



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN
DAN WAKTU PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT
TERHADAP PEROLEHAN NIKEL DARI BIJIH LIMONIT**

SKRIPSI

DONI JOHANSYAH

0806455686

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN
DAN WAKTU PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT
TERHADAP PEROLEHAN NIKEL DARI BIJIH LIMONIT**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Teknik**

DONI JOHANSYAH

0806455686

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL**

DEPOK

2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Doni Johansyah

NPM : 0806455686

Tanda Tangan :



Tanggal : 3 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Doni Johansyah
NPM : 0806455686
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi :

**STUDI PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN DAN WAKTU
PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT TERHADAP PEROLEHAN NIKEL
DARI BIJIH LIMONIT**

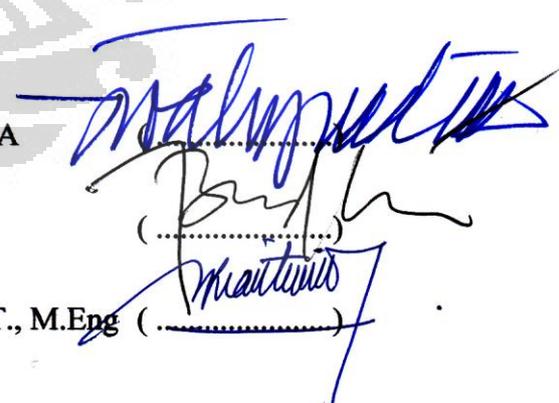
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Johny Wahyuadi S. M. DEA

Penguji : Dr. Badrul Munir ST., M.Eng.Sc.

Penguji : Dr. Rianti Dewi Sulamet-Ariobimo, S.T., M.Eng (



Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 3 Juli 2012

KATA PENGANTAR

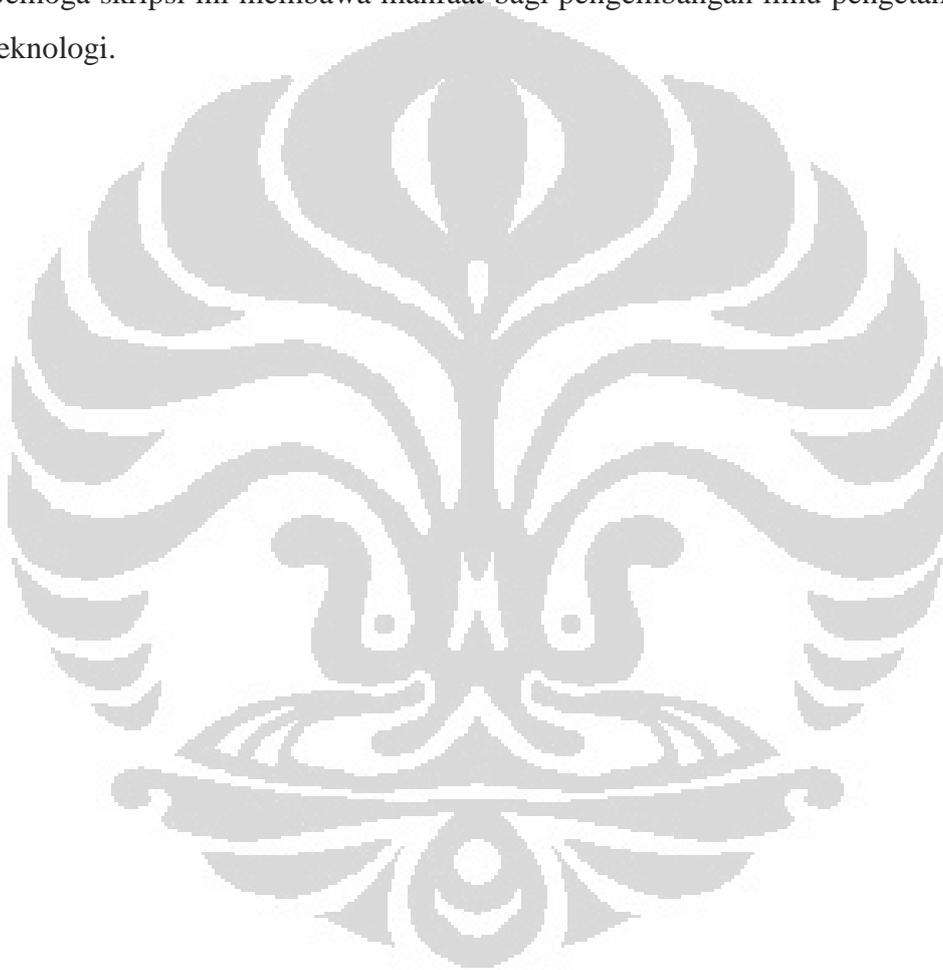
Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena dengan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan serangkaian kegiatan Tugas Akhir dimulai dari tahap awal perancangan kegiatan, pelaksanaan hingga penyusunan skripsi ini. Kegiatan skripsi ini ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib Skripsi yang berlaku di silabus kurikulum Departemen Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia (DTMM FTUI), yang juga merupakan salah satu persyaratan kelulusan dalam meraih gelar Sarjana Teknik.

Dalam melaksanakan rangkaian kegiatan tugas akhir ini tentunya penulis sangat terbantu oleh berbagai pihak. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Ir. Johny Wahyuadi S. M. DEA. selaku dosen pembimbing skripsi yang telah banyak menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran dalam mengarahkan penulis dalam melaksanakan kegiatan perkuliahan, penelitian hingga penyusunan skripsi ini;
2. Prof. Dr.-Ing. Ir. Bambang Suharno selaku Ketua Departemen yang turut memberi dukungan selama penulis menjalani perkuliahan di DTMM FTUI;
3. Dr. Ir. Donanta Dhaneswara M.Si sebagai pembimbing akademis yang selalu memberikan perhatian dan dukungan penuh terhadap perkembangan akademis penulis;
4. Kedua orang tua penulis, yaitu Bapak Suwarsono dan Ibu Juwarni yang telah memberikan semua perhatian dan kasih kasih terhadap penulis selama menjalani perkuliahan, terutama selama mengerjakan skripsi;
5. Saudara penulis, yaitu Muhammad Isaeni yang senantiasa memberikan pengertian, dukungan dan motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;
6. Oktyah Rochnita yang senantiasa memberikan semangat dan mengingatkan penulis untuk fokus menyelesaikan serangkaian proses penelitian;

7. Gana, David, Erwin, Andreas, Frendy, Yogi, Andreyosi, Nova, Taufiq serta seluruh teman-teman Teknik Metalurgi dan Material angkatan 2008 yang selalu memberi dukungan dan semangat kepada penulis;
8. Seluruh Bapak-Ibu staf pengajar DTMM FTUI yang telah memberikan banyak ilmu kepada penulis selama menjalani kegiatan perkuliahan;

Akhir kata, penulis berharap Allah SWT berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.



**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Doni Johansyah
NPM : 0806455686
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Teknik Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif** (*Non - exclusive Royalty - Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**STUDI PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN DAN WAKTU
PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT TERHADAP PEROLEHAN NIKEL
DARI BIJIH LIMONIT**

berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 3 Juli 2012

Yang menyatakan,



(Doni Johansyah)

ABSTRAK

Nama : Doni Johansyah
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul :

STUDI PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN DAN WAKTU PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT TERHADAP PEROLEHAN NIKEL DARI BIJIH LIMONIT

Bijih nikel laterit merupakan sumber bahan tambang yang berperan penting dalam produksi nikel dunia. Di Indonesia, bijih nikel laterit merupakan sumber daya yang melimpah. Bijih nikel laterit digolongkan menjadi dua jenis, yaitu saprolit yang berkadar nikel tinggi dan limonit yang berkadar nikel rendah. Tetapi hingga saat ini limonit belum dapat dimanfaatkan dengan baik, padahal jumlahnya jauh lebih besar daripada saprolit. Oleh karena itu, perlu dikembangkan metode yang efisien dan ekonomis agar limonit dapat dimanfaatkan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efek dari reduksi pemanggangan dan pengaruh waktu pelindian amonium bikarbonat pada bijih limonit. Metode yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi reduksi pemanggangan dan pelindian amonium bikarbonat yang dikarakterisasi menggunakan *Energy Dispersive X-ray* (EDX), *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) untuk mengetahui kandungan unsur dan senyawa yang terdapat dalam sampel.

Dari penelitian yang dilakukan diketahui bahwa terjadi perubahan senyawa dari $(\text{FeO})\text{OH}$ menjadi Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , dan FeNi pada sampel setelah proses reduksi pemanggangan serta terjadi peningkatan persen perolehan nikel hingga mencapai 1,88% akibat penambahan waktu pelindian selama 120 menit.

Kata kunci :
bijih limonit, reduksi pemanggangan, pelindian, amonium bikarbonat

ABSTRACT

Name : Doni Johansyah

Study Program : Metallurgy and Material Engineering

Title :

STUDY OF EFFECT ROASTING REDUCTION PROCESS AND LEACHING TIME AMMONIUM BIKARBONATE TO NICKEL RECOVERY FROM LIMONITE ORE

Lateritic nickel ore is a mineral resource that plays an important role in world nickel production. In Indonesia, lateritic nickel ore is an abundant resource. Lateritic nickel ore is classified into two types, saprolite for high content nickel and limonite for low content nickel. But until now limonite still can't put to good use, whereas the amounts is higher than saprolite. Therefore, There is a need to develop an efficient and economical method so limonit can be utilized.

The purpose of this study to determine the effect of reduction roasting and the effect of leaching time of amonium bicarbonate in limonite ore. This research method involves reduction roasting and leaching of ammonium bicarbonate were characterized using Energy Dispersive X-ray (EDX), X-ray Diffraction (XRD), and Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) to determine the content of elements and compounds contained in the sample.

The results showed that the compound from $(\text{FeO})\text{OH}$ become Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , and FeNi of the sample changes after roasting reduction process and also an increase in percent recovery of nickel up to 1,88% due to the addition of leaching time 120 minutes.

Keywords :

limonite ore, reduction roasting, leaching, ammonium bicarbonate

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Ruang Lingkup Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Parameter	4
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB 2 LANDASAN TEORI	6
2.1 Nikel	6
2.1.1 Nikel Laterit	6
2.1.2 Pembentukan Nikel Laterit	7
2.2 Proses Perlakuan Awal	10
2.2.1 <i>Comminution</i>	10
2.2.2 <i>Sizing</i>	11
2.2.3 <i>Drying</i>	11
2.2.3 <i>Separation</i>	11
2.3 Reduksi Pemangangan	13
2.4 Pelindian	14
2.5 Proses Hidrometalurgi Bijih Limonit	17
2.5 Aspek Termodinamika	19
2.5.1 Diagram Ellingham	19
2.5.2 Diagram Boudouard	22
2.6 Metode Karakterisasi	24
2.6.1 XRD	24
2.6.2 EDX	26
2.6.7 AAS	27

BAB 3	METODOLOGI PENELITIAN	30
3.1	Alat dan Bahan	30
3.1.1	Alat	30
3.1.2	Bahan	30
3.2	Diagram Alir Penelitian	31
3.2.1	Preparasi Bijih	31
3.2.2	Pemanggangan	31
3.2.3	Pelindian	32
3.3	Prosedur Penelitian	32
3.3.1	Preparasi Sampel	32
3.3.2	Reduksi Pemanggangan	33
3.3.3	Pemisahan Magnetik	33
3.3.4	Pelindian	34
3.4	Karakterisasi	35
3.4.1	EDX	35
3.4.2	XRD	35
3.4.3	AAS	36
BAB 4	HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1	Analisis Mineralogi dan Komposisi Bijih Limonit	37
4.2	Analisis Pengaruh Proses Reduksi Pemanggangan terhadap Bijih Limonit	39
4.3	Analisis Pengaruh Pemisahan Magnetik terhadap Bijih Limonit	41
4.4	Perolehan Nikel Bijih Limonit oleh Pelindian Amonium Bikarbonat	43
BAB 5	KESIMPULAN	48
	DAFTAR REFERENSI	49
	LAMPIRAN	51

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Komposisi Kimia Bijih Limonit Awal	37
Tabel 4.2	Data Hasil Pemisahan Magnetik	41
Tabel 4.3	Hasil Pelindian Bijih Limonit Non Reduksi oleh Amonium Bikarbonat 3,5 M	43
Tabel 4.4	Hasil Pelindian Bijih Limonit Tereduksi oleh Amonium Bikarbonat 3,5 M	43
Tabel 4.5	Efek Berbagai Kondisi Pendinginan terhadap Ekstraksi Nikel Melalui Proses Reduksi Pemanggangan – Pelindian Amonia menurut S. Chander	46



DAFTAR GAMBAR

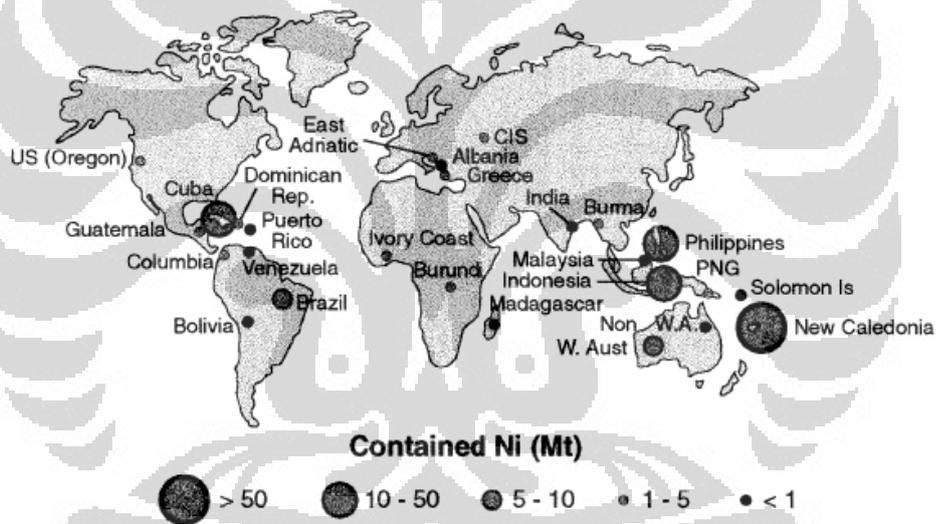
Gambar 1.1	Distribusi Sumber Nikel Laterit Dunia	1
Gambar 1.2	Jumlah Cadangan Nikel Laterit Dunia	2
Gambar 2.1	Skema Endapan Laterit	10
Gambar 2.2	Skema Pemisahan Magnetik	12
Gambar 2.3	Skema Pemisahan Gravitasi	12
Gambar 2.4	Diagram Alir Proses Caron	18
Gambar 2.5	Diagram Ellingham Pembentukan Oksida	22
Gambar 2.6	Diagram Glassner – Boudouard	23
Gambar 2.7	Contoh Pola Hasil Difraksi Sinar-X	25
Gambar 2.8	Contoh Grafik Hasil Pengujian EDX	27
Gambar 2.9	Skema Rangkaian Alat AAS	28
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian (Preparasi)	31
Gambar 3.2	Diagram Alir Penelitian (Pemanggangan)	31
Gambar 3.3	Diagram Alir Penelitian (Pelindian)	32
Gambar 3.4	Proses Penghalusan dan Pengayakan	33
Gambar 3.5	Proses Pemisahan Magnetik Sederhana	34
Gambar 3.6	Proses Pelindian	35
Gambar 4.1	Komposisi Limonit menurut Fathi Habashi	38
Gambar 4.2	Hasil XRD Sampel Limonit Awal	38
Gambar 4.3	Hasil XRD Setelah Proses Reduksi Pemanggangan	39
Gambar 4.4	Hasil XRD Setelah Proses Pemisahan Magnetik	41
Gambar 4.5	Penampakan Fisik Fraksi Magnetik dan Fraksi Non Magnetik	42
Gambar 4.6	Perbandingan Hasil XRD Sampel Tereduksi vs Fraksi Magnetik	42
Gambar 4.7	Pengaruh Waktu Pelindian terhadap Persen Perolehan Nikel menurut Jinhui Li	44
Gambar 4.8	Grafik Perbandingan Bijih Limonit Non Reduksi vs Bijih Limonit Tereduksi	45

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

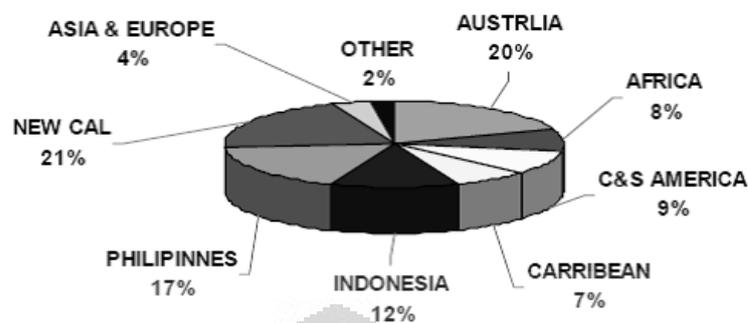
Nikel laterit merupakan sumber bahan tambang yang sangat penting, menyumbang terhadap 40% dari produksi nikel dunia. Endapan nikel laterit terbentuk dari hasil pelapukan batuan induk ultramafik. Umumnya terbentuk pada iklim tropis sampai sub-tropis. Saat ini kebanyakan nikel laterit memang terbentuk di daerah ekuator. Negara penghasil nikel laterit di dunia diantaranya New Caledonia, Kuba, Philipina, Indonesia, Columbia dan Australia seperti ditunjukkan pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Distribusi Sumber Nikel Laterit Dunia^[1]

Bijih Nikel laterit merupakan salah satu sumber daya mineral yang melimpah di Indonesia. Seperti dalam Gambar 1.2, cadangan bijih nikel laterit di Indonesia mencapai 12% cadangan nikel dunia, yang tersebar di Pulau Sulawesi, Maluku dan pulau-pulau kecil disekitarnya. Bijih nikel laterit digolongkan menjadi dua jenis, yaitu saprolit yang berkadar nikel tinggi dan limonit yang berkadar nikel rendah. Perbedaan menonjol dari 2 jenis bijih ini adalah kandungan Fe (Besi) dan Mg (Magnesium), bijih saprolit mempunyai kandungan Fe rendah dan Mg tinggi sedangkan limonit sebaliknya.

World Nickel Laterite Resources (Distribution by Contained Nickel)



Gambar 1.2 Jumlah Cadangan Nikel Laterit Dunia^[2]

Sampai saat ini bijih nikel kadar rendah (limonit) masih belum terolah dengan baik, padahal volume limonit biasanya lebih besar 2-3 kali volume saprolit. Keadaan tersebut memungkinkan untuk menggunakan limonit sebagai sumber nikel apabila dapat dilakukan peningkatan kadarnya. Pada limonit, selain mengandung nikel dan cobalt juga mengandung besi dengan kadar yang hampir menyamai bijih besi biasa (bijih besi biasanya mengandung sekitar 60% besi). Di sisi lain, nikel banyak digunakan sebagai unsur padu yang sangat penting dalam pembuatan baja tahan karat, baja khusus (*tool steel, armour steel, dll*), katalis, dan lain-lain. Sedangkan kobalt banyak dipakai sebagai unsur padu dalam baja khusus seperti *high-speed steel, maraging steel, biomaterial*, dan lain-lain.^[3]

Undang-undang Minerba no.4 juga mendukung penaikan nilai tambah dengan melarang impor barang tambang tanpa melalui pemrosesan dalam rangka menaikkan nilai tambah bijih dari Indonesia. Dengan adanya peraturan tersebut maka perlu dikembangkan proses ekstraksi untuk limonit yang lebih baik. Berbagai penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan nilai perolehan nikel dengan memperhatikan efisiensi dan nilai ekonomis dari suatu proses, salah satunya adalah penggunaan pelarut amonium bikarbonat dalam proses pelindian.

1.2 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- a. Mengetahui perubahan senyawa yang terjadi pada bijih limonit akibat reduksi pemanggangan.
- b. Mengetahui pengaruh reduksi pemanggangan bijih nikel terhadap perolehan nikel oleh pelindian amonium bikarbonat.
- c. Mengetahui efektifitas dari penggunaan amonium bikarbonat sebagai pelarut dalam proses pelindian bijih limonit.
- d. Mengetahui pengaruh lamanya waktu pelindian amonium bikarbonat terhadap perolehan nikel.

