorpsi Litium

Kadar ICP hasil Lumpur Sidoarjo dijadikan sebagai acuan dari kadar litium yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo. LMS dengan temperatur pemanasan  $160^\circ C$ ,  $180^\circ C$  dan  $200^\circ C$  yang sudah di *acid treatment* masing-masing dicelupkan kedalam Lumpur Sidoarjo selama 24jam untuk proses *recovery* Litium. Kemudian mengeluarkan masing-masing LMS dari Lumpur Sidoarjo dan memasukkan ketiga LMS kedalam larutan 0.5 M  $HCl$  selama 48 jam untuk proses ekstraksi Litium.

Menguji Lumpur Sidoarjo yang sudah dicelup oleh LMS dengan temperatur pemanasan  $160^\circ C$ , LMS dengan temperatur pemanasan  $180^\circ C$  dan LMS dengan temperatur pemanasan  $200^\circ C$  dengan ICP untuk mengetahui jumlah Lithium yang di absorb oleh masing-masing LMS. Menguji Larutan  $HCl$  yang digunakan ekstraksi dengan ICP untuk mendapatkan kadar litium yang diekstrak oleh masing-masing LMS. Membandingkan litium yang diserap dengan yang diekstrak

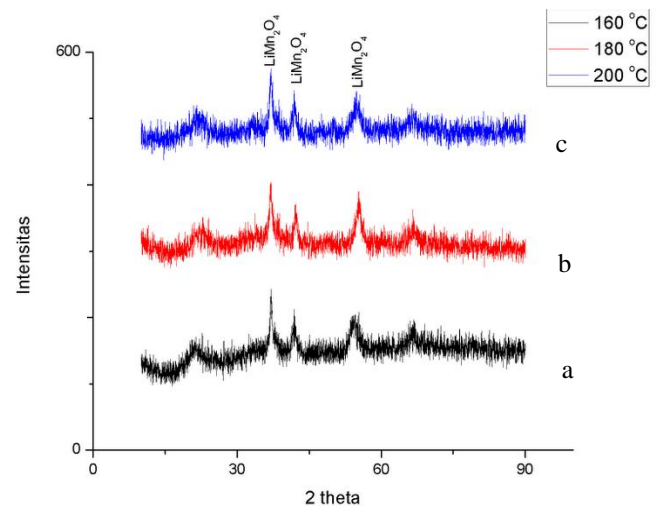
oleh masing-masing LMS untuk mendapatkan nilai efisiensi masing-masing.

## III. HASIL DAN DISKUSI

Sintesis Lithium Mangan Oksida spinel ( $LiMn_2O_4$ ) telah dilakukan dengan metode hidrotermal [8].  $LiMn_2O_4$  digunakan sebagai adsorben untuk proses adsorpsi dan desorpsi ion lithium pada Lumpur Sidoarjo [5]. Lithium Mangan Oksida ( $LiMn_2O_4$ ) disintesis menggunakan prekursor Lithium Hidroksida ( $LiOH$ ) dan Mangan Oksida ( $MnO_2$ ) dengan variasi temperatur hidrotermal yaitu  $160^\circ C$ ,  $180^\circ C$  dan  $200^\circ C$  selama 24 jam. Setelah proses hidrotermal selesai, serbuk hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD (*X-ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*).

Senyawa  $LiMn_2O_4$  digunakan sebagai adsorben yang dimasukkan kedalam membran *kimtech* untuk melakukan proses *acid treatment* dengan larutan  $HCl$  0,5 molar selama 24 jam agar terjadi proses Ion-Exchange [9]. Setelah itu melakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui hasil pertukaran ion. Kemudian melakukan proses adsorpsi setelah senyawa yang diproses *acid treatment* dengan memasukkan kedalam Lumpur Sidoarjo selama 24 jam. Kemudian memasukkan adsorben kedalam  $HCl$  selama 24 jam untuk melakukan proses desorpsi. Lalu larutan Lumpur Sidoarjo dan  $HCl$  hasil proses adsorpsi dan desorpsi diuji dengan ICP (*Inductively Coupled Plasma*) untuk mengetahui kandungan ion lithium.

