



UNIVERSITAS INDONESIA

**EFEK SCALE-UP PADA PROSES PELINDIAN BIJIH NIKEL
KADAR RENDAH JALUR HIDROMETALURGI**

TESIS

**NURHAYATI INDAH CIPTASARI
1006786650**

**FAKULTAS MATEMATIKA ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM PASCASARJANA ILMU MATERIAL
JAKARTA
JUNI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**EFEK SCALE-UP PADA PROSES PELINDIAN BIJIH NIKEL
KADAR RENDAH JALUR HIDROMETALURGI**

TESIS

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
magister**

**NURHAYATI INDAH CIPTASARI
1006786650**

**FAKULTAS MATEMATIKA ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM PASCASARJANA ILMU MATERIAL
JAKARTA
JUNI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : NURHAYATI INDAH CIPTASARI

NPM : 1006786650

Tanda Tangan :

Tanggal : 30 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :

**Nama : Nurhayati Indah Ciptasari
NPM : 1006786650
Program Studi : Ilmu Material
Judul Tesis : Efek Scale-Up pada Proses Pelindian Bijih Nikel Kadar Rendah Jalur Hidrometalurgi**

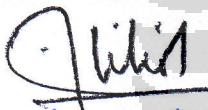
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Pengaji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Science pada Program Studi Ilmu Material, Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

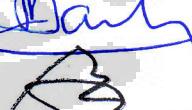
Pembimbing 1: Dr. Azwar Manaf, M.Met

()

Pembimbing 2: Dr. Rudi Subagja

()

Pengaji : Dr. Bambang Soegiono

()

Pengaji : Dr. Suhardjo Poertadji

()

Pengaji : Dr. Budhy Kurniawan

()

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 30 Juni 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Science Program Studi Ilmu Material pada Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Dr. Azwar Manaf, selaku dosen pembimbing pertama yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (2) Dr. Rudi Subagja, selaku dosen pembimbing kedua yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (3) Dr. Solihin selaku Kepala Bidang Metalurgi Ekstraksi – P2M LIPI yang telah membantu memberikan saran dan masukan dalam penyusunan tesis ini;
- (4) Rekan-rekan di Pusat penelitian Metalurgi LIPI yang telah banyak membantu dalam usaha memperoleh data yang saya perlukan;
- (5) Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral; dan
- (6) Sahabat yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Jakarta, Juni 2012

Penulis

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

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

Nama : Nurhayati Indah Ciptasari

NPM : 1006786650

Program Studi : Ilmu Material

Fakultas : Matematika Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis karya : Tesis

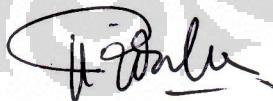
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Efek Scale-Up pada Proses Pelindian Bijih Nikel Kadar Rendah Jalur Hidrometalurgi

beserta 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 : Jakarta
Pada tanggal : 30 Juni 2012
Yang menyatakan



(Nurhayati Indah Ciptasari)

ABSTRAK

Nama : Nurhayati Indah Ciptasari
Program Studi : Ilmu Material
Judul : Efek Scale-Up pada Proses Pelindian Bijih Nikel Kadar Rendah Jalur Hidrometalurgi

Bijih nikel laterit banyak tersedia di Indonesia bagian timur, seperti Pulau Sulawesi dan kepulauan Maluku termasuk pulau-pulau kecil di sekitarnya. Faktanya, sejauh ini bijih nikel kadar rendah tipe limonit belum diproses karena kandungan nikelnya sangat rendah. Dalam tesis ini kami membahas hasil terbaru pada efek scale-up dari pengolahan bijih nikel kadar rendah melalui pendekatan hidrometalurgi. Proses ini dipilih karena kandungan magnesium yang rendah dalam bijih dan konsumsi energi yang minimal selama pemprosesan. Proses yang dipilih yaitu pelindian atmosferik. Variabel-variabel proses yang dipelajari adalah persen pelarut, temperatur proses, waktu pelindian, ukuran mesh dan efek scale-up. Karakterisasi residu dipelajari dengan menggunakan SEM, XRD dan XRF. Sementara hasil proses pelindian dalam bentuk larutan dianalisis menggunakan AAS untuk menentukan fraksi elemen terlarut. Hasil penelitian saat ini menunjukkan bahwa pelindian bijih nikel kadar rendah jalur hidrometalurgi menggunakan 37% asam klorida pekat telah mengekstraksi Ni dan Fe dari bijih dengan hasil 76,7% dan 75,8%. Hal ini dicapai pada kondisi proses berikut: temperatur optimum 90°C, 200 mesh dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Selanjutnya, pada saat bahan baku tersebut ditingkatkan hingga 100 gram limonit, hasil tersebut menurun menjadi 55% dan 65 %. Selanjutnya, terjadi penurunan hingga sekitar 45% ketika bahan baku ditingkatkan dua kali lipat menjadi 200 gram limonit.