1.3 RUANG LINGKUP PENELITIAN

Sampel yang digunakan pada penelitian ini merupakan bijih nikel limonit yang dikirim langsung oleh PT. Aneka Tambang. Pada penelitian ini dilakukan beberapa proses yang meliputi :

- a. Preparasi sampel bijih limonit yang meliputi penghalusan bijih, pengayakan, pengeringan, dan penimbangan sampel.
- b. Karakterisasi sampel setelah preparasi dengan metode EDX, AAS, dan XRD.
- c. Reduksi pemanggangan dengan reduktor berupa *serbuk batubara* pada temperatur 600°C dengan waktu 30 menit.
- d. Pemisahan magnetik setelah proses pemanggangan.
- e. Karakterisasi sampel setelah proses pemanggangan dan setelah pemisahan magnetik dengan metode XRD
- f. Pelindian menggunakan amonium bikarbonat dengan parameter waktu (sampel tereduksi dan sampel non reduksi).
- g. Karakterisasi hasil pelindian dengan metode AAS.

1.4 BATASAN MASALAH

- a. Sampel hasil reduksi didinginkan pada udara terbuka tanpa perlakuan khusus.
- b. Proses pemisahan antara residu dan filtrat dilakukan tanpa pembilasan pada residu yang tertinggal dikertas saring.
- c. Analisis filtrat dengan metode AAS dilakukan hanya untuk logam nikel.
- d. Penelitian hanya dilakukan hingga proses pelindian dan analisis hasil pelindian.

1.5 PARAMETER

- a. Sampel yang diteliti adalah bijih limonit non reduksi dan bijih limonit yang direduksi.
- b. Reduksi menggunakan reduktor berupa serbuk batubara sebanyak 20 % wt yang dilakukan pada temperatur 600°C selama 30 menit.
- c. Pelindian menggunakan amonium bikarbonat 3,5M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan variasi waktu 60 menit, 80 menit, 100 menit, dan 120 menit.

1.6 SISTEMATIKA PENULISAN

Sistematika penulisan didasarkan pada fakta lapangan hasil penelitian yang dilakukan dengan perbandingan dengan sumber-sumber yang bersifat teoritis. Sistematikanya adalah sebagai berikut :

BAB 1 PENDAHULUAN

Berisi tentang latar belakang, tujuan penelitian, ruang lingkup penelitian, batasan masalah, parameter, dan sistematika penulisan.

BAB 2 LANDASAN TEORI

Berisi tentang studi literatur sampel bijih nikel limonit dan pengujian yang dilakukan yang berkaitan dengan penelitian ini.

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

Berisi tentang tahapan-tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini. Bab ini mencakup langkah kerja yang berisi preparasi sampel, proses reduksi pemanggangan, pemisahan magnetik, proses pelindian serta karakterisasi dengan EDX, XRD, dan AAS.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi tentang penjelasan data hasil percobaan serta analisa hasil percobaan dari hasil karakterisasi EDX, XRD, dan AAS yang akan dibandingkan dengan literatur.

BAB 5 KESIMPULAN

Berisi tentang tentang kesimpulan dari hasil kegiatan penelitian dan analisa yang dilakukan berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian.

Referensi dan lampiran akan dimuat pada halaman-halaman terakhir dalam laporan penelitian ini.

BAB II LANDASAN TEORI

2.1 NIKEL

Nikel merupakan unsur kimia metalik dalam yang memiliki simbol Ni dan nomor atom 28. Nikel merupakan logam dengan fasa padat, memiliki massa jenis sekitar $8,908 \text{ g/cm}^3$ dan titik lebur 1453°C . Nikel juga memiliki sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras, mudah ditempa, sedikit ferromagnetik, dan merupakan konduktor yang cukup baik terhadap panas dan listrik.^{[4][5][6]}

Selain tembaga dan aluminium, nikel merupakan salah satu komoditas logam industri yang sangat favorit dan memiliki nilai investasi yang menjanjikan. Indonesia selaku produsen dan eksportir nikel yang cukup besar di dunia memiliki potensi yang besar dalam jangka pendek maupun jangka panjang.

Sebagian besar pertambangan nikel berasal dari dua jenis deposit. Pertama adalah laterit dimana mineral utamanya berupa *nickeliferous limonite* $(\text{Fe,Ni})\text{O}(\text{OH})$ dan *garnierite* $(\text{Ni,Mg})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Kedua adalah sulfida dimana mineral utamanya berupa *pentlandite* $(\text{Ni,Fe})_9\text{S}_8$.^[6]

2.1.1 Nikel Laterit

Endapan nikel laterit merupakan hasil pelapukan lanjut dari batuan ultramafik pembawa Ni-Silikat. Umumnya batuan ini terdapat pada daerah dengan iklim tropis sampai dengan subtropis. Pengaruh iklim tropis di Indonesia mengakibatkan proses pelapukan yang intensif, sehingga beberapa daerah di Indonesia memiliki profil laterit (produk pelapukan) yang tebal dan menjadikan Indonesia sebagai salah satu negara penghasil nikel laterit yang utama. Proses konsentrasi nikel pada endapan nikel laterit dikendalikan oleh beberapa faktor yaitu, batuan dasar, iklim, topografi, air tanah, stabilitas mineral, mobilitas unsur, dan kondisi lingkungan yang berpengaruh terhadap tingkat kelarutan mineral.

2.1.2 Pembentukan Nikel Laterit

Batuan induk bijih nikel adalah batuan peridotit. Menurut Vinogradov, batuan ultra basa rata-rata mempunyai kandungan nikel sebesar 0,2 %. Unsur nikel tersebut terdapat dalam kisi-kisi kristal mineral olivin dan piroksin, sebagai hasil substitusi terhadap atom Fe dan Mg. Proses terjadinya substitusi antara Ni, Fe dan Mg dapat diterangkan karena radius ion dan muatan ion yang hampir bersamaan di antara unsur-unsur tersebut. Proses serpentinisasi yang terjadi pada batuan peridotit akibat pengaruh larutan hidrotermal, akan mengubah batuan peridotit menjadi batuan serpentin atau batuan serpentin peridotit. Sedangkan proses kimia dan fisika dari udara, air serta pergantian panas dingin yang berlangsung terus-menerus menyebabkan disintegrasi dan dekomposisi pada batuan induk.

Pada pelapukan kimia khususnya, air tanah yang kaya akan CO₂ berasal dari udara dan pembusukan tumbuh-tumbuhan menguraikan mineral-mineral yang tidak stabil (olivin dan piroksin) pada batuan ultra basa, menghasilkan Mg, Fe, Ni yang larut, Si cenderung membentuk koloid dari partikel-partikel silika yang sangat halus. Didalam larutan, Fe teroksidasi dan mengendap sebagai ferri-hidroksida, akhirnya membentuk mineral-mineral seperti *goethite*, limonit, dan hematit di dekat permukaan. Bersama mineral-mineral ini biasanya juga terdapat Co dalam jumlah kecil.

Larutan yang mengandung Mg, Ni, dan Si terus-menerus kebawah selama larutannya bersifat asam, hingga pada suatu kondisi dimana suasana cukup netral akibat adanya kontak dengan tanah dan batuan, maka ada kecenderungan untuk membentuk endapan hidrosilikat. Nikel yang terkandung dalam rantai silikat atau hidrosilikat dengan komposisi yang mungkin bervariasi tersebut akan mengendap pada celah-celah yang dikenal dengan urat-urat garnierit dan krisopras. Sedangkan larutan residunya akan membentuk suatu senyawa yang disebut saprolit yang berwarna coklat kuning kemerahan. Unsur-unsur lainnya seperti Ca dan Mg yang terlarut sebagai bikarbonat akan terbawa kebawah sampai batas pelapukan dan akan diendapkan sebagai dolomit, magnesit yang biasa mengisi celah-celah atau rekahan-rekahan pada batuan induk. Di lapangan urat-urat ini dikenal sebagai

batas petunjuk antara zona pelapukan dengan zona batuan segar yang disebut dengan akar pelapukan (*root of weathering*).^[7]

Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan bijih nikel laterit ini adalah sebagai berikut^[7] :

a. Batuan asal.

Adanya batuan asal merupakan syarat utama untuk terbentuknya endapan nikel laterit, macam batuan asalnya adalah batuan ultra basa. Dalam hal ini pada batuan ultra basa tersebut :

- ✓ Terdapat elemen Ni yang paling banyak diantara batuan lainnya.
- ✓ Mempunyai mineral-mineral yang paling mudah lapuk atau tidak stabil, seperti olivin dan piroksin.
- ✓ Mempunyai komponen-komponen yang mudah larut dan memberikan lingkungan pengendapan yang baik untuk nikel.

b. Iklim

Adanya pergantian musim kemarau dan musim penghujan dimana terjadi kenaikan dan penurunan permukaan air tanah juga dapat menyebabkan terjadinya proses pemisahan dan akumulasi unsur-unsur. Perbedaan temperatur yang cukup besar akan membantu terjadinya pelapukan mekanis, dimana akan terjadi rekahan-rekahan dalam batuan yang akan mempermudah proses atau reaksi kimia pada batuan.

c. Reagen-reagen kimia dan vegetasi

Yang dimaksud dengan reagen-reagen kimia adalah unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang membantu mempercepat proses pelapukan. Air tanah yang mengandung CO₂ memegang peranan penting didalam proses pelapukan kimia. Asam-asam humus menyebabkan dekomposisi batuan dan dapat merubah pH larutan. Asam-asam humus ini erat kaitannya dengan vegetasi daerah. Dalam hal ini, vegetasi akan mengakibatkan penetrasi air dapat lebih dalam dan lebih mudah dengan mengikuti jalur akar pohon-pohonan, akumulasi air hujan akan lebih banyak, dan humus akan lebih tebal. Keadaan ini merupakan suatu petunjuk, dimana jika terdapat hutan lebat pada lingkungan yang baik maka endapan nikel yang

terbentuk akan lebih tebal dan kadarnya akan lebih tinggi. Selain itu, vegetasi dapat berfungsi untuk menjaga hasil pelapukan terhadap erosi mekanis.

d. Struktur

Seperti diketahui, batuan beku mempunyai porositas dan permeabilitas yang kecil sekali sehingga penetrasi air sangat sulit, maka dengan adanya rekahan-rekahan pada batuan tersebut air akan lebih mudah masuk dan berarti proses pelapukan akan lebih intensif.

e. Topografi

Keadaan topografi setempat akan sangat mempengaruhi sirkulasi air beserta reagen-reagen lain. Untuk daerah yang landai, maka air akan bergerak perlahan-lahan sehingga akan mempunyai kesempatan untuk mengadakan penetrasi lebih dalam melalui rekahan-rekahan atau pori-pori batuan. Akumulasi endapan umumnya terdapat pada daerah-daerah yang landai sampai kemiringan sedang, hal ini menerangkan bahwa ketebalan pelapukan mengikuti bentuk topografi. Pada daerah yang curam, secara teoritis, jumlah air yang meluncur lebih banyak daripada air yang meresap ini dapat menyebabkan pelapukan kurang intensif.

f. Waktu

Waktu yang cukup lama akan mengakibatkan pelapukan yang cukup intensif karena akumulasi unsur nikel cukup tinggi.

Secara umum, profil endapan nikel laterit adalah seperti pada Gambar 2.1 atau dapat dijabarkan sebagai berikut^[8]:

a. *Limonite Zone*

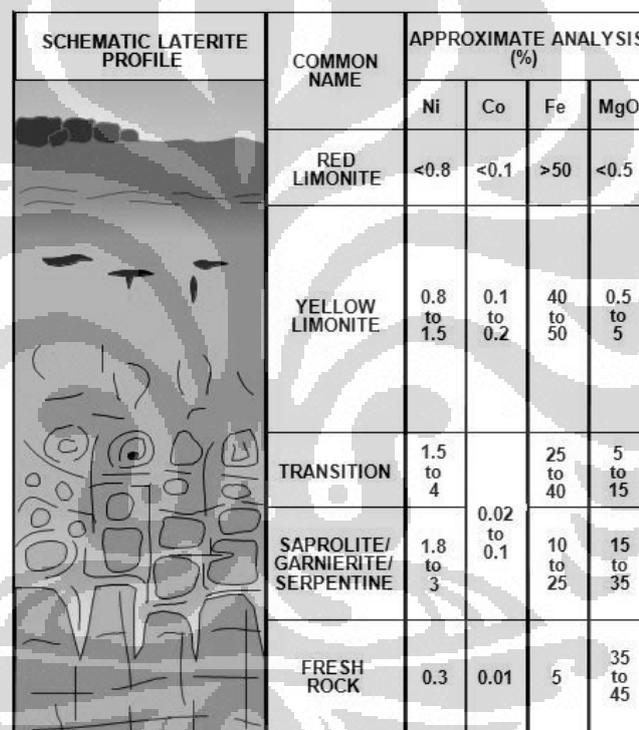
Pada daerah ini umumnya endapan berwarna merah hingga merah kecoklatan, kaya akan besi yang jumlahnya kurang lebih 20-50 %. Umumnya mengandung mineral *hematite* dan *goethite*. *Limonite zone* memiliki struktur yang sangat halus (*clay*). Pada daerah ini juga terdapat bagian transisi yang merupakan peralihan antara daerah limonit dan daerah saprolit yang umumnya berwarna merah.

b. *Saprolite Zone*

Daerah ini umumnya berwarna abu-abu hingga hijau kecoklatan. mengandung mineral serpentin dan olivin. Daerah ini memiliki kandungan Ni diatas 2%. Batuan pada *saprolit zone* berukuran halus hingga *boulder*. *Boulder* ini biasanya merupakan bagian dari proses pelapukan batuan induk yang belum sempurna.

c. *Bedrock Zone*

Daerah ini merupakan bagian terbawah dari profil laterit. *Bedrock Zone* tidak dapat ditambang karena merupakan batuan dasar yang tidak ekonomis.



SCHEMATIC LATERITE PROFILE	COMMON NAME	APPROXIMATE ANALYSIS (%)			
		Ni	Co	Fe	MgO
	RED LIMONITE	<0.8	<0.1	>50	<0.5
	YELLOW LIMONITE	0.8 to 1.5	0.1 to 0.2	40 to 50	0.5 to 5
	TRANSITION	1.5 to 4		25 to 40	5 to 15
	SAPROLITE/ GARNIERITE/ SERPENTINE	1.8 to 3	0.02 to 0.1	10 to 25	15 to 35
	FRESH ROCK	0.3	0.01	5	35 to 45

Gambar 2.1 Skema Endapan Laterit^[8]

2.2 PROSES PERLAKUAN AWAL

Proses perlakuan awal merupakan persiapan terhadap bijih mineral sebelum diproses lebih lanjut. Pada umumnya proses ini lebih bersifat fisika seperti berikut^[9] :

2.2.1 *Comminution*

Comminution adalah proses reduksi ukuran butir sehingga menjadi lebih kecil dari ukuran semula. Hal ini dapat dilakukan dengan *crushing* dan *grinding*.

Grinding digunakan untuk proses basah dan kering sedangkan *crushing* digunakan untuk proses kering saja. Selain itu *comminution* dimaksudkan juga untuk meliberasi bijih yaitu proses pelepasan mineral berharga dari mineral pengotornya.

2.2.2 *Sizing*

Setelah bahan galian atau bijih diremuk dan digerus, maka akan diperoleh bermacam-macam ukuran partikel. Oleh sebab itu harus dilakukan pemisahan berdasarkan ukuran partikel agar sesuai dengan ukuran yang dibutuhkan pada proses pengolahan yang berikutnya.

Pengayakan atau penyaringan adalah proses pemisahan secara mekanik berdasarkan perbedaan ukuran partikel. Pengayakan (*screening*) dipakai dalam skala industri, sedangkan penyaringan (*sieving*) dipakai untuk skala laboratorium.

2.2.3 *Drying*

Drying merupakan proses penghilangan air dari padatan dengan cara pemanasan sehingga bijih benar-benar bebas dari cairan. Pada *drying* pemisahannya dilakukan dengan cara penguapan (evaporasi). Jika hal ini tidak dilakukan maka pengolahan bahan galian akan mengalami kesulitan dan akan meningkatkan biaya produksi karena energi yg dibutuhkan pada saat reduksi *roasting* harus ditambah dengan energi untuk menguapkan air juga. Proses ini juga dapat mengurangi biaya pengangkutan bijih.

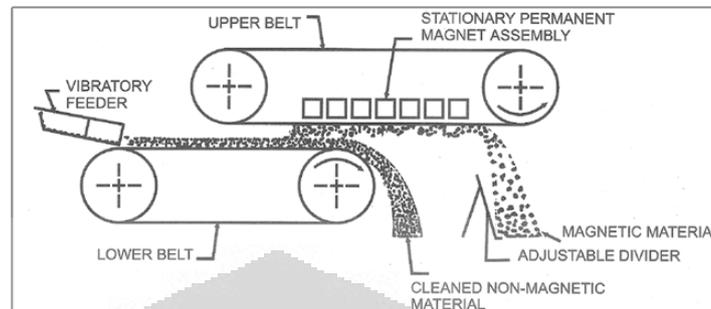
2.2.4 *Separation*

Separation dilakukan untuk memisahkan bijih dengan ganguanya berdasarkan sifat-sifat tertentu. Misalnya berdasarkan massa jenis atau sifat magnetisnya.

a. Pemisahan Magnetik

Pemisahan magnetik (*magnetic separation*) adalah proses pemisahan dengan dasar apabila mineral memiliki sifat feromagnetik. Teknik pengerjaannya adalah dengan mengalirkan serbuk mineral melewati medan magnet yang bergerak secara horizontal. Dengan demikian materi yang tidak tertarik magnet akan terpisahkan dari materi yang memiliki sifat feromagnet. Metode ini sering dilakukan untuk memisahkan mineral magnetit (Fe_3O_4) dari pengotor, kromit $\text{Fe}(\text{CrO}_2)_2$ dari silikat, *rutile* (TiO_2)

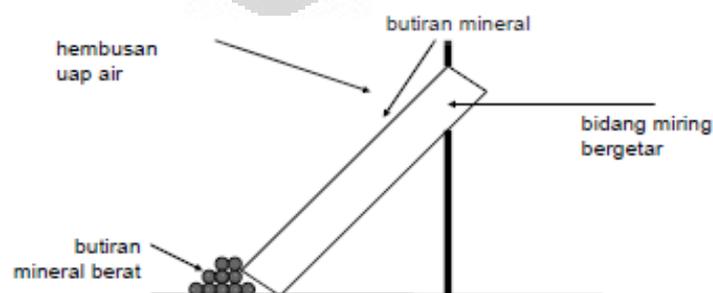
dari *apatite* $\text{CaF}_2 \cdot 3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, *wolframite* FeWO_4 dari *cassiterite* SnO_2 , zirkon ZrSiO_4 , *pyrolisite* MnO_2 dari pengotor. Skema secara umum dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema Pemisahan Magnetik^[9]

b. Pemisahan Gravitasi

Pemisahan gaya berat (*gravity separation*), adalah proses pemisahan mineral yang didasarkan atas perbedaan massa jenis antara partikel bijih dan partikel pengotor. Teknik pengejaannya adalah dengan cara menghamburkan butiran mineral pada bidang miring yang dihembusi uap air, sehingga partikel mineral yang lebih berat akan terkumpul pada bagian bawah tempat penampungan. Metode ini sering dipakai pada pemisahan *cassiterit* (SnO_2) dari pengotor dan juga pemisahan emas atau perak dari pasir. Metode ini akan efektif bila dilakukan pada material dengan diameter yang sama/seragam, karena pada perbedaan diameter yang besar perilaku material ringan (massa jenis kecil) akan sama dengan material berat (massa jenis besar) dengan diameter kecil. Oleh karena itu dibutuhkan proses *screening*. Pada Gambar 2.3 dapat dilihat skema pemisahan gravitasi secara umum.



Gambar 2.3 Skema Pemisahan Gravitasi^[9]

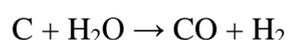
2.3 REDUKSI PEMANGGANGAN

Reduksi pemanggangan merupakan proses reduksi logam oksida menjadi logam menggunakan reduktor tertentu yang dilakukan pada temperatur dibawah temperatur lebur oksida tersebut ($<1000^{\circ}\text{C}$). Reduktor yang digunakan biasanya adalah C, gas CO dan gas H₂. Reduktor-reduktor tersebut dapat diperoleh dari kokas (*cooking coal*), briket anthrasite (*coal briquette*), serbuk batu bara (*pulverized coal*) maupun potongan kayu. Selain itu gas alam dan minyak bumi (hidrokarbon) juga dapat menjadi sumber gas CO dan gas H₂. Reduksi pemanggangan sering juga disebut dengan istilah reduksi selektif dan reduksi karbotermik. Pada reduksi karbotermik digunakan reduktor yang berbasis karbon (C-CO-CO₂), sedangkan reduksi selektif secara terminologi berarti mereduksi logam oksida secara selektif dan mencegah tereduksinya senyawa oksida lain yang tidak diinginkan, contohnya mencegah terbentuknya ferit dalam reduksi bijih limonit.