### A. Pengujian XRD



Gambar 1. Difraktogram Sintesis  $LiMn_2O_4$  (Lithium Mangan Oksida) dengan metode hidrotermal pada temperatur (a)  $160^\circ C$  (b)  $180^\circ C$  dan (c)  $200^\circ C$  selama 24 jam.

Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Hasil karakterisasi tersaji pada Gambar 1 dan puncak khas yang muncul ditunjukkan pada Tabel 1. Pada Gambar 1 (a) menunjukkan sintesis  $LiMn_2O_4$  (Lithium

Mangan Oksida) dengan metode hidrotermal pada temperatur (a)160°C (b) 180°C dan (c) 200°C selama 24 jam.

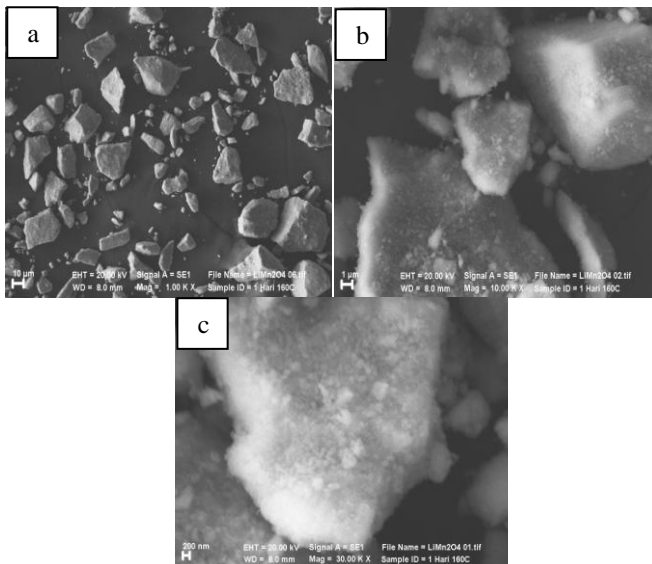
Berdasarkan hasil XRD menunjukkan bahwa hasil sintesis yang terbentuk menunjukkan kesesuaian dengan kartu PDF (00-35-0782) dimana struktur kristalnya adalah *cubic*. Dan puncak-puncak khas tersaji pada Tabel 4.1 sebagai berikut.

Tabel 1. Perbandingan Puncak LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pada pola X-ray Diffraction.

Referensi PDF no. 00-035-0728	Temperatur 160°C	Temperatur 180°C	Temperatur 200°C
2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)
19	21	22	21
36	38	37	37
44	42	42	42
48	50	49	48
58	55	56	56
64	67	66	65
67	69	69	69

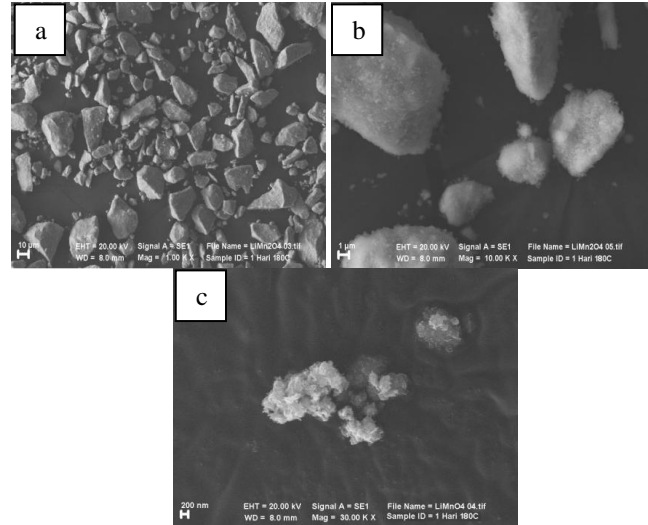
**B. Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Pengujian SEM dilakukan untuk menganalisa morfologi dari senyawa hasil sintesis. Alat SEM yang digunakan adalah Zeiss EVO MA10. Gambar 2 menunjukkan hasil SEM dari senyawa LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan temperatur hidrotermal 160°C. Pada gambar dengan perbesaran 1000x menunjukkan bahwa butiran senyawa besarnya tidak beraturan dengan ukuran butir rata-rata 10-30 µm. Pada perbesaran 30000x terlihat bahwa terjadi aglomerasi pada butiran senyawa yang menyebabkan ukuran partikel terlihat lebih besar. Dari hasil SEM ini terlihat pula bahwa hampir tidak ada porositas yang terjadi.