Kata kunci : limonit, asam klorida, pelindian, hidrometalurgi, laterit

ABSTRACT

Name : Nurhayati Indah Ciptasari
Study Program : Material Science
Title : Effect Process Scale-up on Low Grade of Nickel Ore Leaching
Hydrometallurgical Path

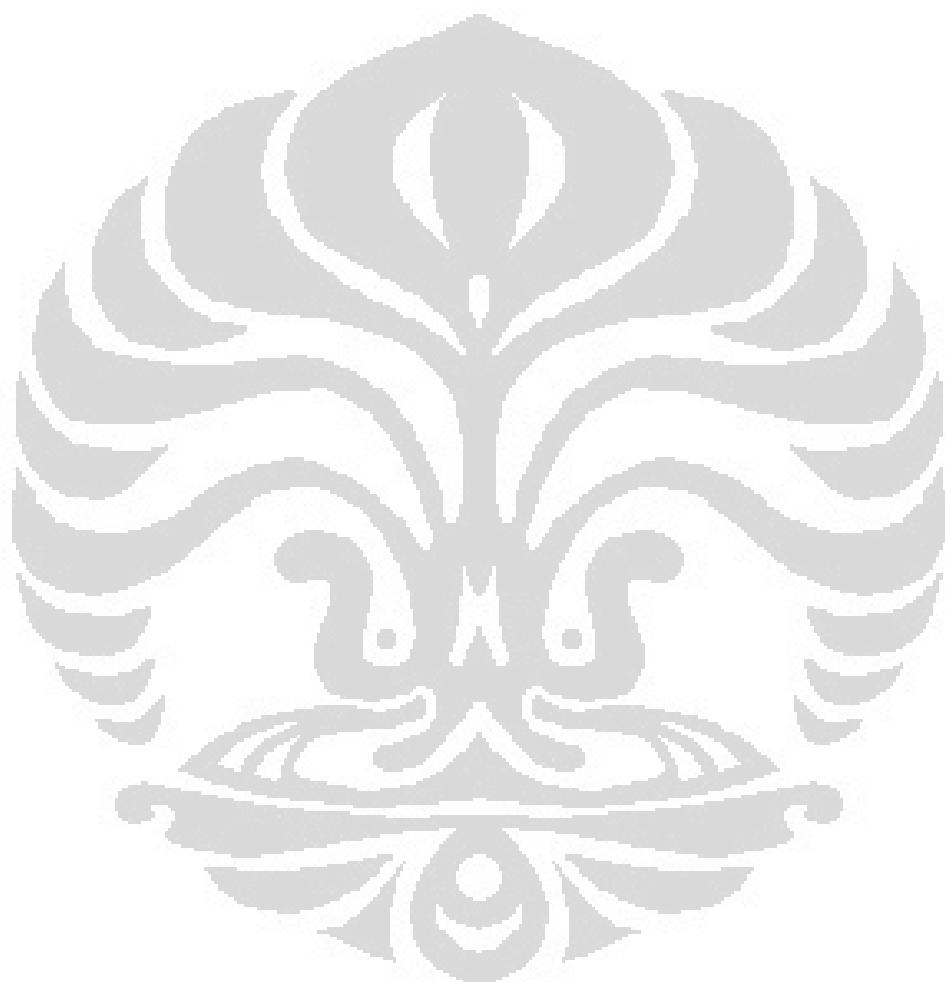
The laterite nickel ores are abundantly available in the eastern part of Indonesia island like Sulawesi and Maluku islands including many small islands around them. The fact that nickel ores called limonite have not been processed so far due to the nickel content is very low. In this thesis, we discussed our recent works on the effects of scaling up of processing for low grade nickel ores through a hydrometallurgical approach. This was selected due to the low magnesium content in the ores and minimum energy consumption during processing. The selected process is the atmospheric leaching. Processing variables which were studied including the optimum percentage of solvent, processing temperatures, leaching time, mesh sizing and the scale-up effects. Characterization of the residue was studied using SEM, XRD and XRF. While the materials which deposited in the leaching filtrate were analyzed using AAS to determine the fraction of dissolved elements. Results of current research work showed that leaching of low grade nickel ore using a hydrometallurgical route using 37% concentrated hydrochloric acids have resulted extracted materials of Ni and Fe with extraction yields 76.7% and 75.8% respectively. This was obtained at the following processing conditions: optimum temperature 90°C; 200 mesh and the stirring speed of 300 rpm. Further to this, when the feedstock was scaled up to 100 grams limonite, the yields were decreased to 55 % and 65 % for Ni and Fe respectively. A further decreased to about 45 % occurred when the feedstock was doubled to 200 grams limonite.