Karbon merupakan reduktor yang paling sering digunakan karena memiliki harga yang murah dan merupakan reduktor yang efektif. Kemampuan karbon untuk berfungsi sebagai reduktor yang efektif didasarkan pada sifat unik dari karbon tersebut yang membentuk dua macam gas oksida yaitu karbon monoksida (CO) dan karbon dioksida (CO₂) yang memiliki stabilitas termodinamika yang sangat baik. Reaksi pembentukan gas CO dan CO₂ adalah sebagai berikut :



Dengan adanya kandungan air pada bijih maupun udara yang kemudian bereaksi dengan karbon, dapat terjadi reaksi yang menghasilkan gas karbon monoksida dan gas hidrogen.



Posisi garis CO dan CO₂ pada diagram Ellingham sangat penting dalam proses reduksi oksida. Garis Ellingham dari CO₂ paralel dengan sumbu x, ini berarti hanya terjadi sedikit perubahan stabilitas dari gas CO₂ dengan semakin bertambahnya temperatur. Sedangkan garis Ellingham CO mempunyai gradien garis negatif yang sangat besar, hal ini menandakan bahwa kestabilan dari gas CO

semakin bertambah dengan meningkatnya temperatur. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada temperatur rendah gas CO₂ bersifat lebih stabil daripada gas CO sedangkan pada temperatur tinggi gas CO bersifat lebih stabil daripada gas CO₂.

Fase gas pada kesetimbangan dengan menggunakan karbon sebagai reduktor pada setiap temperatur adalah campuran antara gas CO dan CO₂. Pada $P_{CO} + P_{CO_2} = 1$ atm dan temperatur dibawah 400°C, kesetimbangan gas mengandung kurang dari 1% CO. Sedangkan pada temperatur diatas 980°C mengandung kurang dari 1% CO₂. Campuran gas akan sama ketika berada pada suhu 674°C. Rasio antara P_{CO}/P_{CO_2} pada garis karbon akan selalu tetap pada setiap temperatur karena terjadi kesetimbangan oleh reaksi :



Berdasarkan posisi dari garis karbon terhadap garis pembentukan oksida logam maka dapat diketahui kemampuan dari karbon untuk mereduksi oksida menjadi logam. Jika garis karbon berada dibawah garis oksida maka karbon dapat digunakan untuk mereduksi oksida tersebut menjadi logam. Sedangkan jika garis oksida berada dibawah garis karbon maka karbon tidak dapat digunakan untuk mereduksi oksida tersebut. Perpotongan antara garis karbon dengan garis oksida dapat dijadikan sebagai acuan untuk menentukan temperatur minimum yang dibutuhkan untuk mereduksi oksida menjadi logamnya. Contoh pada reduksi hematite menjadi magnetite dapat direduksi oleh karbon pada temperatur 275°C.^[10]



Contoh lainnya adalah nikel oksida dapat direduksi oleh karbon pada temperatur 475°C, dengan reaksi sebagai berikut :



2.4 PELINDIAN

Pelindian merupakan proses mengekstraksi suatu bahan yang dapat larut dari suatu padatan dengan menggunakan pelarut. Dalam metalurgi ekstraksi, pelindian adalah proses melarutkan satu atau lebih mineral tertentu dari suatu

bijih, konsentrat atau produk metalurgi lainnya (kalsin, *matte*, *scrap alloys*, *anodic slimes*, dll)^[10]

Laju proses pelindian dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu :

- a. Laju pelindian akan meningkat dengan berkurangnya ukuran dari bijih, karena semakin kecil partikel maka luas permukaan per unit berat semakin besar.
- b. Jika proses pelindian dikontrol oleh mekanisme difusi maka proses leaching sangat dipengaruhi oleh kecepatan agitasi. Sedangkan jika proses pelindian dikontrol oleh mekanisme kimia maka pelindian tidak dipengaruhi oleh agitasi, agitasi dilakukan untuk mencegah padatan menggumpal.
- c. Laju pelindian meningkat dengan meningkatnya temperatur. Namun demikian peningkatan ini sedikit banyak berpengaruh untuk proses yang dikontrol oleh mekanisme difusi dibandingkan dengan proses yang dikontrol oleh mekanisme kimia.
- d. Laju pelindian meningkat dengan meningkatnya konsentrasi dari zat pelindi.
- e. Laju pelindian meningkat dengan berkurangnya massa jenis *pulp* (campuran bijih dengan air).
- f. Jika terbentuk suatu produk yang tidak dapat larut selama pelindian, maka lajunya akan dipengaruhi oleh sifat dari produk itu sendiri. Jika terbentuk lapisan yang *nonporous* maka laju pelindian akan menurun drastis. Tetapi jika produk padatan yang terbentuk adalah *porous* maka produk tersebut tidak mempengaruhi laju pelindian.

Pemilihan dari zat pelindi yang digunakan dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu:

- a. Sifat fisika dan kimia dari material yang akan dilindi.
- b. Besarnya biaya zat pelindi.
- c. Korosi yang mungkin disebabkan oleh zat pelindi dan konsekuensinya terhadap konstruksi material.
- d. Kemampuan menyeleksi unsur yang diinginkan untuk dilarutkan.

Kemampuan menyeleksi dari zat pelindi terhadap suatu mineral tertentu yang ada didalam bijih sangat dipengaruhi oleh :

- a. Konsentrasi dari zat pelindi.

Semakin meningkatnya konsentrasi zat pelindi maka jumlah dari mineral berharga yang larut akan semakin bertambah.

- b. Temperatur.

Kadang-kadang peningkatan temperatur memberikan sedikit pengaruh terhadap efisiensi pelindian mineral berharga, tetapi berpengaruh terhadap peningkatan level pengotor dalam larutan.

- c. Waktu kontak.

Waktu kontak yang berlebihan antara pelarut dengan bijih dapat menyebabkan peningkatan persentase pengotor yang ada dalam larutan. Sehingga harus diketahui waktu kontak yang optimum agar dapat memaksimalkan perolehan logam berharga dan meminimalkan pengotor yang larut.

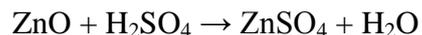
Zat-zat pelindi yang umum digunakan adalah sebagai berikut :

- a. Air

Air digunakan untuk melarutkan kalsin hasil *sulfating* dan *chloridizing* saat pemanggangan. Kebanyakan senyawa sulfat dapat larut dalam air, contohnya pelindian seng sulfat.

- b. Asam

Asam sulfat merupakan zat yang banyak digunakan dalam proses pelindian. Hal ini disebabkan karena zat ini mempunyai harga yang murah dan efektif dalam melarutkan mineral berharga dalam bijih. Bijih yang biasa dilindi menggunakan asam sulfat adalah bijih oksida, karena bijih oksida mudah larut dalam asam sulfat, contoh ZnO.



- c. Basa

Contoh basa yang biasa digunakan sebagai zat pelarut adalah natrium hidroksida (NaOH) yang digunakan untuk melarutkan aluminium dari bauksit, basa lainnya yaitu ammonium hidroksida (NH₄OH) biasa

digunakan dalam ekstraksi tembaga dan nikel. Keuntungan dengan menggunakan basa sebagai zat pelindi adalah masalah korosi dapat diabaikan, cocok untuk bijih yang mengandung banyak pengotor silikat dan mempunyai kemampuan menyeleksi yang lebih baik karena mampu membuat besi oksida tidak ikut larut.

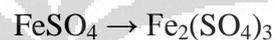
d. Larutan garam

Natrium sianida (NaCN) dan Kalium sianida (KCN) adalah garam yang dapat digunakan untuk melarutkan emas dan perak. Reaksinya adalah



e. *Bacterial leaching*.

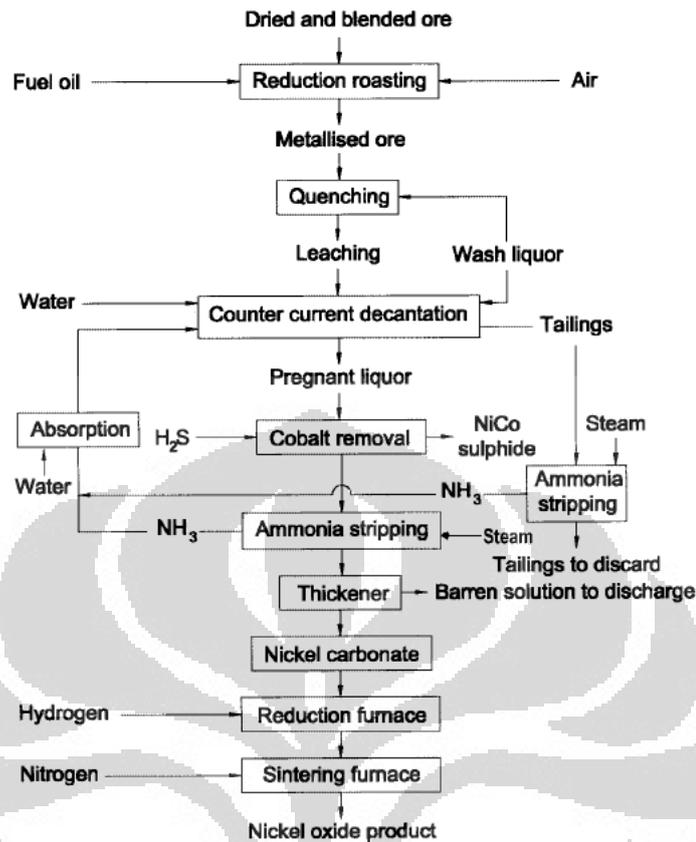
Jenis bakteri yang dapat digunakan sebagai zat pelindi adalah *Thio Bacillus Thiooxidans* atau *Thio Bacillus Ferrooxidans*. Contoh penggunaannya adalah pelarutan FeSO_4 .



2.5 PROSES HIDROMETALURGI BIJIH NIKEL LIMONIT

Bijih nikel limonit merupakan bijih yang memiliki sifat homogen secara mineralogi yang memiliki komposisi utama berupa *goethite*. Karena kandungan besi yang tinggi dan kandungan nikel rendah maka bijih ini tidak ekonomis apabila diproses menggunakan teknik pirometalurgi. Untuk itu sebaiknya bijih ini diproses menggunakan teknik hidrometalurgi atau kombinasi dari keduanya piro-hidrometalurgi. Salah satu proses yang secara komersial telah diterapkan untuk mendapatkan logam nikel dari bijih limonite adalah proses Caron^[10].

Proses Caron memiliki empat tahapan utama : pengeringan dan penghancuran; reduksi pemanggangan; pelindian menggunakan larutan amonium karbonat; dan perolehan logam dari larutan. Detail dari proses Caron dapat dilihat pada Gambar 2.4 berikut.



Gambar 2.4 Diagram Alir Proses Caron^[10]

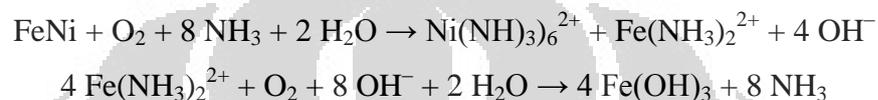
Pada umumnya bijih limonit mengandung banyak uap air, jumlahnya dapat mencapai 30-50 %wt sehingga perlu dilakukan pengeringan. Pengeringan dapat dilakukan menggunakan *rotary kiln*. Bijih yang sudah dikeringkan kandungan uap air berkurang menjadi sekitar 2-3 %. Bijih ini kemudian dihaluskan hingga berukuran 200 *mesh* atau lebih halus.

Reduksi pemanggangan merupakan langkah yang cukup penting dalam proses Caron ini. Langkah ini dilakukan untuk mereduksi senyawa nikel oksida menjadi nikel metalik dan meminimalkan tereduksinya besi. Reaksinya yang terjadi selama proses reduksi adalah sebagai berikut :



Biasanya reduksi ini menggunakan beberapa tungku pembakar atau *furnace* dengan reduktor berupa gas CO atau H₂. Bijih hasil reduksi dari tungku didinginkan hingga 150-200°C dibawah temperatur reduksi untuk kemudian dilakukan pelindian.

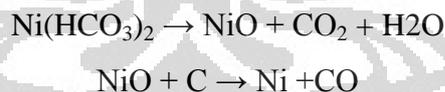
Bijih yang telah direduksi tadi dimasukan ke dalam tangki yang berisi larutan pelindian amonia karbonat. Proses pelindian dibantu dengan agitasi dan ditambah dengan udara untuk mengoksidasi dan mengurai paduan Fe-Ni. Terlepas dari pH larutan yang cukup tinggi (sekitar 10), hidrolisis nikel dan kobalt dicegah oleh afinitasnya yang kuat terhadap amonia terlarut yang membentuk *nickel complex amine ions*. Besi pada awalnya juga larut membentuk *ferrous amine complexes* namun dengan cepat teroksidasi membentuk *ferric* terhidrolisis dan kemudian mengendap sebagai besi hidroksida. Reaksi proses pelindian bijih limonite oleh amonia karbonat adalah sebagai berikut :



Selanjutnya cairan *pregnant leach liquor* dipisahkan dari residu yang tidak larut dengan menggunakan *concurrent decantation thickener*. Kemudian untuk mendapatkan nikel, larutan *pregnant leach liquor* dialiri uap sehingga amonia menguap dan nikel mengendap dalam bentuk nikel karbonat. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Nikel karbonat selanjutnya direduksi dan disinter untuk menghasilkan nikel oksida dengan kadar Ni sekitar 85 – 90%. Reaksi yang terjadi saat kalsinasi dan reduksi seperti di bawah ini :



2.6 ASPEK TERMODINAMIKA

Aspek termodinamika berhubungan dengan proses reduksi roasting, yaitu untuk mengetahui pada kondisi dan temperatur berapa perubahan senyawa dapat terjadi. Berikut adalah pembahasan mengenai Diagram Ellingham dan Diagram Boudouard.

2.5.1 Diagram Ellingham

Diagram Ellingham adalah diagram yang menyajikan data-data termodinamika suatu logam yang mengalami proses pembentukan oksida, sulfida, ataupun klorida. Konstruksi dari diagram Ellingham seperti yang terlihat pada

Gambar 2.5 berupa plot garis antara energi bebas Gibbs (ΔG) dan temperatur (T). Energi bebas Gibbs adalah suatu ukuran dari *driving force* yang dapat membuat suatu reaksi terjadi. ΔG yang bernilai negatif menunjukkan bahwa suatu reaksi dapat terjadi secara spontan tanpa energi dari luar. Sementara itu reaksi yang memiliki ΔG positif menunjukkan reaksi tersebut tidak akan terjadi secara spontan. Persamaan dari energi bebas Gibbs adalah sebagai berikut:

$$\Delta G = -T \Delta S + \Delta H$$

ΔH adalah entalpi (J), T adalah temperatur absolut (K) dan ΔS adalah entropi (J/K). Entalpi adalah besaran dari energi aktual yang dilepaskan ketika suatu reaksi berlangsung (panas dari suatu reaksi). Jika entalpinya bernilai negatif maka reaksi tersebut memberikan energi (eksotermis), sedangkan jika bernilai positif maka reaksi tersebut membutuhkan energi (endotermis). Entropi adalah suatu ukuran dari derajat ketidakteraturan suatu reaksi. Padatan memiliki bentuk yang teratur, cairan memiliki bentuk yang kurang teratur dan gas memiliki bentuk ketidakteraturan yang sangat tinggi.

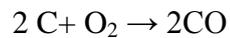
Berdasarkan persamaan energi bebas (ΔG) dapat dibuat diagram Ellingham seperti yang ditampilkan pada Gambar dibawah. Konstruksi dari diagram ini yaitu sumbu y sebagai energi bebas (ΔG), temperatur (T) sebagai sumbu x, kemiringan garis sebagai perubahan entropi (ΔS) dan ΔH adalah perpotongan garis pada sumbu y. Dalam diagram Ellingham terdapat tiga jenis gradien kemiringan garis yaitu gradien yang bernilai positif, mendekati nol dan gradien yang bernilai negatif.

Sebagian besar reaksi pembentukan oksida mempunyai gradien garis positif ini disebabkan karena logam dan oksida mempunyai fasa terkondensasi (padatan atau cairan), sehingga ketika logam bereaksi dengan gas menghasilkan oksida maka entropinya akan turun, salah satu contohnya adalah : $4\text{Cu} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{Cu}_2\text{O}$

Gradien garis akan mendekati horizontal jika nilai ΔS mendekati 0, contohnya adalah pada reaksi : $\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$

Pada reaksi di atas terjadi reaksi antara karbon padat dengan 1 mol gas untuk menghasilkan produk berupa 1 mol gas lagi, sehingga hanya ada sedikit terjadi perubahan entropi ($\Delta S \sim 0$), maka garisnya mendekati horizontal.

Gradien garis akan bernilai negatif jika perubahan entropinya bernilai positif. Contoh reaksi yang mempunyai gradien garis negatif adalah



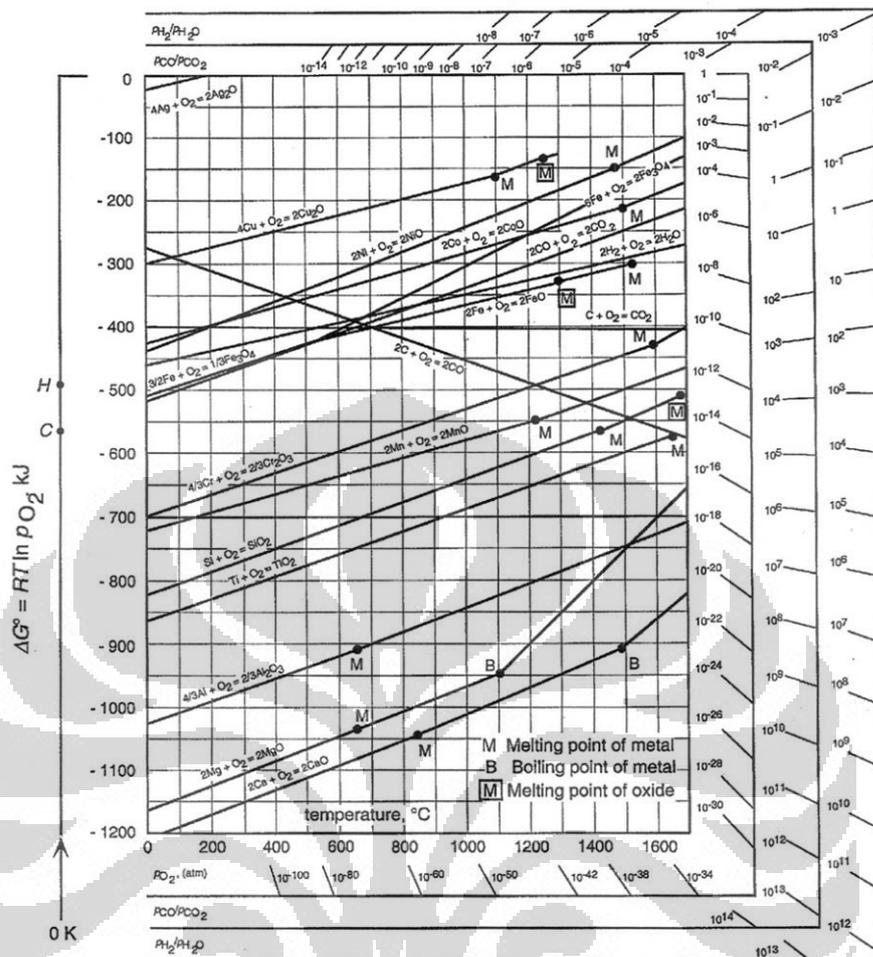
Pada reaksi tersebut terjadi reaksi antara fasa padat dengan gas kemudian menghasilkan 2 mol fasa gas, sehingga terjadi peningkatan nilai entropi (ΣS produk $>$ ΣS reaktan), maka ΔS bernilai positif, karena ΔS bernilai positif maka gradien kemiringan garisnya bernilai negatif.