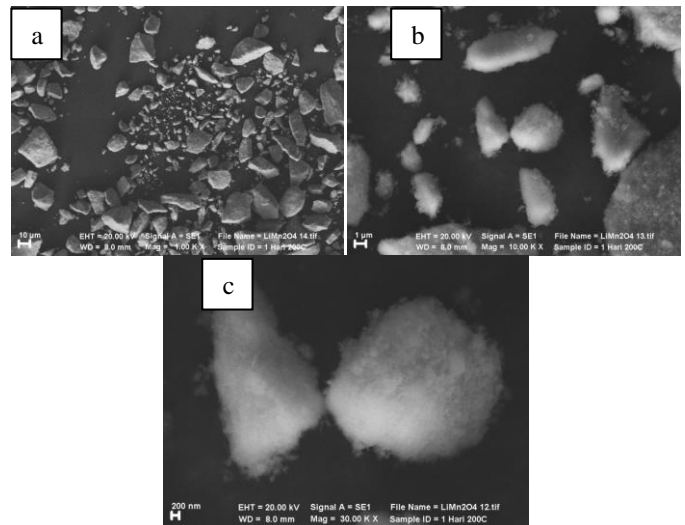
Gambar 2. Hasil uji SEM LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> temperatur 160°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

Pada Gambar 3 menunjukkan hasil SEM dari LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan temperatur pemanasan 180°C. Terlihat bahwa bentuk butirannya masih tidak beraturan dengan ukuran butir yang bervariasi sekitar 5-30 µm. Pada perbesaran 30000x terlihat bahwa terdapat sebagian partikel yang berukuran. Pada senyawa ini hampir tidak terlihat adanya porositas, namun partikel cenderung membentuk aglomerasi.



Gambar 3. Hasil uji SEM LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> temperatur 180°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

Pada Gambar 4 merupakan hasil SEM dari LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan temperatur pemanasan 200°C. Butiran senyawa LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> terlihat sedikit lebih kecil dengan ukuran rata-rata antara 1-30 µm. Porositas hampir tidak ada dan dari perbesaran 30000x terlihat masih ada aglomerasi antar partikel.



Gambar 4. Hasil uji SEM LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> temperatur 200°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

Berdasarkan hasil SEM dari LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang telah disintesis dengan metode hidrotermal, terlihat bahwa tidak banyak perbedaan morfologi antara variasi temperatur pemanasan 160°C, 180°C dan 200°C. Ketiga senyawa memiliki ukuran butir yang bervariasi dan tidak beraturan. Hal ini dapat terjadi karena pertumbuhan kristal tidak dapat dikontrol pada

saat proses sintesis hidrotermal. Aglomerasi juga terjadi pada ketiga senyawa karena adanya tegangan permukaan pada saat proses pemanasan yang memakan waktu cukup lama. Penggumpalan kristal atau aglomerasi dimungkinkan untuk terjadi agar tegangan permukaan pada material saat proses sintesis dapat berkurang..

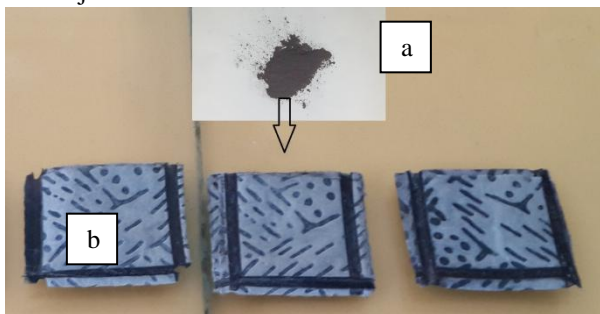
**C. Pengujian ICP pada Lumpur Sidoarjo**

Pengujian ICP pada Lumpur Sidoarjo dilakukan untuk mengetahui kadar  $Li^+$  sebelum dilakukan proses adsorpsi dan desorpsi ion  $Li^+$ . Dari pengujian ICP didapatkan kandungan ion lithium yang ada pada lumpur sidoarjo sebesar 15,985 ppm. Hasil ini jauh lebih besar dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti dari Jepang yaitu Wataru Tanikawa yang menyebutkan bahwa kandungan ion lithium pada Lumpur Sidoarjo jumlahnya kurang lebih sebesar 6 ppm. Perbedaan yang cukup besar ini bisa terjadi karena mungkin pada saat pengambilan sampel lumpur sidoarjo lokasinya sedikit berbeda.

Selanjutnya, kadungan  $Li^+$  sebesar 15.985 ppm ini akan dijadikan acuan untuk proses selanjutnya yaitu adsorbs dan desorpsi.

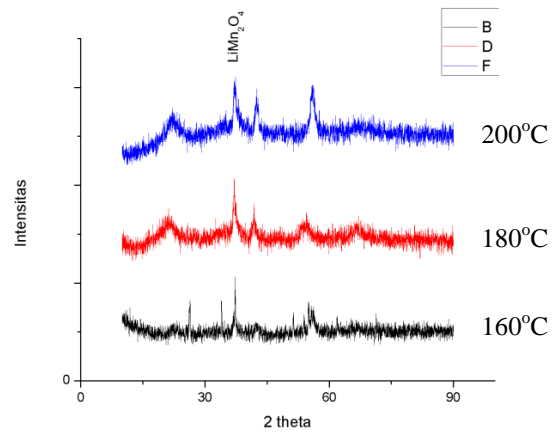
**D. Proses Acid Treatment**

Selanjutnya setelah proses karakterisasi selesai, dilakukan proses *acid treatment* yang bertujuan sebagai pertukaran antara ion  $Li^+$  pada Lithium Mangan Oksida dengan  $H^+$  pada larutan 0.5M HCl. Pertama senyawa  $LiMn_2O_4$  dimasukkan kedalam membran polimer yang telah disiapkan sebelumnya. Berat dari senyawa Lithium Mangan Oksida adalah 0,1 gram. Setelah senyawa masuk kedalam membran, membran dicelupkan kedalam larutan HCl 0,5 M dengan volume 2 liter selama 24 jam.



Gambar 5. (a) senyawa  $LiMn_2O_4$  dimasukkan kedalam (b) membran polimer *Kimtech*

Kemudian senyawa  $LiMn_2O_4$  yang telah dilakukan proses *acid treatment*, dikarakterisasi XRD lagi untuk mengetahui perubahan yang terjadi. Pada Gambar 6 merupakan hasil XRD  $LiMn_2O_4$  setelah proses *acid treatment*.



Gambar 6. Hasil uji XRD  $LiMn_2O_4$  setelah *acid treatment*

Pada hasil XRD setelah proses *acid treatment*, terjadi pergeseran puncak 2tetapada difraktogram seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6 dan juga pada Tabel 2 dibawah yang menunjukkan perbedaan atau pergeseran puncak pada 2 theta antara sebelum dan setelah proses *acid treatment*.