Posisi garis dari suatu reaksi pada diagram Ellingham menunjukkan kestabilan oksida sebagai fungsi dari temperatur. Reaksi yang berada pada bagian atas diagram adalah logam yang bersifat mulia (contohnya emas dan platina), dan oksida dari logam ini bersifat tidak stabil dan mudah tereduksi. Semakin kebawah posisi garis reaksi maka logam bersifat semakin reaktif dan oksida menjadi semakin susah untuk direduksi.

Suatu logam dapat digunakan untuk mereduksi oksida jika garis oksida yang akan direduksi terletak diatas garis logam yang digunakan sebagai reduktor. Contoh, garis $2 \text{Mg} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{MgO}$ terletak dibawah garis $\text{Ti} + \text{O}_2 \rightarrow \text{TiO}_2$, maka magnesium dapat digunakan untuk mereduksi titanium oksida menjadi logam titanium.

Karbon merupakan bahan yang paling sering digunakan sebagai reduktor untuk mereduksi oksida menjadi logamnya. Pada diagram Ellingham garis reaksi $2\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{CO}$ mempunyai gradien yang negatif, sehingga data yang didapat dari perpotongan garis ini dengan garis pembentukan oksida lainnya dapat dijadikan acuan untuk mereduksi oksida. Contoh karbon dapat mereduksi kromium oksida menjadi kromium pada temperatur lebih dari 1225°C .

Diagram Ellingham juga dapat digunakan untuk menentukan rasio antara CO dan CO_2 yang dibutuhkan untuk dapat mereduksi logam oksida menjadi logam. Selain itu diagram ini dapat digunakan untuk mengetahui kesetimbangan dari tekanan partial oksigen dari logam atau oksida saat temperatur tertentu.^[10]



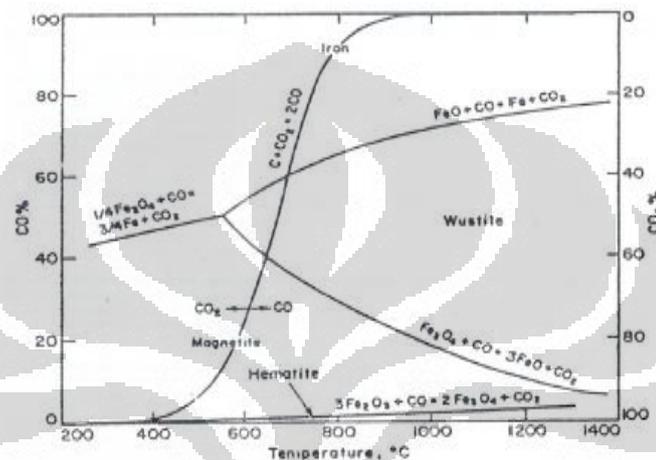
Gambar 2.5 Diagram Ellingham Pembentukan Oksida^[10]

2.5.2 Diagram Boudouard

Glassner – Boudouard membuat sebuah diagram yang menggambarkan kesetimbangan antara besi, hematit, magnetit, wustit, karbon padat, karbon monoksida, dan karbon dioksida sehingga diagram tersebut dapat dijadikan teori dasar untuk proses reduksi langsung menggunakan karbon. Dalam hubungannya dengan ekstraksi nikel, reduksi langsung melibatkan karbon yang mereduksi besi dan juga nikel pada saat yang bersamaan. Oleh karena itu, sebelum dilakukan reduksi pada bijih nikel laterit perlu memperhatikan diagram ini untuk menentukan temperatur minimum yang efektif.

Pada Gambar 2.6 yang merupakan Diagram Glassner – Boudouard, dapat dilihat adanya reaksi kesetimbangan besi oksida dengan campuran gas CO/CO₂, antara lain :

Garis Kesetimbangan Boudouard	: $\text{CO}_2 + \text{C} = 2\text{CO}$
Garis Kesetimbangan	: $3\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CO} = 2\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO}_2$
Garis Kesetimbangan	: $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO} = 3\text{FeO} + \text{CO}_2$
Garis Kesetimbangan	: $\text{FeO} + \text{CO} = \text{Fe} + \text{CO}_2$



Gambar 2.6 Diagram Glassner – Boudouard^[11]

Jika dilihat pada garis kesetimbangan Boudouard, maka pada temperatur 1000°C akan terdapat 100% gas CO. Kemudian apabila temperatur diturunkan maka kesetimbangan tersebut tidak akan tercapai sehingga terjadi penguraian dari gas CO menjadi CO₂ dan C. Akibatnya jumlah gas CO (pereduktor) akan berkurang.

Pada daerah sebelah kiri garis kesetimbangan Boudouard, gas CO₂ lebih stabil sehingga gas CO yang ada akan terurai menjadi CO₂. Sedangkan pada daerah sebelah kanan garis kesetimbangan Boudouard gas CO lebih stabil sehingga gas CO₂ akan mengalami reaksi Boudouard membentuk gas CO. Hal tersebut menunjukkan bahwa reaksi Boudouard merupakan reaksi yang endotermik sehingga membutuhkan temperatur tinggi untuk berjalan.

Pada diagram Glassner – Boudouard tampak bahwa senyawa yang terbentuk sangat dipengaruhi oleh perbandingan antara CO/CO₂ juga temperatur operasi. Misal, pada temperatur 700°C dengan perbandingan CO/CO₂ adalah

60:40, maka senyawa paling stabil adalah wustit. Magnetit akan tereduksi menjadi wustit dan Fe teroksidasi menjadi wustit.

Hal penting yang dapat diperhatikan pada kesetimbangan Boudouard adalah antara garis kesetimbangan wustit/Fe dan garis kesetimbangan Boudouard berpotongan pada temperatur 700°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa temperatur minimum yang dibutuhkan untuk mereduksi wustit menjadi Fe adalah 700°C. Antara garis kesetimbangan magnetit/wustit dan garis kesetimbangan Boudouard berpotongan pada temperatur 650°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa temperatur minimum yang dibutuhkan untuk mereduksi magnetit menjadi wustit adalah 650°C. Sangat tidak mungkin reaksi dapat berjalan di bawah temperatur minimum karena karbon monoksida akan terurai menjadi karbon dioksida. Temperatur minimum di atas seluruhnya pada tekanan 1 atm.^[11]

2.7 METODE KARAKTERISASI

Metode karakterisasi digunakan untuk mengetahui kandungan unsur dan senyawa pada sampel dalam penelitian.

2.6.1 XRD (*X-ray Diffraction*)

Difraksi sinar-X (*X-ray Diffraction*), atau yang sering dikenal dengan XRD, adalah merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Dengan kata lain, teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Dalam XRD, terdapat beberapa komponen, antara lain :

- a. Slit dan film
- b. Monokromator
- c. Tabung X-ray
- d. Detektor ; dll

Prinsip kerja dari alat ini yaitu sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan

memberikan suatu voltase, dan menembak target dengan elektron. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Spektrum ini terdiri atas beberapa komponen-komponen, yang paling umum adalah $K\alpha$ dan $K\beta$. Pada sebagian kasus, $K\alpha$ berisi $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$. $K\alpha_1$ mempunyai panjang gelombang sedikit lebih pendek dan dua kali lebih intensitas dari $K\alpha_2$. Panjang gelombang yang spesifik merupakan karakteristik dari bahan target (misal Cu, Fe, Mo, Cr). Kemudian disaring oleh kertas perak atau kristal monokromator yang akan menghasilkan sinar-X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Saat sampel dan detektor diputar, intensitas Sinar X pantul itu direkam. Ketika geometri dari peristiwa sinar-X tersebut memenuhi persamaan Bragg, interferensi konstruktif terjadi dan suatu puncak di dalam intensitas terjadi. Detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini dan mengkonversi isyarat itu menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer.

Dari penggunaan X-Ray Difraktometer tersebut, kita akan memperoleh suatu pola difraksi dari bahan yang kita analisis. Dari pola tersebut, kita akan mendapatkan beberapa informasi antara lain :

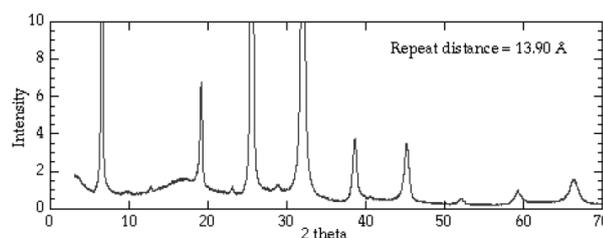
- a. Panjang gelombang sinar X yang digunakan (λ)
- b. Orde pembiasan / kekuatan intensitas (n)
- c. Sudut antara sinar datang dengan bidang normal (θ)

Dengan persamaan Bragg, dapat diperoleh nilai jarak antara dua bidang kisi (d) :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

$$n = 1, 2, \dots$$

Gambar 2.7 merupakan contoh pola hasil analisis tanah liat dengan menggunakan XRD



Gambar 2.7 Contoh Pola Hasil Difraksi Sinar-X^[12]

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS.

Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek. Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5-2,0 mikron. Sedangkan kekurangannya adalah untuk objek berupa kristal tunggal sangat sulit mendapatkan senyawa dalam bentuk kristalnya. Sedangkan untuk objek berupa bubuk sulit untuk menentukan strukturnya.^[12]

2.6.2 EDX (*Energy Dispersive X-ray*)

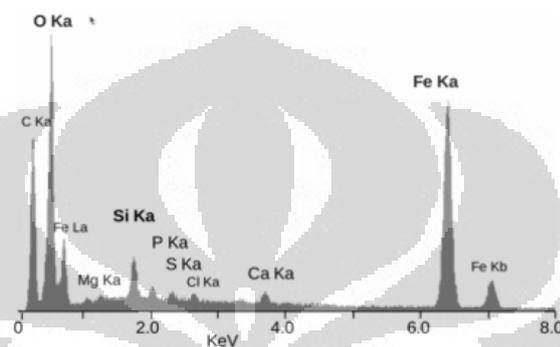
EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) adalah suatu alat yang dapat mendeteksi unsur suatu material. Konsentrasi minimal yang dapat dideteksi adalah lebih besar dari 0,1%.

Prinsip kerja dari alat ini adalah dengan metode spektroskopi, dimana elektron ditembakkan pada permukaan sampel, yang kemudian akan memancarkan *X-Ray*. Energi tiap-tiap photon *X-Ray* menunjukkan karakteristik masing-masing unsur yang akan ditangkap oleh detektor EDX, kemudian secara otomatis akan menunjukkan puncak-puncak dalam distribusi energi sesuai dengan unsur yang terdeteksi.

Hasil yang didapatkan dari pengujian EDX seperti yang terlihat pada Gambar 2.8 merupakan berupa grafik *energy (KeV)* dengan *counts*. Dan dari grafik tersebut kita bisa melihat unsur-unsur apa saja yang bisa didapatkan.

Dengan menggunakan EDX, bisa ditentukan persentase dari suatu unsur yang terkandung di dalam mineral tambang yang diuji.

Tetapi kelemahan dari alat uji EDX ini adalah penembakan yang dilakukan pada permukaan sampel hanya pada satu titik dari seluruh permukaan sampel. Dengan kata lain, hasil yang didapat tidak dapat menghasilkan data yang valid untuk mengetahui persentase dari unsur secara merata.



Gambar 2.8 Contoh Grafik Hasil Pengujian EDX^[13]

Ada kemungkinan kadar suatu unsur yang kita harapkan tidak representatif. Contohnya, misalnya pada satu titik penembakan didapatkan hasil kadar Ni 1,0%. Dan kemungkinan lain juga, pada penembakan titik kedua tidak terdapat Ni. Hal ini disebabkan diameter tembakan terhadap partikel sangat kecil.^[13]

2.6.3 AAS (*Atomic Absorption Spectrometer*)

Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan absorpsi radiasi oleh atom bebas.

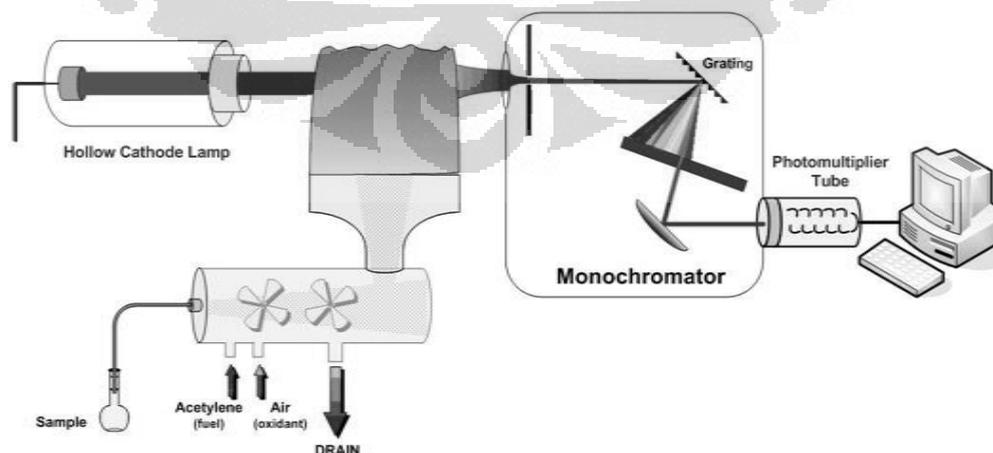
Spektrofotometer serapan atom (AAS) merupakan teknik analisis kuantitatif dari unsur-unsur yang pemakaiannya sangat luas di berbagai bidang karena prosedurnya selektif, spesifik, biaya analisisnya relatif murah, sensitivitasnya tinggi (ppm-ppb), dapat dengan mudah membuat matriks yang sesuai dengan standar, waktu analisis sangat cepat dan mudah dilakukan. AAS pada umumnya digunakan untuk analisa unsur, spektrofotometer absorpsi atom juga dikenal sistem single beam dan double beam layaknya Spektrofotometer UV-

VIS. Sebelumnya dikenal fotometer nyala yang hanya dapat menganalisis unsur yang dapat memancarkan sinar terutama unsur golongan IA dan IIA. Umumnya lampu yang digunakan adalah lampu katoda cekung yang mana penggunaannya hanya untuk analisis satu unsur saja.

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Metode serapan atom hanya tergantung pada perbandingan dan tidak bergantung pada temperatur. Setiap alat AAS terdiri atas tiga komponen yaitu unit teratomisasi, sumber radiasi, sistem pengukur fotometerik.

Teknik AAS menjadi alat yang canggih dalam analisis. Ini disebabkan karena sebelum pengukuran tidak selalu memerlukan pemisahan unsur yang ditentukan karena kemungkinan penentuan satu unsur dengan kehadiran unsur lain dapat dilakukan, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia. AAS dapat digunakan untuk mengukur logam hingga sebanyak 61 logam.

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9, sumber cahaya pada AAS adalah sumber cahaya dari lampu katoda yang berasal dari elemen yang sedang diukur kemudian dilewatkan ke dalam nyala api yang berisi sampel yang telah teratomisasi, kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator. Chopper digunakan untuk membedakan radiasi yang berasal dari sumber radiasi, dan radiasi yang berasal dari nyala api. Detektor akan menolak arah searah arus (DC) dari emisi nyala dan hanya mengukur arus bolak-balik dari sumber radiasi atau sampel.



Gambar 2.9 Skema Rangkaian Alat AAS^[14]

Atom dari suatu unsur pada keadaan dasar akan dikenai radiasi maka atom tersebut akan menyerap energi dan mengakibatkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Jika suatu atom diberi energi, maka energi tersebut akan mempercepat gerakan elektron sehingga elektron tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi dan dapat kembali ke keadaan semula. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi oleh atom terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut.

Keuntungan metode AAS dibandingkan dengan spektrofotometer biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, output dapat langsung dibaca, cukup ekonomis, dapat diaplikasikan pada banyak jenis unsur, batas kadar penentuan luas (dari ppm sampai %). Sedangkan kelemahannya yaitu pengaruh kimia dimana AAS tidak mampu menguraikan zat menjadi atom misalnya pengaruh fosfat terhadap Ca, pengaruh ionisasi yaitu bila atom tereksitasi (tidak hanya disosiasi) sehingga menimbulkan emisi pada panjang gelombang yang sama, serta pengaruh matriks misalnya pelarut.^[14]

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 ALAT DAN BAHAN

Alat dan Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi :

3.1.1 Alat

- a. Palu
- b. Mortar
- c. Mesin Ayak
- d. Oven
- e. Timbangan Digital
- f. Wadah Stainless Steel
- g. *Furnace*
- h. Wadah Magnetik
- i. *Beaker Glass*
- j. *Magnetic Stirrer*
- k. Labu erlenmeyer
- l. Corong gelas
- m. Kertas saring
- n. Mesin Uji EDX, XRD, dan AAS

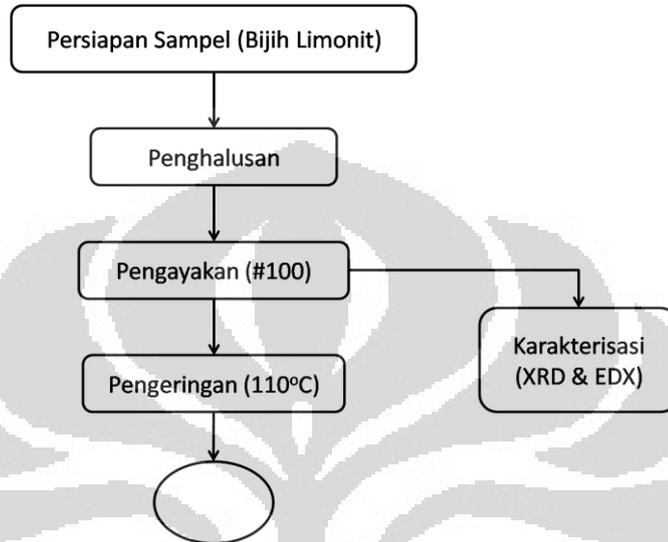
3.1.2 Bahan

- a. Bijih nikel limonit.
- b. Serbuk batubara.
- c. Amonium Bikarbonat.
- d. Aquades.

3.2 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

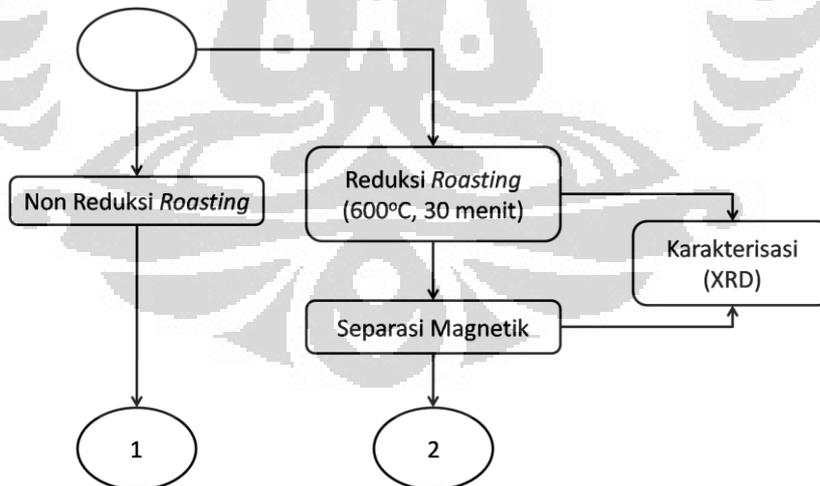
Untuk memudahkan penelitian, diagram alir penelitian ini dibagi menjadi tiga bagian yang saling berkesinambungan meliputi preparasi bijih, pemanggangan, dan pelindian seperti di bawah ini :

3.2.1 Preparasi Bijih



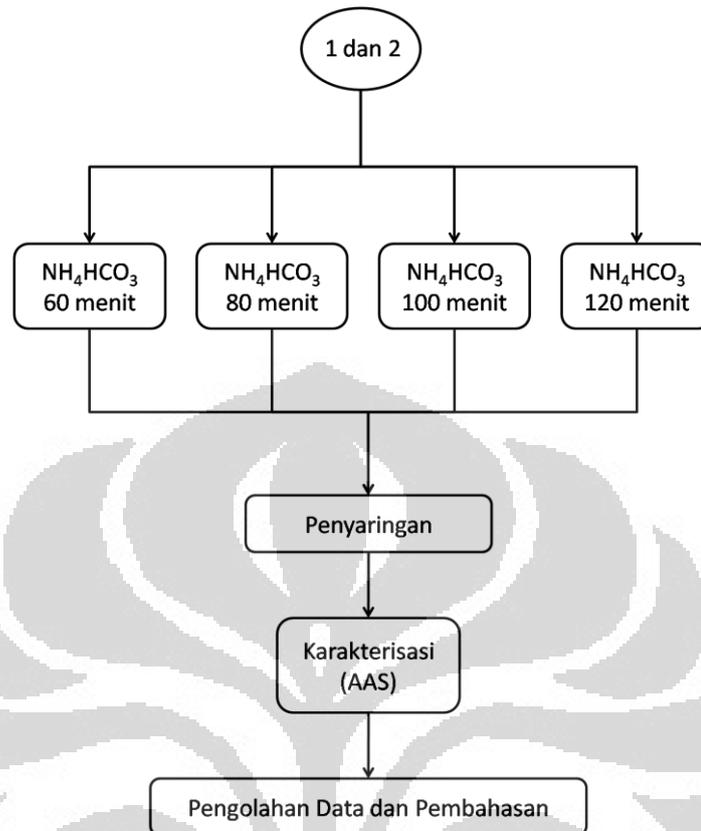
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian (Preparasi)

3.2.2 Pemanggangan



Gambar 3.2 Diagram Alir Penelitian (Pemanggangan)

3.2.3 Pelindian



Gambar 3.3 Diagram Alir Penelitian (Pelindian)

3.3 PROSEDUR PENELITIAN

Seperti yang ditunjukkan pada diagram alir, penelitian ini meliputi preparasi sampel, reduksi pemanggangan, pemisahan magnetik, serta pelindian.