Tabel 2. Pergeseran puncak 2 theta sebelum dan sesudah proses *acid treatment*

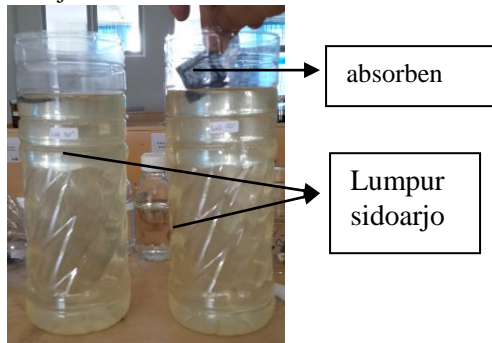
Sebelum <i>acid treatment</i>			Setelah <i>acid treatment</i>		
160°C	180°C	200°C	160°C	180°C	200°C
2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)
21	22	21	27	21	22
38	37	37	38	38	38
42	42	42	43	42	43
50	49	48	51	50	50
55	56	56	56	54	58
67	66	65	66	62	63
69	69	69	71	68	69

Walaupun tidak banyaknya pergeseran yang terjadi, hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi pertukaran ion  $Li^+$  pada Lithium Mangan Oksida dengan ion  $H^+$  pada HCl 0,5 M. Namun tidak diketahui berapa banyak ion  $Li^+$  yang telah bertukar posisi dengan ion  $H^+$ . Struktur kristal dari lithium mangan oksida sendiri tidak banyak berubah, hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa ini bersifat topotaktis yang berarti struktur kristal tidak banyak berubah dengan keluar atau masuknya ion  $Li^+$  pada lithium mangan oksida. Tujuan dari pertukaran ini adalah untuk membuka ruang (*vacant*) pada senyawa Lithium Mangan Oksida ( $LiMn_2O_4$ ) sehingga terdapat ruang untuk masuknya ion  $Li^+$  pada Lumpur Sidoarjo saat proses adsorpsi. Setelah proses *acid treatment* selesai, dilanjutkan dengan proses adsorpsi pada Lumpur Sidoarjo.

**E. Proses Adsorpsi Pada Lumpur Sidoarjo**

Proses selanjutnya adalah adsorpsi ion  $Li^+$  pada lumpur sidoarjo. Secara garis besar prosesnya adalah dengan mencelupkan *inorganic* absorben pada air laut atau *brines* yang akan mengabsorb lithium sehingga bereaksi dan terikat dengan *inorganic absorben* seperti yang telah dilakukan oleh Chung (2004). Hal ini bertujuan untuk menukar kembali ion  $Li^+$  yang ada pada lumpur Sidoarjo dan masuk kedalam ruang

kosong yang terdapat pada adsorben. Caranya adalah senyawa  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  yang telah di *acid treatment* dan diuji XRD kembali dimasukkan kedalam membran kimtech. Lalu membran dicelupkan kedalam cairan lumpur lapindo yang telah dipreparasi sebelumnya sebanyak satu liter. Proses pencelupan berlangsung selama 24 jam.



Gambar 7. Proses pencelupan membran/absorben pada 1 liter lumpur sidoarjo selama 24 jam

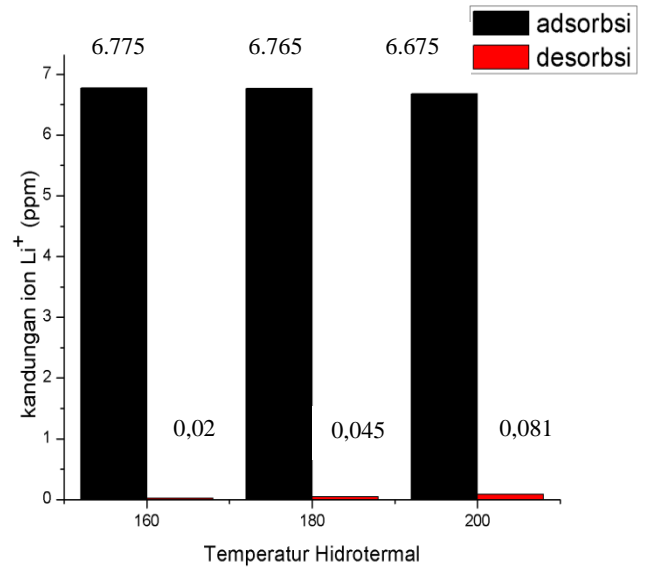
Selanjutnya lumpur sidoarjo yang telah dilakukan proses adsorpsi diuji kandungan  $\text{Li}^+$  untuk mengetahui jumlah ion  $\text{Li}^+$  yang teradsorpsi. Alat uji yang digunakan adalah ICP (Induced Coupled Plasma).