3.3.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah bijih limonit. Sebelum dilakukan penelitian lebih lanjut perlu dilakukan preparasi terhadap sampel. Tahapan preparasi tersebut meliputi penghalusan bijih dan pengayakan, serta pengeringan.

a. Penghalusan Bijih dan Pengayakan

Sampel yang awalnya masih berukuran besar dihancurkan menggunakan alat sederhana berupa palu dan dihaluskan menggunakan palu yang berukuran lebih kecil. Setelah cukup halus sampel kemudian diayak pada mesin ayak menggunakan *mesh* berukuran 100. Sampel yang lolos dari

ayakan kemudian dipisahkan dan yang belum lolos ayakan dihaluskan kembali menggunakan palu kecil untuk selanjutnya diayak kembali.



Gambar 3.4 Proses Penghalusan dan Pengayakan

b. Pengeringan

Pengeringan dilakukan untuk sampel yang telah halus dan homogen tadi (lolos ayakan 100 *mesh*). Proses ini dilakukan dalam sebuah oven dengan temperatur 110°C dengan waktu kurang lebih 30 menit. Tujuan dari proses ini adalah untuk mengurangi kadar air dalam bijih yang jumlahnya dapat mencapai 35% wt. Setelah proses pengeringan ini sampel dibagi menjadi dua bagian. Satu bagian disimpan untuk langsung dilakukan pelindian, kemudian bagian yang satunya direduksi.

3.3.2 Reduksi Pemanggangan

Reduksi pemanggangan dilakukan pada *furnace* dengan menggunakan reduktan berupa serbuk batubara. Reduktan ini dicampurkan pada sampel limonit sebanyak 20% wt dan diletakkan pada sebuah wadah keramik atau stainless steel. Reduksi pemanggangan berlangsung selama 30 menit pada temperatur 600°C yang dilanjutkan dengan pendinginan udara.

3.3.3 Pemisahan Magnetik

Proses Pemisahan Magnetik ini dilakukan menggunakan alat sederhana berupa wadah perkakas yang bersifat magnetik. Sebelum dilakukan pemisahan magnetik, mula-mula sampel ditimbang massa awalnya dan dicatat. Sampel

kemudian ditaburkan diatas wadah magnetik yang telah diberi alas plastik untuk memudahkan dalam mengambil sampel. Selanjutnya wadah dibalik, fraksi magnetik akan tetap menempel pada wadah sedangkan fraksi non magnetik akan jatuh terpisah dari wadah. Setelah proses ini selesai kemudian sampel magnetik ditimbang lagi untuk dibandingkan dengan massa awal tadi agar diketahui selisih massa yang terjadi.



Gambar 3.5 Proses Pemisahan Magnetik Sederhana

3.3.4 Pelindian

Proses terakhir yang paling penting adalah pelindian. Larutan yang digunakan untuk proses ini berupa NH_4HCO_3 (amonium bikarbonat) dengan konsentrasi 3,5M. Umpam yang diberikan sebanyak 5 gram dalam setiap 100 mL larutan dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer*. Pelindian dilakukan untuk sampel yang tidak mengalami proses reduksi sebanyak empat kali dengan variasi waktu pelindian, yaitu 60 menit, 80 menit, 100 menit, dan 120 menit, kemudian hal yang sama juga dilakukan untuk sampel hasil reduksi yang telah melalui proses pemisahan magnetik.



Gambar 3.6 Proses *Pelindian*

3.4 KARAKTERISASI

Karakterisasi ini merupakan serangkaian pengujian untuk mengetahui komposisi unsur dan juga senyawa yang ada di dalam sampel. Pada penelitian ini digunakan 3 macam metode karakterisasi yang berupa EDX, XRD, dan AAS.

3.4.1 EDX

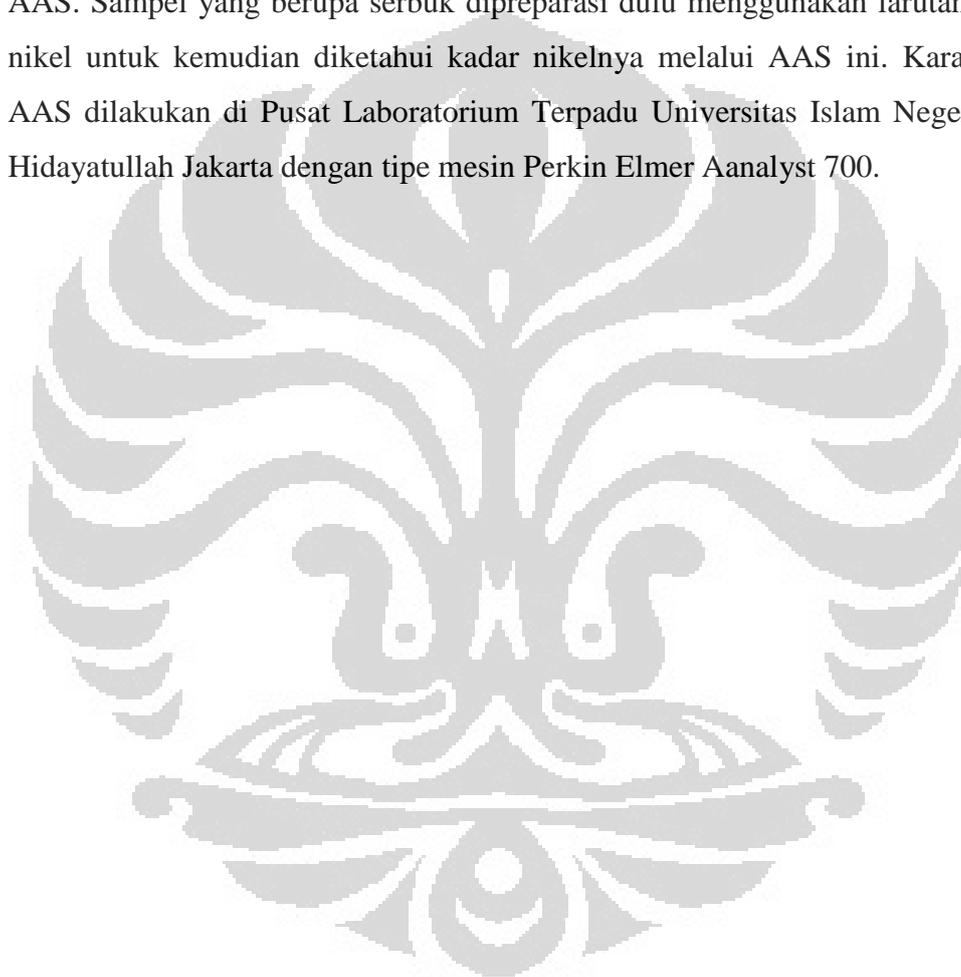
Proses karakterisasi EDX ini dilakukan sekali pada sampel awal setelah dilakukan penghalusan dan pengayakan. Karakterisasi EDX ini dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat dalam sampel yang dilakukan di CMPFA Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia.

3.4.2 XRD

Proses karakterisasi XRD ini dilakukan sebanyak tiga kali. Pertama untuk sampel awal setelah pengayakan, kemudian kedua sampel setelah proses pemanggangan, dan ketiga untuk sampel hasil pemisahan magnetik. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui perubahan senyawa yang terjadi akibat proses reduksi dan mengetahui bagian yang hilang ketika proses pemisahan magnetik. Karakterisasi XRD dilakukan di Pusat Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta dengan tipe mesin Shimadzu X-ray Diffraktometer 7000.

3.4.3 AAS

Proses karakterisasi terakhir yang digunakan pada penelitian ini adalah AAS. Sampel yang digunakan untuk AAS adalah larutan hasil pelindian yang telah disaring, total ada empat kali pengujian dari sampel pelindian yang melalui proses pemanggangan dan empat sampel lagi dari sampel pelindian tanpa proses pemanggangan. Dari hasil karakterisasi ini akan diketahui kadar nikel dari larutan hasil pelindian tersebut. Pada sampel awal setelah pengayakan juga dilakukan AAS. Sampel yang berupa serbuk dipreparasi dulu menggunakan larutan standar nikel untuk kemudian diketahui kadar nikelnya melalui AAS ini. Karakterisasi AAS dilakukan di Pusat Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta dengan tipe mesin Perkin Elmer Aanalyst 700.



BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

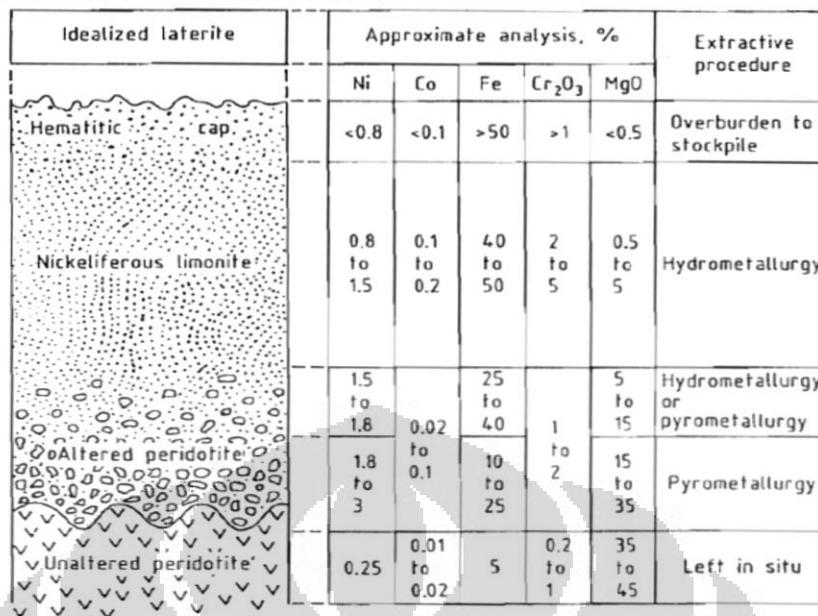
4.1 ANALISIS MINERALOGI DAN KOMPOSISI BIJIH LIMONIT

Tabel 4.1 Komposisi Kimia Bijih Limonit Awal

Unsur	Pengujian EDX (%)						Rata-rata (%)
	1	2	3	4	5	6	
Mg	1,11	0,56	1,45	1,19	2,02	1,68	1,34
Al	3,99	3,78	4,40	4,36	4,72	4,14	4,23
Si	4,50	12,91	5,67	5,19	6,39	5,25	6,65
Fe	60,58	46,86	54,12	52,39	52,48	57,34	53,96

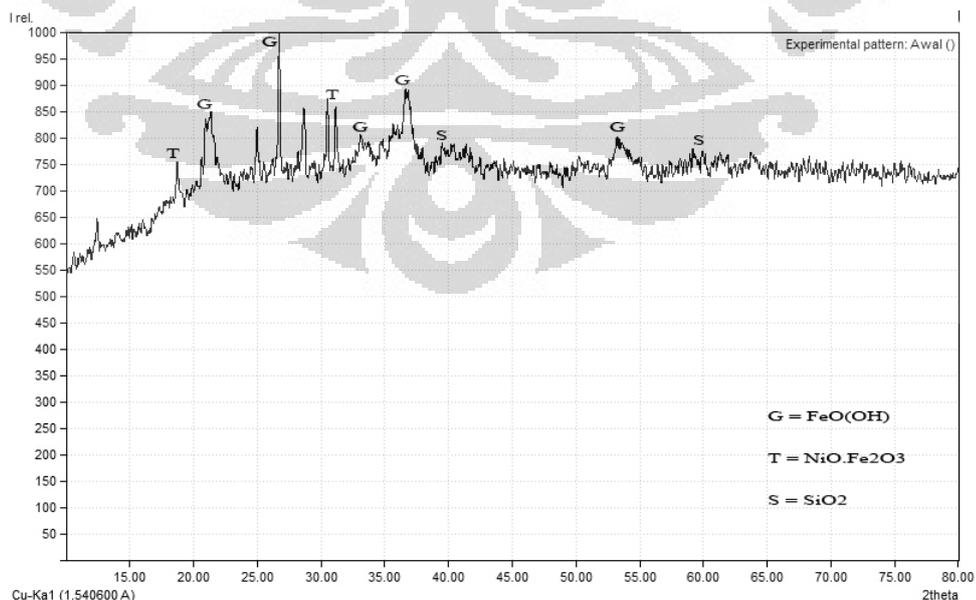
Tabel 4.1 merupakan komposisi kimia yang dimiliki pada bijih limonit sebelum mendapat perlakuan apapun. Data tersebut didapatkan dari hasil pengujian EDX. Dapat diketahui bahwa bijih limonit yang digunakan pada penelitian ini memiliki kandungan unsur-unsur seperti Mg, Al, Si, dan Fe dengan kadar masing-masing unsur tersebut sebesar 1,34%, 4,23%, 6,65%, dan 53,96%. Tetapi dari data EDX tersebut tidak terlihat adanya nikel, hal tersebut dapat disebabkan oleh keterbatasan alat uji EDX. Diameter tembakan alat uji EDX memiliki ukuran yang cukup kecil sehingga hanya dapat membaca kandungan unsur pada titik-titik tertentu dan tidak dapat mempresentatiskan kandungan keseluruhan dari bijih limonit tersebut.

Oleh karena itu, sampel dianalisis lebih lanjut menggunakan teknik AAS dan didapatkan kadar nikel pada sampel awal sebesar 1,68 %. Padahal menurut Fathi Habashi, limonit adalah bijih nikel kadar rendah yang memiliki kandungan nikel sekitar 0,8 – 1,5 % seperti pada Gambar 4.1. Ini berarti dengan kadar nikel sebesar 1,68 %, sampel limonit yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kandungan nikel yang cukup tinggi atau bisa saja sampel limonit ini tercampur dengan saprolit yang secara teoritis memiliki kandungan nikel yang lebih tinggi dibanding pada limonit.



Gambar 4.1 Komposisi Limonit menurut Fathi Habashi^[15]

Kemudian dari hasil analisis XRD pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pada bijih limonit tersebut penyusun utama berupa *goethite* (FeO)OH, selain itu juga terdapat NiO.Fe₂O₃ dan juga SiO₂. Pada literatur dijelaskan bahwa di dalam bijih limonit, nikel terkandung pada struktur *goethite* yang membentuk *solid solution* dengan besi oksida sehingga rumus molekulnya dapat ditulis sebagai (Fe,Ni)O(OH).nH₂O.^[15]

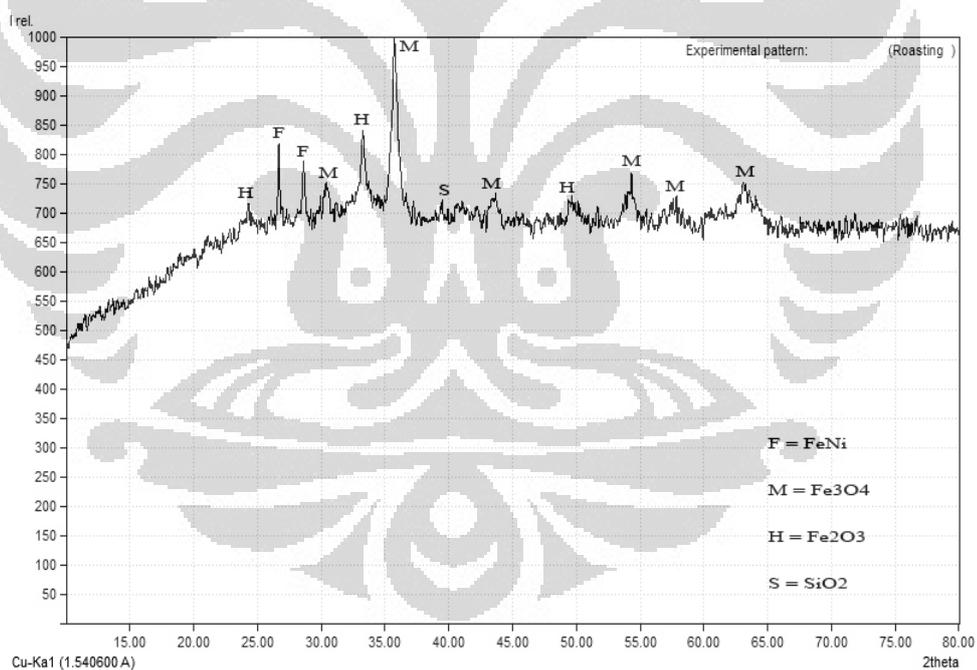


Gambar 4.2 Hasil XRD Sampel Limonit Awal

4.2 ANALISIS PENGARUH PROSES REDUKSI PEMANGGANGAN TERHADAP BIJIH LIMONIT

Sampel bijih limonit yang sudah direduksi menggunakan reduktor berupa serbuk batubara sebesar 20% wt kemudian dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui mineral penyusunnya. Dari data hasil pengujian XRD diketahui bahwa *goethite* yang merupakan mineral dominan pada sampel sebelum reduksi kemudian tidak terlihat lagi pada sampel limonit setelah reduksi yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Dalam hal ini *goethite* telah terdekomposisi dengan sempurna dan membentuk Fe_3O_4 . Selain itu juga terbentuk fasa Ni metalik yang dalam bentuk *solid solution* dengan Fe membentuk FeNi.

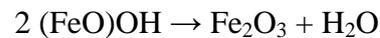
Menurut F.O. Connor, dekomposisi *goethite* terjadi akibat *dehydroxylation* yang merupakan perubahan struktural yang terjadi karena rusaknya struktur OH- atau hilangnya mineral kristalin yang mengikat air. Hal ini terjadi secara alami pada proses reduksi sebagai efek dari pemanasan.^[16]



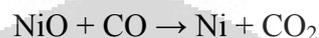
Gambar 4.3 Hasil XRD Setelah Proses Reduksi Pemangangan

Dari hasil XRD setelah proses reduksi pemangangan tersebut juga masih terlihat adanya Fe_2O_3 . Menyambung pada point sebelumnya, masih menurut F.O. Connor, *dehydroxylation* diikuti oleh pembentukan struktur kristalin. Pada bijih

limonit, *dehydroxylation* diikuti pembentukan hematit (Fe_2O_3) yang terjadi pada temperatur 300°C .



Selanjutnya selama proses reduksi, hematit (Fe_2O_3) akan berubah menjadi magnetit (Fe_3O_4) pada temperatur 500°C . Perubahan ini merupakan reaksi reduksi Fe_2O_3 oleh gas CO. Gas CO ini terbentuk akibat reaksi antara karbon yang berasal dari serbuk batubara dengan oksigen.



Selama proses reduksi juga, NiO akan tereduksi menjadi Ni. Namun, Ni yang terbentuk dari reaksi reduksi NiO tadi tidak berada dalam bentuk logam bebas melainkan berada dalam bentuk *solid solution* bersamaan dengan Fe membentuk FeNi. Hal ini terlihat pada Gambar 4.3 yang menunjukkan adanya peak FeNi pada sampel limonit setelah proses reduksi pemangangan.