**F. Pengujian ICP (Induced Coupled Plasma)**

Setelah selesai melakukan proses adsorpsi dan desorpsi selanjutnya cairan lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M diuji kandungan ion  $\text{Li}^+$ -nya. Alat yang digunakan untuk pengujian ini adalah ICP. Seperti yang telah dicantumkan sebelumnya bahwa kandungan awal ion lithium pada lumpur sidoarjo adalah 15,985 ppm. Untuk menghitung jumlah ion  $\text{Li}^+$  yang teradsorpsi yaitu dengan menghitung selisih antara kandungan awal dengan kandungan setelah proses adsorpsi. Pada Tabel 3 dan Gambar 8 dapat dilihat kandungan ion  $\text{Li}^+$  dari lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M.

Tabel 3. Kandungan ion  $\text{Li}^+$  pada lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M

	Kandungan ion $\text{Li}^+$ (ppm)		
	160°C	180°C	200°C
Lumpur Sidoarjo (sebelum adsorpsi)	15,985	15,985	15,985
Lumpur sidoarjo (setelah adsorpsi)	9.21	9.22	9.31
Selisih sebelum dan setelah adsorpsi	6.775	6.765	6.675
Larutan HCl 0,5 M	0.020	0.045	0.081



Gambar 8. Grafik perbandingan kandungan ion  $\text{Li}^+$  setelah adsorpsi dan desorpsi

Dari hasil pengujian ICP diatas dapat dilihat bahwa senyawa  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur hidrotermal 160°C kemampuan adsorpsinya paling tinggi yaitu sebesar 9,21 ppm. Selanjutnya 180°C dengan 9,22 ppm dan yang paling rendah adalah temperatur 200°C dengan 9,31 ppm. Sementara pada larutan HCl, yang memiliki kemampuan desorpsi paling tinggi adalah senyawa dengan temperatur hidrotermal 200°C yaitu sebesar 0,081 ppm dan yang paling rendah adalah temperatur hidrotermal 160°C dengan 0,020 ppm. Dari hasil diatas menunjukkan bahwa kemampuan adsorpsi dan desorpsi berbanding terbalik antar tiap variasi.

**G. Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi**

Tabel 4.

Hasil Perhitungan Adsorpsi dan Desorpsi

$\text{LiMn}_2\text{O}_4$	Li LuSi sebelum recovery (ppm)	Li LuSi setelah adsorpsi (ppm)	Li teradsorpsi (ppm)	Efisiensi adsorpsi (%)	Li di HCl setelah desorpsi (ppm)	Adsorpsi / Desorpsi (%)
Temperatur 160°C	15.985	9.21	6.775	42,39	0.020	0,29
Temperatur 180°C	15.985	9.22	6.765	42,32	0.045	0,66
Temperatur 200°C	15.985	9.31	6.675	41,76	0.081	1,21

Dari Ttabel 4 diatas dapat dilihat bahwa  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sementara itu untuk efisiensi desorpsi yang paling tinggi adalah  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C yaitu sebesar 1,21%.