Terbentuknya FeNi disebabkan karena Ni memiliki karakteristik yang hampir sama dengan Fe seperti ukuran jari-jari atom yang hampir sama dan muatan yang sama. Ni memiliki jari-jari atom sebesar 135 pm sedangkan Fe sebesar 140 pm. Kedua logam, dalam hal ini Fe dan Ni memiliki jari-jari atom yang perbedaannya tidak melebihi 15% sehingga logam Ni mampu untuk berdifusi kedalam matrik Fe membentuk *substitution solid solution*.

Perubahan senyawa yang terjadi pada penelitian ini sesuai dengan yang diharapkan secara termodinamika yaitu terbentuknya magnetit dan nikel metalik. Nikel yang berada dalam bentuk metalik lebih mudah untuk diperoleh oleh proses selanjutnya yaitu pelindian amonium bikarbonat.

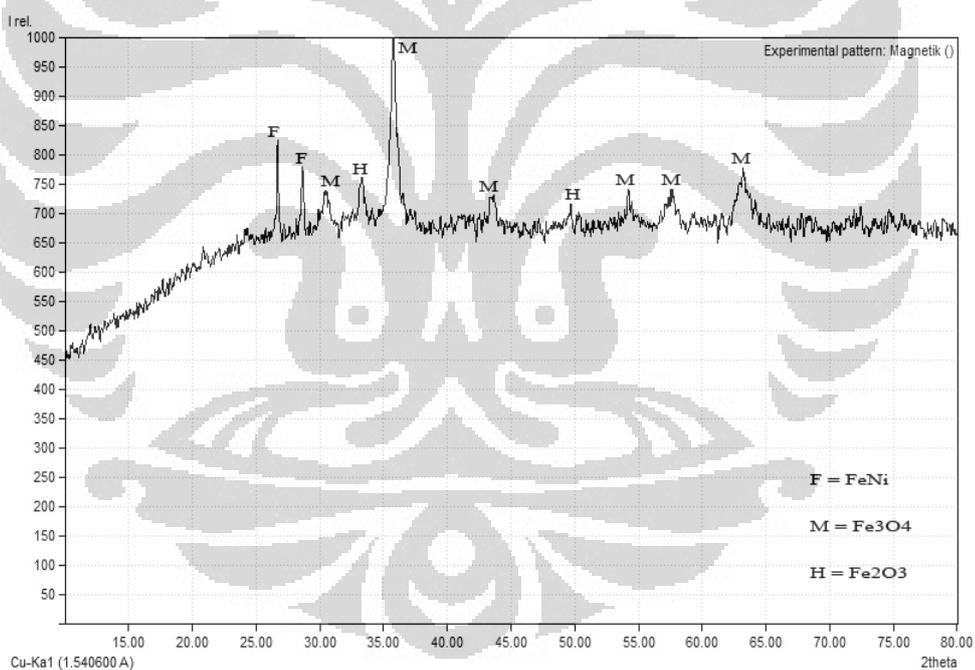
Menurut F.O. Connor, untuk meningkatkan pembentukan nikel metalik dapat dilakukan proses pre-kalsinasi pada bijih limonit sebelum dilakukan reduksi. Hal ini disebabkan pada proses pre-kalsinasi bijih akan membuka struktur dari mineral pengotor sehingga dapat meningkatkan interaksi antara gas reduktor dengan nikel selama proses reduksi.

4.3 ANALISIS PENGARUH PEMISAHAN MAGNETIK TERHADAP BIJIH LIMONIT HASIL REDUKSI

Tabel 4.2 Data Hasil Pemisahan Magnetik

Sampel	Massa (gram)	Persentase (%)
Sampel Tereduksi	147,75	100,00
Fraksi Magnetik	136,13	92,14
Fraksi Non Magnetik	11,51	7,79

Data hasil pemisahan magnetik dapat dilihat pada Tabel 4.2. Dari tabel tersebut diketahui bahwa sebagian besar sampel setelah direduksi berupa fraksi magnetik yang jumlahnya mencapai 92,14%. Fraksi non magnetik yang berhasil dipisahkan jumlahnya sangat sedikit, yaitu hanya sekitar 7,79% dari jumlah sampel keseluruhan yang mengalami proses pemisahan magnetik ini.



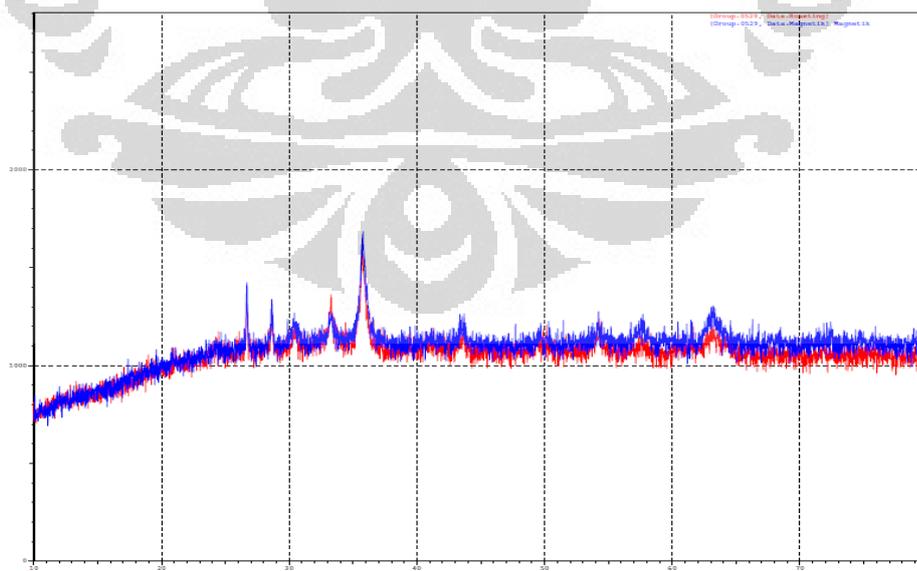
Gambar 4.4 Hasil XRD Setelah Proses Pemisahan Magnetik

Data hasil XRD pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa setelah dilakukan pemisahan magnetik, masih terdapat hematit dan magnetit, kemudian juga terdapat FeNi, sedangkan *peak* yang menunjukkan SiO₂ tidak terlihat lagi.



Gambar 4.5 Penampakan Fisik Fraksi Magnetik dan Fraksi Non Magnetik

Dari data hasil XRD juga, jika dilakukan perbandingan antara sampel tereduksi dengan sampel fraksi magnetik tidak terlihat perbedaan yang terlalu signifikan, seperti yang terlihat pada Gambar 4.6. Hal ini disebabkan karena fraksi yang terbuang (non magnetik) jumlahnya hanya sebagian kecil. Jika dilihat dari penampakan fisiknya seperti pada Gambar 4.5, fraksi non magnetik yang terpisah ini sebagian besar berupa gumpalan-gumpalan berwarna hitam dan dapat diasumsikan sebagai sisa dari serbuk batubara yang belum bereaksi pada waktu reduksi pemangangan. Berarti dapat disimpulkan bahwa separasi magnetik pada penelitian ini tidak berpengaruh banyak terhadap peningkatan kadar nikel.



Gambar 4.6 Perbandingan Hasil XRD Sampel Tereduksi vs Fraksi Magnetik
(merah : tereduksi, biru : magnetik)

4.4 PEROLEHAN NIKEL DARI BIJIH LIMONIT OLEH PELINDIAN AMONIUM BIKARBONAT

Tabel 4.3 Hasil Pelindian Bijih Limonit Non Reduksi oleh Amonium Bikarbonat 3,5 M

Waktu Pelindian (menit)	Pulp Density (g/L)	Kadar Ni dalam Filtrat (mg/L)	Perolehan Nikel (%)
60	50	10,15	1,21
80	50	12,64	1,50
100	50	12,98	1,55
120	50	13,21	1,57

Tabel 4.4 Hasil Pelindian Bijih Limonit Tereuksi oleh Amonium Bikarbonat 3,5 M

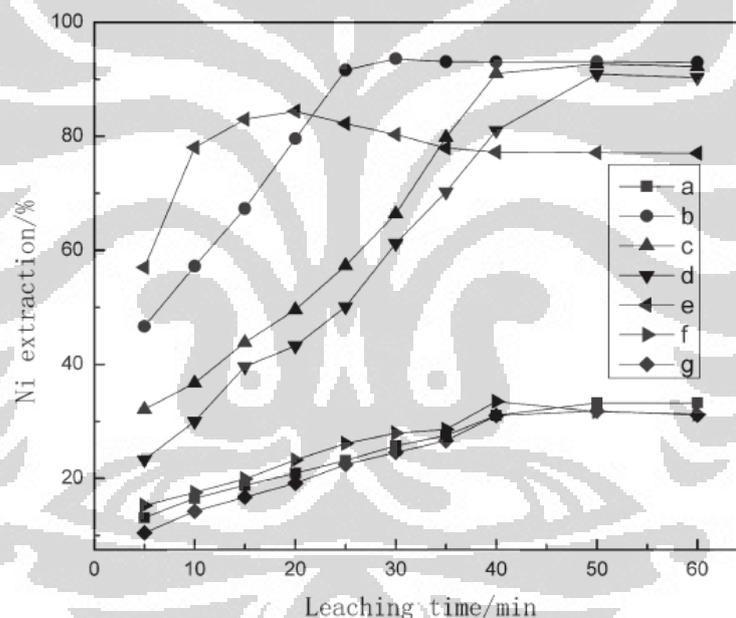
Waktu Pelindian (menit)	Pulp Density (g/L)	Kadar Ni dalam Filtrat (mg/L)	Perolehan Nikel (%)
60	50	14,98	1,78
80	50	15,28	1,82
100	50	15,59	1,86
120	50	15,77	1,88

Dari data hasil penelitian pada Tabel 4.3 terlihat bahwa pada sampel limonit non reduksi dengan pemberian waktu pelindian yang semakin lama akan menghasilkan persen perolehan nikel yang semakin besar. Begitu pula pada sampel limonit tereuksi, persen perolehan nikel juga meningkat seiring dengan penambahan waktu pelindian yang ditunjukkan pada Tabel 4.4. Hal ini terjadi karena dalam waktu yang lebih lama tersebut akan memberikan waktu kontak yang makin lama pula. Namun demikian juga terlihat bahwa dengan meningkatnya waktu pelindian hanya akan memberikan sedikit kenaikan pada nilai perolehan nikel tersebut.

Tetapi apabila diperhatikan lebih lanjut ternyata dengan penambahan 20 menit pada setiap proses pelindian, selisih kenaikan menjadi semakin kecil. Misal pada sampel limonit non reduksi, ketika waktu pelindian hanya 60 menit persen

perolehan nikel sebesar 1,21 %, sedangkan ketika waktu pelindian 80 menit persen perolehan nikel sebesar 1,50 %, berarti dengan penambahan waktu selama 20 menit tersebut, persen perolehan nikelnya meningkat 0,29 %. Kemudian peningkatan persen perolehan nikel dari 80 ke 100 menit sebesar 0,05 % dan peningkatan dari 100 ke 120 sebesar 0,02 %. Berdasarkan hal tersebut dapat dilihat bahwa peningkatan yang terjadi semakin lama menjadi tidak terlalu besar.

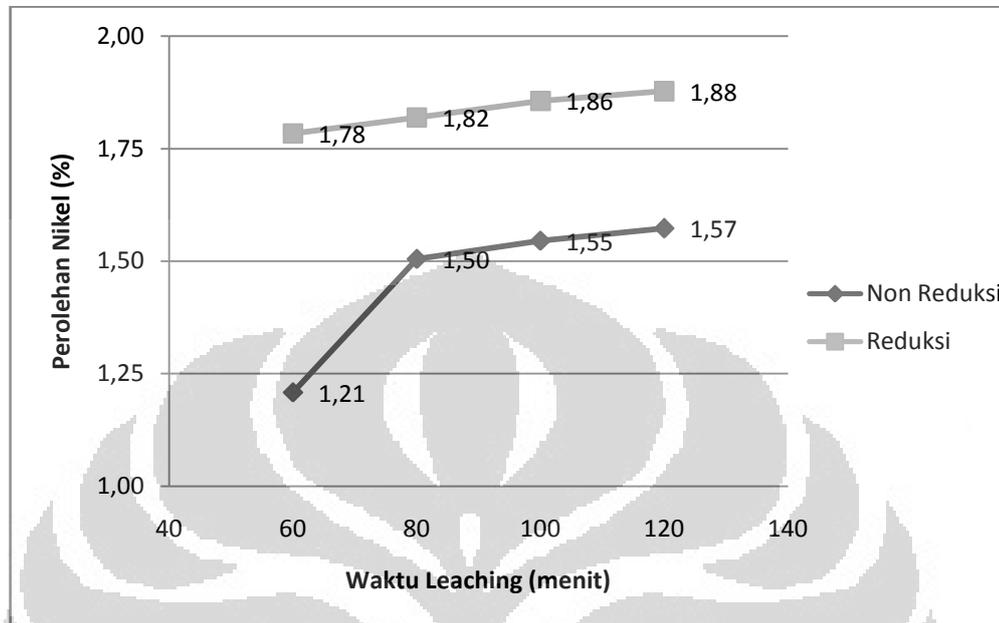
Hal yang sama juga terjadi pada peningkatan persen perolehan nikel untuk sampel limonit tereduksi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu pelindian akan berpengaruh pada persen perolehan nikel, semakin lama waktu pelindian persen perolehan nikel akan semakin tinggi, namun akan mencapai titik optimum dimana dengan penambahan waktu pelindian persen perolehan nikel tidak akan menunjukkan peningkatan lagi.



Gambar 4.7 Pengaruh Waktu Pelindian terhadap Persen Perolehan Nikel menurut Jinhui Li (a:tanpa reduksi, b:reduksi pada 300°C, c:reduksi pada 400°C, d:reduksi pada 500°C, e:reduksi pada 610°C, f:reduksi pada 700°C, g:reduksi pada 800°C)^[17]

Penelitian yang dilakukan Jinhui Li juga mengalami hal serupa yaitu persen perolehan nikel terus meningkat dan akhirnya menunjukkan titik optimum pada waktu pelindian tertentu. Ini terjadi pada berbagai kondisi reduksi pemanggangan yang dilakukannya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.7.

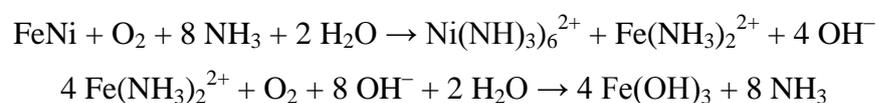
Demikian juga pada penelitian yang dilakukan oleh E. Buyukakinci menunjukkan peningkatan persen perolehan nikel hingga menemukan titik optimum pada berbagai konsentrasi pelarut.^{[17][18]}



Gambar 4.8 Grafik Perbandingan Bijih Limonit Non Reduksi vs Bijih Limonit Tereeduksi

Dari Gambar 4.8 diketahui bahwa persen perolehan nikel yang didapat dari hasil pelindian menggunakan amonium bikarbonat secara umum cukup rendah. Untuk waktu pelindian paling cepat, yaitu 60 menit perolehan nikel pada sampel limonit non reduksi sebesar 1,21%, sedangkan pada sampel limonit tereduksi persen perolehan nikel sebesar 1,78%. Kemudian untuk waktu pelindian paling lama, yaitu 120 menit, sampel limonit non reduksi hanya menghasilkan perolehan nikel sebesar 1,57% dan pada sampel limonit tereduksi persen perolehan nikel hanya sebesar 1,88%. Tetapi dari hal ini dapat diketahui bahwa proses reduksi pemanggangan cukup berpengaruh dalam meningkatkan persen perolehan nikel. Penelitian ini menunjukkan peningkatan hingga 47% setelah dilakukan proses reduksi pemanggangan.

Menurut literatur, nikel dapat larut dalam larutan amonium dengan membentuk ion kompleks $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$ dengan reaksi sebagai berikut^[10] :



Amonia dari reaksi pelarutan nikel tersebut didapatkan dari larutan amonium bikarbonat yang reaksinya yaitu :



Pada proses pelindian menggunakan amonium bikarbonat ini maka nikel yang berasal dari fasa metalik FeNi yang terbentuk dari proses reduksi akan membentuk ion nikel amina kompleks yang dapat larut, sedangkan Fe pada awalnya juga larut membentuk ion besi amina kompleks namun dengan cepat teroksidasi membentuk Fe^{3+} lalu terhidrolisis dan kemudian mengendap sebagai besi hidroksida.^[10]

Tabel 4.5 Efek Berbagai Kondisi Pendinginan terhadap Ekstraksi Nikel Melalui Proses Reduksi Pemanggangan – Pelindian Amonia menurut S. Chander^[19]

Cooling condition	Roasting temp (°C)	Cooling atmosphere	Ni extracted (%)	Max. Iron dissolved (%)
Air-cooled	600	Air	3,8	1,10
			3,8	1,10
Slow-cooled	600	H ₂ + H ₂ O	5,3	2,20
			0,0	1,93
Rapidly-cooled	600	H ₂ + H ₂ O	4,6	3,86
			10,0	2,20
Quenched	600	-	45,5	2,76
			45,5	2,48
Inert-gas-cooled	600	N ₂	74,0	4,42
			77,3	5,52
Air-cooled	700	Air	3,8	1,66
			3,8	4,42
Inadequately-cooled	700	N ₂	3,8	4,42
Adequately-cooled	700	N ₂	72,0	13,81
Quenched	800	-	72,0	32,58
Slow-cooled	800	H ₂ + H ₂ O	87,1	23,72

S.Chander dan V.N. Sharma dalam penelitiannya menjelaskan bahwa untuk sampel limonit hasil reduksi pemanggangan pada temperatur 600°C dengan pendinginan udara yang kemudian dilindi dengan larutan amonium hanya menghasilkan nilai perolehan nikel sebesar 3,8%. Seperti yang terlihat pada Tabel 4.5, nilai perolehan nikel yang cukup tinggi bisa didapatkan apabila pendinginan dilakukan menggunakan gas inert N_2 yaitu mencapai 74,0% dan 77,3 %.

Dari hal tersebut diketahui bahwa hasil pelindian menggunakan larutan amonium sangat dipengaruhi oleh proses reduksi pemanggangan, dalam hal ini yaitu kondisi pendinginan. Kondisi pendinginan berpengaruh terhadap nilai perolehan nikel karena selama proses pendinginan tersebut terjadi reoksidasi dari nikel metalik kembali menjadi nikel oksida yang akan sulit untuk diekstraksi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini kondisi reduksi pemanggangan tidak sesuai sehingga tidak berpengaruh banyak terhadap hasil pelindian menggunakan amonium bikarbonat.

Pada hasil perolehan nikel melalui pendinginan udara juga menunjukkan hasil yang berbeda jika dibandingkan antara hasil pada penelitian ini dan hasil yang didapatkan S. Chander. Pada penelitian ini maksimal perolehan nikel hanya sebesar 1,88% sedangkan S. Chander memperoleh nikel hingga 3,8%. Perbedaan tersebut dapat disebabkan oleh pereduksi yang digunakan pada saat proses reduksi pemanggangan, S. Chander menggunakan gas H_2 sebagai reduktor, sedangkan pada penelitian ini reduktor yang digunakan berupa serbuk batubara atau karbon.

BAB V

KESIMPULAN

1. Bijih limonit yang digunakan pada penelitian ini merupakan bijih nikel kadar rendah dengan kadar nikel 1,68% dan kadar besi 53,96% yang mineral penyusun utamanya berupa *goethite*.
2. Proses reduksi pemanggangan pada temperatur 600°C selama 30 menit dengan reduktor berupa serbuk batubara menyebabkan *goethite* terdekomposisi menjadi bentuk hematit (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4), serta FeNi.
3. Pemisahan magnetik tidak terlalu efektif untuk bijih limonit hasil reduksi pemanggangan karena hanya dapat memisahkan 7,79% fraksi non magnetik.
4. Persen perolehan nikel meningkat seiring dengan penambahan waktu pelindian oleh amonium bikarbonat. Pada bijih limonit non reduksi dengan waktu pelindian 60 menit menghasilkan persen perolehan nikel sebesar 1,21% dan pada waktu pelindian 120 menit meningkat menjadi 1,57%. Demikian juga pada bijih limonit tereduksi, dengan waktu pelindian 60 menit menghasilkan persen perolehan nikel sebesar 1,78% dan pada waktu pelindian 120 menit persen perolehan nikel meningkat menjadi 1,88%.
5. Semakin lama waktu yang diberikan untuk pelindian, selisih kenaikan persen perolehan nikel semakin berkurang, pada sampel non reduksi selisih antara waktu pelindian 60 menit dan 80 menit sebesar 0,29% sedangkan antara waktu pelindian 80 menit dan 100 menit sebesar 0,05% sehingga diperkirakan akan ada titik optimum dimana persen perolehan tidak akan meningkat walaupun waktu pelindian ditambahkan.
6. Proses reduksi pemanggangan cukup berpengaruh terhadap perolehan nikel, terbukti dengan adanya proses pemanggangan perolehan nikel meningkat hingga 47% dibanding pada sampel tanpa proses pemanggangan.
7. Reduktor yang digunakan pada proses reduksi pemanggangan serta kondisi pendinginan setelah pemanggangan dapat mempengaruhi perolehan nikel oleh pelindian amonium bikarbonat.