Untuk mempermudah dalam pemahaman maka diubah ke satuan mg/g. Maka dari itu  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi

67,75 mg/g. Untuk temperatur 180°C memiliki efisiensi 67,65 mg/g dan 200°C sebesar 66,75 mg/g. Sementara itu untuk efisiensi desorpsi pada temperatur 160°C adalah sebesar 0,2 mg/g. Sedangkan temperatur 180°C efisiensinya 0,45 mg/g dan 200°C sebesar 0,81 mg/g.

#### IV. KESIMPULAN/RINGKASAN

Pada penelitian ini dihasilkan  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan menggunakan metode hydrothermal dengan variasi temperatur hidrotermal 160°C, 180°C dan 200°C. Morfologi dari  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  yang dihasilkan berbentuk bulat, tidak beraturan, dan cenderung membentuk aglomerasi.  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sedangkan  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C memiliki efisiensi desorpsi paling tinggi sebesar 1,21%. Secara keseluruhan material yang memiliki efisiensi adsorpsi dan desorpsi paling baik adalah  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  dengan temperatur pemanasan 200°C.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hui Zhang, Q., Peng Li, S., Ying Sun, S., Sheng Yin, X., Guo Yu, J. 2010. "*LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Spinel Direct Synthesis And Lithium Ion Selective Adsorption*". Chemical Engineering Science 65, 169 – 173. Geng Zhigang et al. "*A Green and Mild Approach of Synthesis of Highly-Conductive Graphene Film by Zn Reduction of Exfoliated Graphite Oxide*". Chin. J. Chem. Phys (2012). Vol 25 No.4:494-500.
- [2] Michalska, M., Lipińska, L., Mirkowska, M., Aksienionek, M., Diduszko, R. 2011. "*Nanocrystalline Lithium-Manganese Oxide Spinel for Li-ion batteries - Sol-gel Synthesis And Characterization Of Their Structure and Selected Physical Properties*". **Solid State Ionics** 188 : 160-164
- [3] Jun Yue, H., Huang, K., Ping, D., Yang, Y. 2009. "*Hydrothermal Synthesis of LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/C Composite as a Cathode For Rechargeable Lithium-Ion Battery With Excellent Rate Capability*". Electrochimica Acta 54 : 5363-5367
- [4] Iriyama, Y., Tachibana, Y., Sasasoka, R., Kuwata, N., Abe, T., Inaba M., Tasaka, A., Kikuchi, K., Kawamura, J., Ogumi, Z. 2007. "*Preparation of Lithium Manganese Oxide Fine Particles By Spray Pyrolysis And Their Electrochemical Properties*". Journal of Power Sources 174, 1057-1062.
- [5] Chung, Kang-Sup., Lee, Jae-Chun., Kim Eun-Jin., Lee, Kyung-Chul., Kim, Yang-Soo., and Ooi, Kenta. 2004 "*Recovery of Lithium from Seawater Using Nano-Manganese Oxide Adsorbents Prepared by Gel Process*". Materials Science Forum Vols. 449-452, 277-280
- [6] Zhang, C., Wang, H., Xu, H., Wang, B., Yan, H. 2003. "*Low-Temperature Hydrothermal Synthesis Of Spinel-Type Lithium Manganese Oxide Nanocrystallites*". Solid State Ionics 158 : 113-117 Zhou Tiannan et al. "*A Simple And Efficient Methode To Prepare Graphene By Reduced Of Graphite Oxide With Sodium Hydrosulfite*". Nanotechnology (2011) 22 045704
- [7] Alberty, R.A. 1987. "Physical Chemistry Volume 7<sup>th</sup>". John Willey and Sons
- [8] Jiang, CH. Zhou, HS. 2007. "*Synthesis of spinel LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles through one-step hydrothermal reaction*". Journal of Power Sources 172 (2007) 410-415
- [9] Feng, Q., Miyai, Y., Kanoh, H., Ooi, K., (1992). "*Lithium + extraction/insertion with spinel type lithium manganese oxide. Characterization of redox-type and ion-exchange-type sites*". Langmuir Vol. 8, 1861.