DAFTAR REFERENSI

- [1] N.W. Brand, *et al.*, 1997. *Nickel Laterites : Classification and Features*. AGSO Journal of Australian Geology & Geophysics.
- [2] Dalvi, Ashok D, *et al.*, 2004. *The Past and Future of Nickel Laterites*. PDAC 2004 International Convention.
- [3] Prasetyo, Puguh. 2008. *Pemanfaatan Potensi Bijih Nikel Indonesia Pada Saat Ini dan Masa Mendatang*. Tangerang : Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.
- [4] Bill McCutcheon. 2005. *Nickel*. Canadian Minerals Yearbook.
- [5] Australian Atlas of Mineral Resource, Mines, and Processing Centres. 2011. *Rock Files : Nickel*. Mineral Council of Australia.
- [6] Christie, Tony. *Mineral Comodity Report 10 – Nickel*. Institute of Geological and Nuclear Sciences Ltd.
- [7] Badrun, Jumahir. 2011. *Studi Preparasi Sampel Endapam Nikel Laterit Hasil Pemboran Eksplorasi Pada PT. Weda Bay Nickel Kecamatan Weda Tengah*. Universitas Muhammadiyah Maluku Utara.
- [8] Mick Elias. 2002. *Nickel Laterite Deposits – Geological Overview, Resources, and Exploitation*. Giant Ore Deposits Workshop June 17-19, Centre of Ore Deposits Research, University of Tasmania, Australia.
- [9] Siti Fatimah, Soja. *Sebaran dan Ekstraksi Unsur-unsur Logam*. FMIPA UPI.
- [10] Kumar Gubta, Chiranjib. 2003. *Chemical Metallurgy : Principles and Practices*. Weinheim : Wiley-VCH.
- [11] Stephenson, Robert L. *ed.*, 1980. *Direct Reduces Iron (Technology and Economics of Production and Use)*. Iron and Steel Society of AIME, USA.
- [12] Purbo, Cahyo, *et al.*, 2009. *X-ray Difraktometer (XRD)*. Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- [13] Orr, P. J.; Kearns, S. L. 2011. "X-Ray Microanalysis of Burgess Shale and Similarly Preserved Fossils". *Quantifying the Evolution of Early Life*. Topics in Geobiology. 36. pp. 271–299.

- [14] Sardi, Bambang, *et al.*, 2011. *Alat Analisis Spektrofotometer Serapan Atom (Atomic Absorbtion Spektrofotometer)*. Universitas Muslim Indonesia, Makasar.
- [15] Habashi, Fathi *ed.*, 1997. *Handbook of Extractive Metallurgy*. Weinheim : Wiley-VCH.
- [16] F. O'Connor, W.H.Cheung, M.Valix,. 2006. *Reduction Roasting of Limonite Ores : Effect of Dehydroxylation*. *Int. J. Miner Process*, 80 (2006), hal 88-99.
- [17] Jinhui Li, *et al.*, 2009. *Effect of Pre-roasting on Leaching of Laterite*. *Hydrometallurgy*, 99 (2009), hal 84-88.
- [18] E. Buyukakinci, Y.A. Topkaya,. 2009. *Extraction of Nickel from Lateritic Ores at Atmospheric Pressure with Agitation Leaching*. *Hydrometallurgy*, 97 (2009), hal 33-38.
- [19] S. Chander, V.N. Sharma,. 1981. *Reduction Roasting/Ammonia Leaching of Nickeliferous Laterites*. *Hydrometallurgy*, 7 (1981), hal 315-327.
- [20] Handaru S, Suganta. 2008. *Recovery Nikel dari Bijih Limonite Tereduksi oleh Leaching Amonium Bikarbonat*. Universitas Indonesia, Depok.



SEMQuant results. Listed at 14:19:41 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: 0806-limont-awal-1

System resolution = 61 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

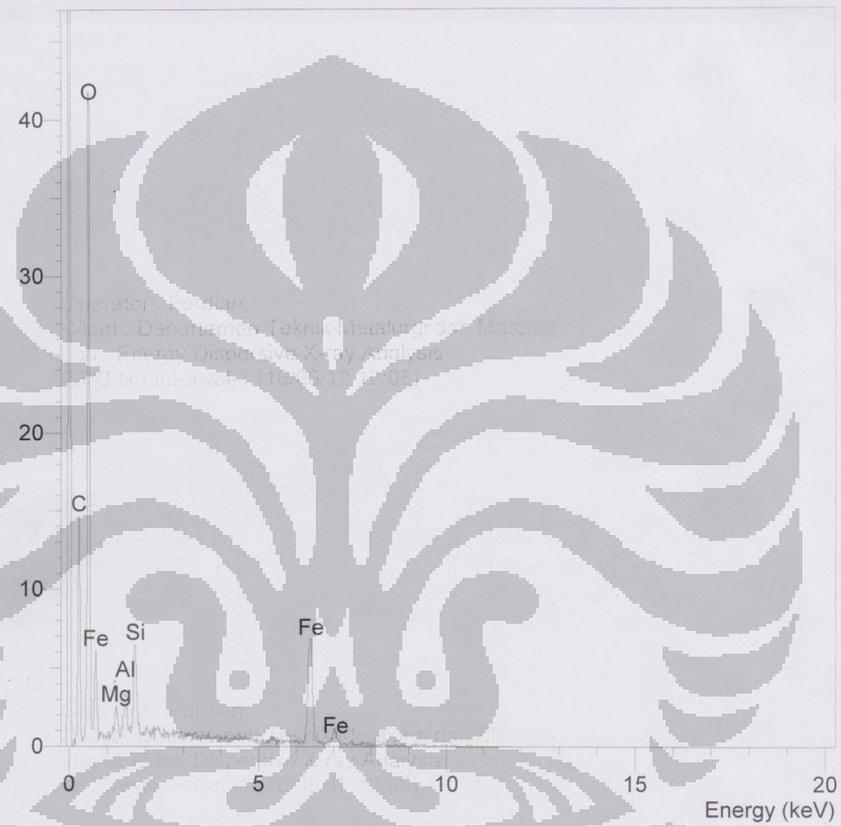
Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
S K FeS2 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
C K	ED	1.41	3.53
O K	ED	28.16	52.96
Mg K	ED	1.11	1.38
Al K	ED	3.99	4.45
Si K	ED	4.50	4.82
S K	ED	0.25	0.23
Fe K	ED	60.58	32.64
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal-1 (16/06/12 12:08)



SEMQuant results. Listed at 14:20:05 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: 0806-limont-awal-2

System resolution = 60 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

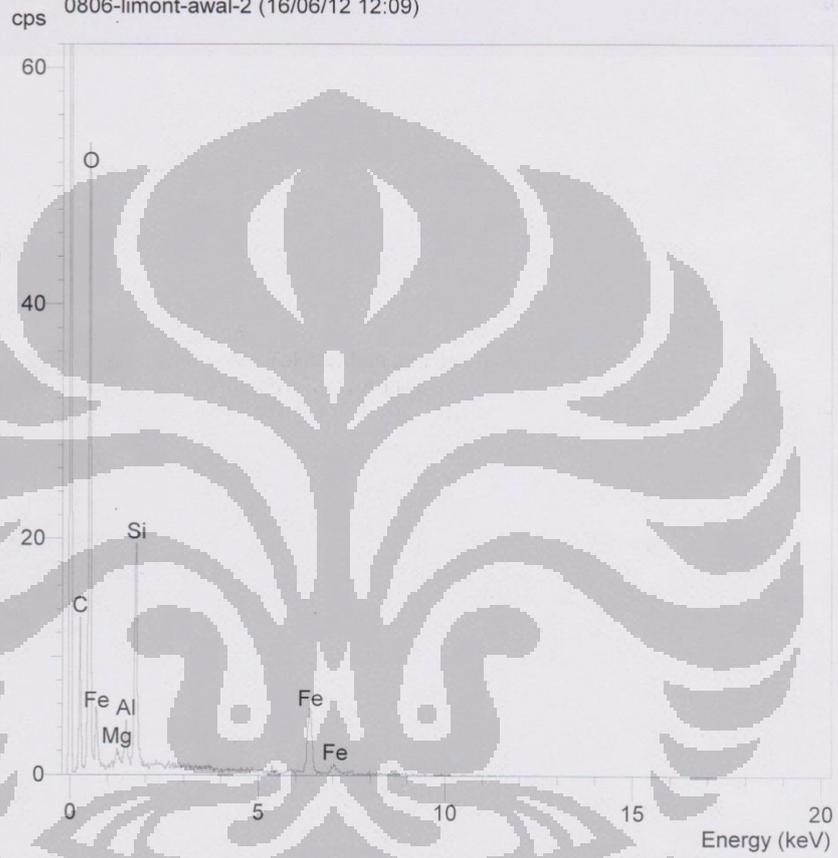
Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
C K	ED	1.33	2.97
O K	ED	34.56	57.87
Mg K	ED	0.56	0.62
Al K	ED	3.78	3.75
Si K	ED	12.91	12.32
Fe K	ED	46.86	22.48
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal-2 (16/06/12 12:09)



SEMQuant results. Listed at 14:20:27 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: -0806-limont-awal-3

System resolution = 60 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

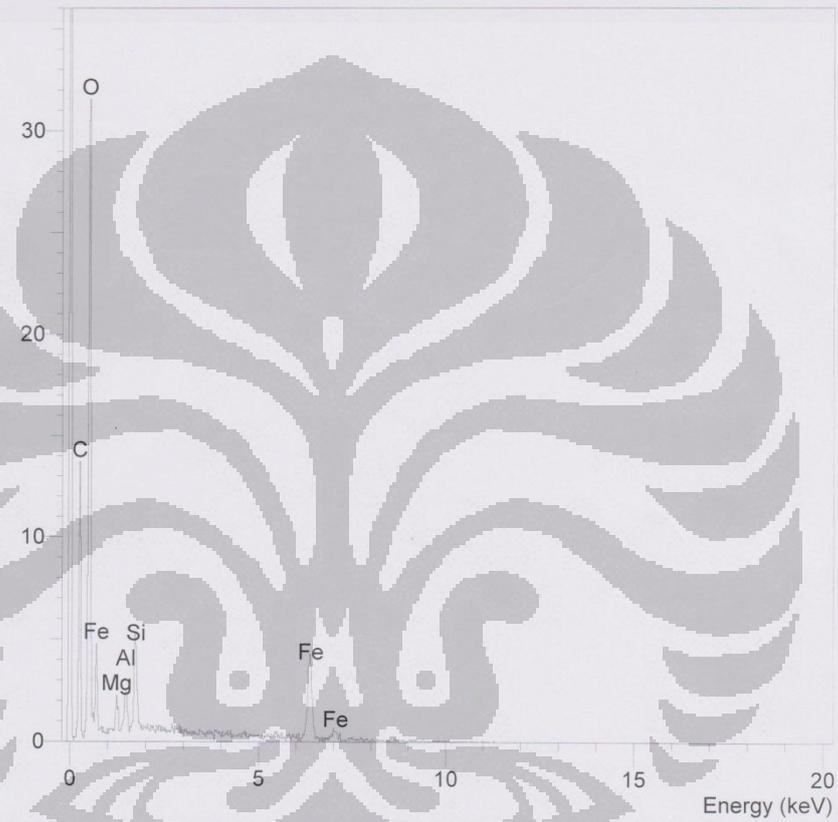
Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
C K	ED	2.12	4.93
O K	ED	32.24	56.20
Mg K	ED	1.45	1.66
Al K	ED	4.40	4.54
Si K	ED	5.67	5.63
Fe K	ED	54.12	27.03
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal-3 (16/06/12 12:11)



SEMQuant results. Listed at 14:20:40 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: 0806-limont-awal 2-1

System resolution = 60 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

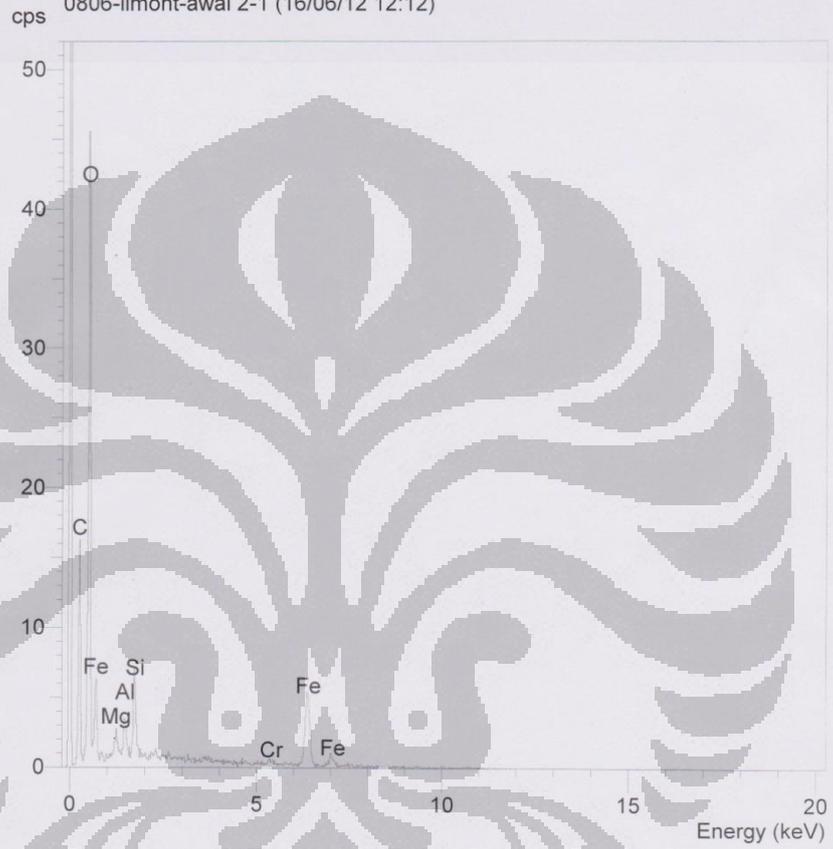
Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
Cr K Chromium 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	1.66	3.83
O K	ED	34.05	58.75
Mg K	ED	1.19	1.35
Al K	ED	4.36	4.46
Si K	ED	5.19	5.11
Cr K	ED	1.16	0.62
Fe K	ED	52.39	25.90
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal 2-1 (16/06/12 12:12)



SEMQuant results. Listed at 14:20:49 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: 0806-limont-awal 2-2

System resolution = 60 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
Cr K Chromium 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

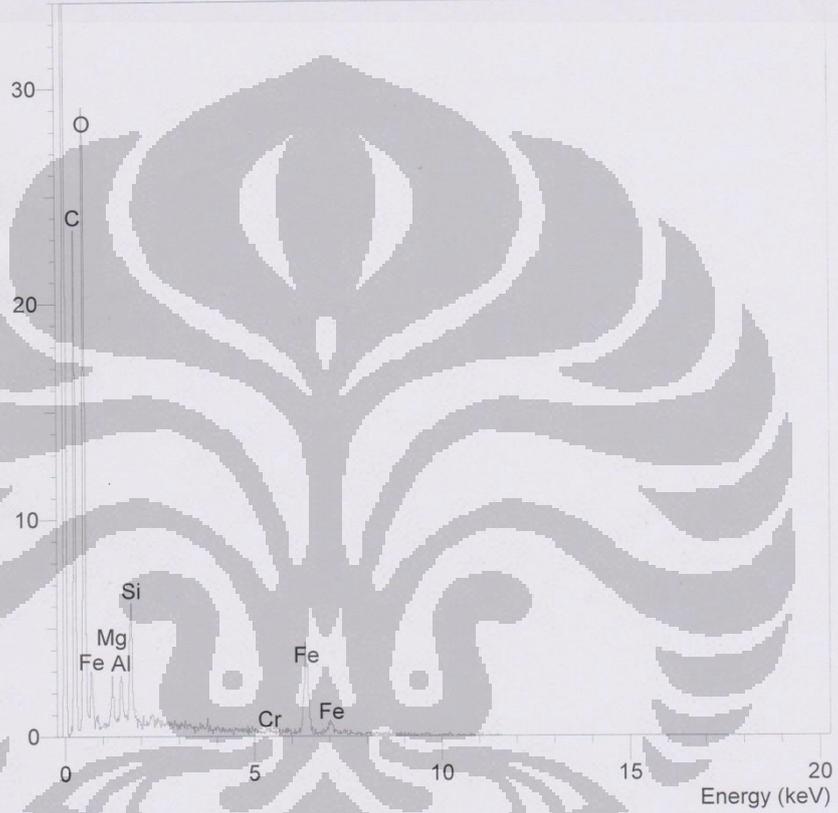
Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	2.94	6.82
O K	ED	30.25	52.76
Mg K	ED	2.02	2.32
Al K	ED	4.72	4.88
Si K	ED	6.39	6.35
Cr K	ED	1.21	0.65
Fe K	ED	52.48	26.22
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma



Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal 2-2 (16/06/12 12:13)

cps



SEMQuant results. Listed at 14:21:02 on 16/06/12
Operator: Ferdian
Client: Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job: Energy Dispersive X-ray Analysis
Spectrum label: 0806-limont-awal 2-3

System resolution = 60 eV

Quantitative method: ZAF (2 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

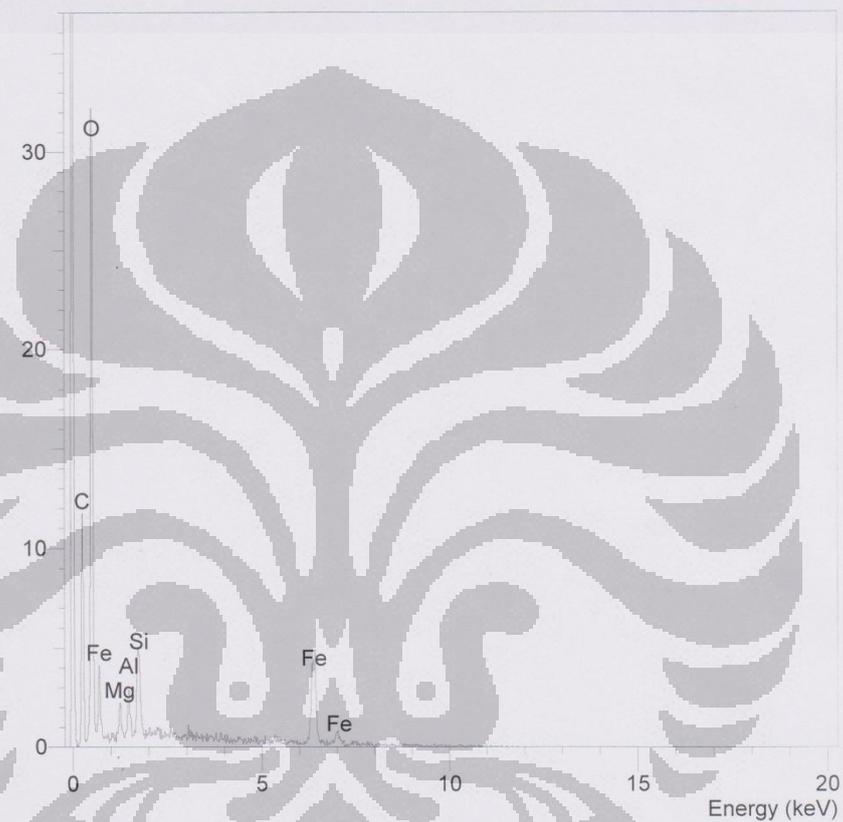
Standards :

C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Mg K Magnesium Oxide 20/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11
Fe K FeS2 18/05/11

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
C K	ED	1.82	4.40
O K	ED	29.77	53.95
Mg K	ED	1.66	2.01
Al K	ED	4.14	4.45
Si K	ED	5.25	5.42
Fe K	ED	57.34	29.77
Total		100.00	100.00

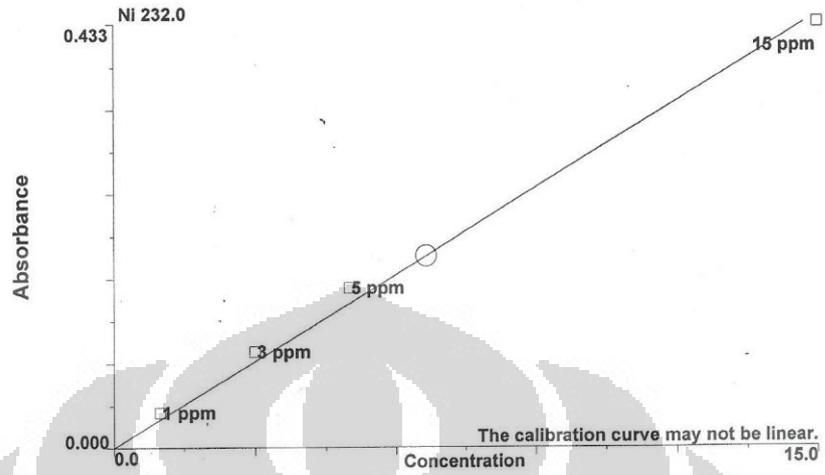
* = <2 Sigma

Operator : Ferdian
Client : Departemen Teknik Metalurgi dan Material
Job : Energy Dispersive X-ray Analysis
0806-limont-awal 2-3 (16/06/12 12:14)



Edit Calibration

Result: MHS UI Ni 11.6.12 B



Calibration Curve Slope: 0.02943
 Calibration Curve Intercept: 0.00000
 Calibration Curve Correlation Coefficient: 0.997710
 Calibration Curve Type: Linear Through Zero
 Current Sample Concentration: 6.646 ppm

Std #	Standard ID	Entered Conc.	Calculated Conc.	Action
Blank	Blanko	0	0.000	Include
1	1 ppm	1.0	1.227	Include
2	3 ppm	3.0	3.326	Include
3	5 ppm	5.0	5.535	Include
4	15 ppm	15.0	14.706	Include
5	30 ppm	30.0	23.249	Ignore

6/12/2012 12:00:46 AM

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
21	12	2012/06/11	12	2012/06/11	12	2012/06/11
Sample ID:	Ro.120		Ro.120		Ro.120	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	15.77		15.77		15.77	
	ppm		ppm		ppm	
	23:51:50.00		23:51:50.00		23:51:50.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.6641		0.6641		0.6641	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
23	13	2012/06/11	13	2012/06/11	13	2012/06/11
Sample ID:	H2SO4 0.1 M		H2SO4 0.1 M		H2SO4 0.1 M	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	5.476		5.476		5.476	
	ppm		ppm		ppm	
	23:52:21.00		23:52:21.00		23:52:21.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.1612		0.1612		0.1612	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
23	14	2012/06/11	14	2012/06/11	14	2012/06/11
Sample ID:	H2SO4 0.2 M		H2SO4 0.2 M		H2SO4 0.2 M	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	6.322		6.322		6.322	
	ppm		ppm		ppm	
	23:54:59.00		23:54:59.00		23:54:59.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.1851		0.1851		0.1851	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
24	15	2012/06/11	15	2012/06/11	15	2012/06/11
Sample ID:	H2SO4 0.3 M		H2SO4 0.3 M		H2SO4 0.3 M	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	7.378		7.378		7.378	
	ppm		ppm		ppm	
	23:55:27.00		23:55:27.00		23:55:27.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.2171		0.2171		0.2171	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
17	9	2012/06/11	9	2012/06/11	9	2012/06/11
Sample ID:	Ro.60		Ro.60		Ro.60	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	14.88		14.88		14.88	
	ppm		ppm		ppm	
	23:48:39.00		23:48:39.00		23:48:39.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.4407		0.4407		0.4407	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
18	10	2012/06/11	10	2012/06/11	10	2012/06/11
Sample ID:	Ro.80		Ro.80		Ro.80	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	0.130		0.130		0.130	
	ppm		ppm		ppm	
	23:49:30.00		23:49:30.00		23:49:30.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.0036		0.0036		0.0036	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
19	10	2012/06/11	10	2012/06/11	10	2012/06/11
Sample ID:	Ro.80		Ro.80		Ro.80	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	15.28		15.28		15.28	
	ppm		ppm		ppm	
	23:50:47.00		23:50:47.00		23:50:47.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.4431		0.4431		0.4431	
	ppm		ppm		ppm	

Seq. No.	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
20	11	2012/06/11	11	2012/06/11	11	2012/06/11
Sample ID:	Ro.100		Ro.100		Ro.100	
Sample Analyte:	Corr. Absorbance		Corr. Absorbance		Corr. Absorbance	
	Conc (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.
	15.59		15.59		15.59	
	ppm		ppm		ppm	
	23:51:18.00		23:51:18.00		23:51:18.00	
	%RSD:		%RSD:		%RSD:	
Mean:	0.4588		0.4588		0.4588	
	ppm		ppm		ppm	

Set. No.	AS Loc.	AS Loc.	Date:	%RSD:	Time
Sample ID:	Conc. (Calib)	Std. Dev.	Conc (Sample)	Std. Dev.	
25	16		20/10/11		
H2SO4 0.1 M					
Conc. Absorbance					
NI 132.0	0.1956	ppm	8.648	ppm	23:56:07.00
Mean:	0.1956	ppm	8.648	ppm	



KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
SYARIF HIDAYATULLAH JAKARTA
PUSAT LABORATORIUM TERPADU

Jl. Ir. H. Juanda No. 95 Ciputat 15412 Indonesia

Telp. (62-21) 7401592 Fax. (62-21) 7495967
Website : www.uinjkt.ac.id Email : plt@uinjkt.ac.id

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

No. Un.01/LT/OT.01.6/0020/2012

Nomor Order : 0020 Pelanggan : Mahasiswa UI
Tanggal diterima : 8 Juni 2012 Kontak Person : Gana
Sampel Matrik : Cair Alamat : Depok

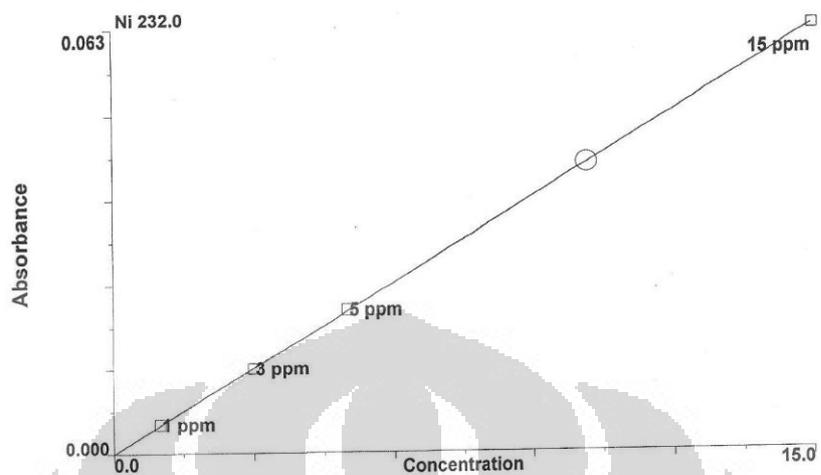
Lab ID	Sampel ID	Parameter	Satuan	Hasil	Metode
0020-1	R 60	Ni	mg/L	14,98	FAAS
0020-2	R 80	Ni	mg/L	15,28	FAAS
0020-3	R 100	Ni	mg/L	15,59	FAAS
0020-4	R 120	Ni	mg/L	15,77	FAAS
0020-5	H ₂ SO ₄ 0,1 M	Ni	mg/L	5,47	FAAS
0020-6	H ₂ SO ₄ 0,2 M	Ni	mg/L	6,32	FAAS
0020-7	H ₂ SO ₄ 0,3 M	Ni	mg/L	7,37	FAAS
0020-8	H ₂ SO ₄ 0,4 M	Ni	mg/L	8,64	FAAS

Jakarta, 12 Juni 2012
Kepala,


Dr. Fahma Wijayanti, M.Si

Edit Calibration

Result: MHS UI 13.6.12



Calibration Curve Slope: 0.00417
Calibration Curve Intercept: 0.00000
Calibration Curve Correlation Coefficient: 0.999987
Calibration Curve Type: Linear Through Zero
Current Sample Concentration: 10.158 ppm

Std #	Standard ID	Entered Conc.	Calculated Conc.	Action
Blank	Blanko	0	0.000	Include
1	1 ppm	1.0	1.026	Include
2	3 ppm	3.0	2.979	Include
3	5 ppm	5.0	5.041	Include
4	15 ppm	15.0	14.989	Include

6/13/2012 9:24:28 AM

Seq. No.	Sample ID:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
9	H2504 0.3 M	3	2012/06/13	7	2012/06/13	13	2012/06/13
10	H2504 0.4 M	4	2012/06/13	8	2012/06/13	14	2012/06/13
11	Non. 60	5	2012/06/13	9	2012/06/13	15	2012/06/13
12	Non. 30	6	2012/06/13				

Seq. No.	Sample ID:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
3	NI 232.0	3	2012/06/13	7	2012/06/13	13	2012/06/13
4	NI 232.0	4	2012/06/13	8	2012/06/13	14	2012/06/13
5	NI 232.0	5	2012/06/13	9	2012/06/13	15	2012/06/13
6	NI 232.0	6	2012/06/13				

Seq. No.	Sample ID:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
13	NI 232.0	13	2012/06/13	7	2012/06/13	13	2012/06/13
14	NI 232.0	14	2012/06/13	8	2012/06/13	14	2012/06/13
15	NI 232.0	15	2012/06/13	9	2012/06/13	15	2012/06/13

Seq. No.	Sample ID:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:	AS Loc:	Date:
7	NI 232.0	7	2012/06/13	7	2012/06/13	13	2012/06/13
8	NI 232.0	8	2012/06/13	8	2012/06/13	14	2012/06/13
9	NI 232.0	9	2012/06/13	9	2012/06/13	15	2012/06/13

0.0248

0.0248



KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
SYARIF HIDAYATULLAH JAKARTA
PUSAT LABORATORIUM TERPADU

Jl. Ir. H. Juanda No. 95 Ciputat 15412 Indonesia

Telp. (62-21) 7401592 Fax. (62-21) 7495967
Website : www.uinjkt.ac.id Email : plt@uinjkt.ac.id

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

No. Un.01/LT/OT.01.6/0023/2012

Nomor Order : 0023 Pelanggan : Mahasiswa UI
Tanggal diterima : 12 Juni 2012 Kontak Person : Gana
Sampel Matrik : Cair Alamat : Depok

Lab ID	Sampel ID	Parameter	Satuan	Hasil	Metode
0023-1	Non 60	Ni	mg/L	10,15	FAAS
0023-2	Non 80	Ni	mg/L	12,64	FAAS
0023-3	Non 100	Ni	mg/L	12,98	FAAS
0023-4	Non 120	Ni	mg/L	13,21	FAAS
0023-5	Unreduced H ₂ SO ₄ 0,1 M	Ni	mg/L	4,47	FAAS
0023-6	Unreduced H ₂ SO ₄ 0,2 M	Ni	mg/L	5,27	FAAS
0023-7	Unreduced H ₂ SO ₄ 0,3 M	Ni	mg/L	5,95	FAAS
0023-8	Unreduced H ₂ SO ₄ 0,4 M	Ni	mg/L	6,81	FAAS

Jakarta, 13 Juni 2012
Kepala,


Dr. Fahma Wijayanti, M.Si

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 0529
Data : Awal
Sample Name : Awal
Comment :
Date & Time : 06-01-12 13:16:44

Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)

Slits
Auto Slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)

Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 15

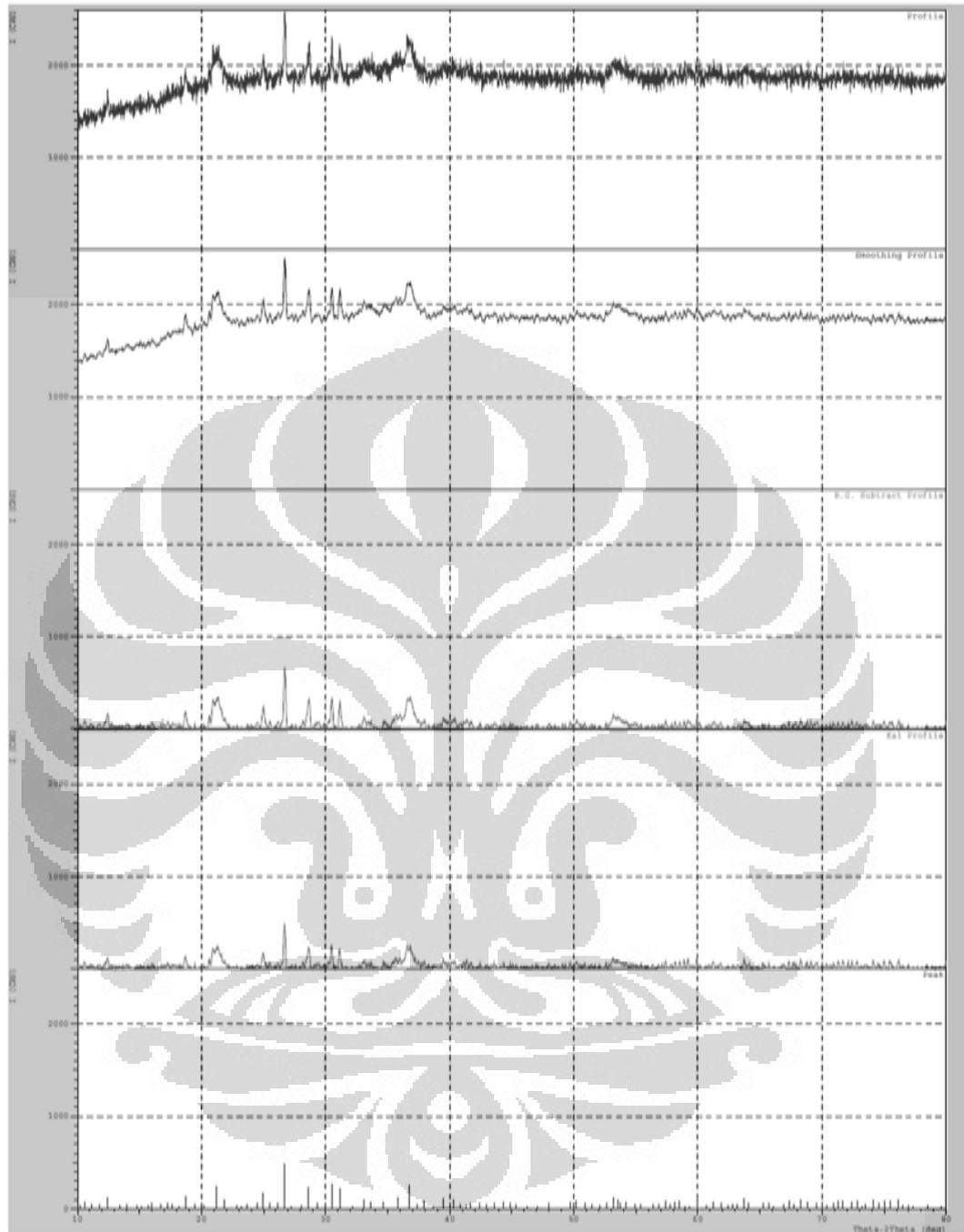
B.G.Subtraction [AUTO]
sampling points : 17
repeat times : 30

Ka1-a2 Separate [MANUAL]
Ka1 a2 ratio : 50 (%)

Peak Search [MANUAL]
differential points : 31
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2

System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

< Group: 0529 Data: Awal >



*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 0529
Data : Magnetik
Sample Name : Magnetik
Comment :
Date & Time : 06-01-12 13:58:54

Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)

Slits
Auto Slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)

Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 51

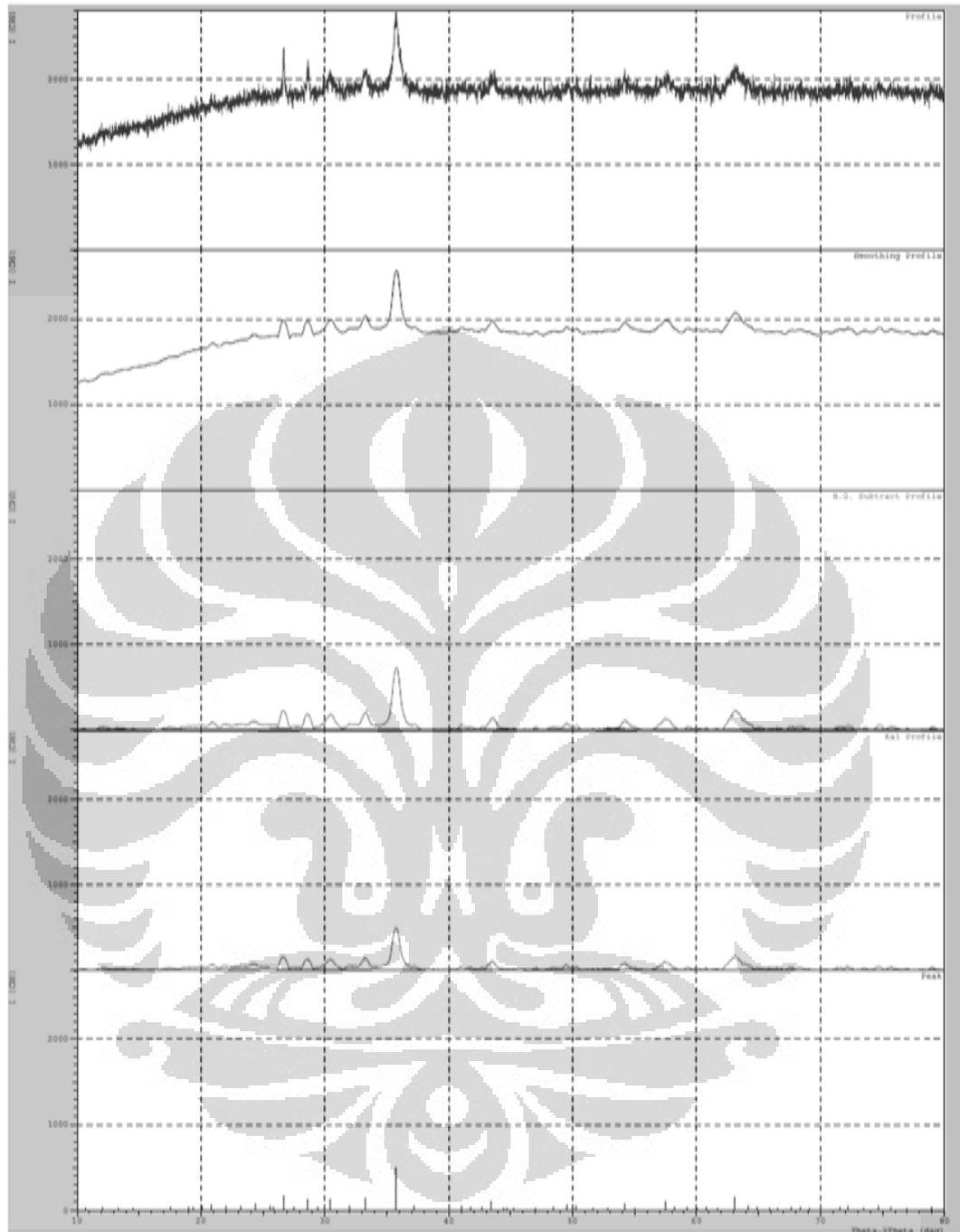
B.G.Subtraction [AUTO]
sampling points : 51
repeat times : 30

Ka1-a2 Separate [MANUAL]
Ka1 a2 ratio : 50 (%)

Peak Search [AUTO]
differential points : 39
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2

System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

< Group: 0529 Data: Magnetik >



*** Basic Data Process ***

Data Infomation

Group : 0529
Data : Roasting
Sample Nmae :
Comment : Roasting
Date & Time : 06-04-12 08:20:14

Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)

Slits
Auto Slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)

Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 51
B.G.Subtruction [AUTO]
sampling points : 51
repeat times : 30
K α 1-a2 Separate [MANUAL]
K α 1 a2 ratio : 50 (%)
Peak Search [AUTO]
differential points : 37
FWHM threhold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

< Group: 0529 Data: Roasting >