Keywords : limonite; hydrochloric acid; leaching; hydrometallurgy; laterites

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----------|
| HALAMAN JUDUL..... | i |
| LEMBAR PENGESAHAN | ii |
| KATA PENGANTAR | iii |
| LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH | iv |
| ABSTRAK..... | v |
| DAFTAR ISI..... | vii |
| DAFTAR GAMBAR | ix |
| DAFTAR TABEL..... | x |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xi |
| 1. PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Perumusan Masalah..... | 3 |
| 1.3 Batasan Penelitian | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 3 |
| 1.5 Manfaat Penelitian..... | 4 |
| 1.6 Sistematika Penulisan | 4 |
| 2. TINJAUAN PUSTAKA..... | 5 |
| 2.1 Ganesa Nikel laterit | 5 |
| 2.2 Jenis Nikel Laterit | 7 |
| 2.3 Peranan Logam Nikel..... | 10 |
| 2.4 Proses Pengolahan Bijih Nikel | 11 |
| 2.4.1 Proses Pelindian Atmosfer | 11 |
| 2.4.2 Pelindian dengan Tekanan Tinggi..... | 13 |
| 2.4.3 Proses Caron..... | 14 |
| 2.5 Mekanisme Pelarutan | 15 |
| 2.5.1 Mekanisme Reaksi | 15 |
| 2.5.2 Laju Reaksi..... | 17 |
| 2.5.3 Energi Aktivasi Pelarutan..... | 18 |
| 2.5.4 Faktor-faktor yang mempengaruhi proses pelindian..... | 19 |
| 3. METODOLOGI PENELITIAN..... | 22 |
| 3.1 Preparasi Bahan Baku | 23 |
| 3.2 Analisis Sampel Awal | 23 |
| 3.2.1 Analisis Komposisi Kimia | 23 |
| 3.2.2 Analisis Kualitatif Sampel | 23 |
| 3.3 Alat dan Bahan | 24 |
| 3.3.1 Alat yang digunakan..... | 24 |
| 3.3.2 Bahan..... | 25 |
| 3.4 Percobaan Pelindian | 25 |
| 3.5 Metode Pegambilan Data | 26 |
| 3.6 Analisis Kuanlitatif dan Kuantitatif Produk | 26 |
| 3.7 Perhitungan Analisis AAS..... | 27 |
| 4. HASIL DAN PEMBAHASAN | 28 |
| 4.1 Mineralogi Bijih Nikel Limonit | 28 |
| 4.2 Pengaruh Waktu Pelindian | 30 |
| 4.3 Pengaruh Konsentrasi Asam | 34 |

| | |
|--------------------------------------|-----------|
| 4.4 Pengaruh Temperatur | 37 |
| 4.5 Pengaruh Ukuran Partikel | 38 |
| 4.6 Efek Scale Up | 39 |
| 5. KESIMPULAN DAN SARAN | 42 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 43 |

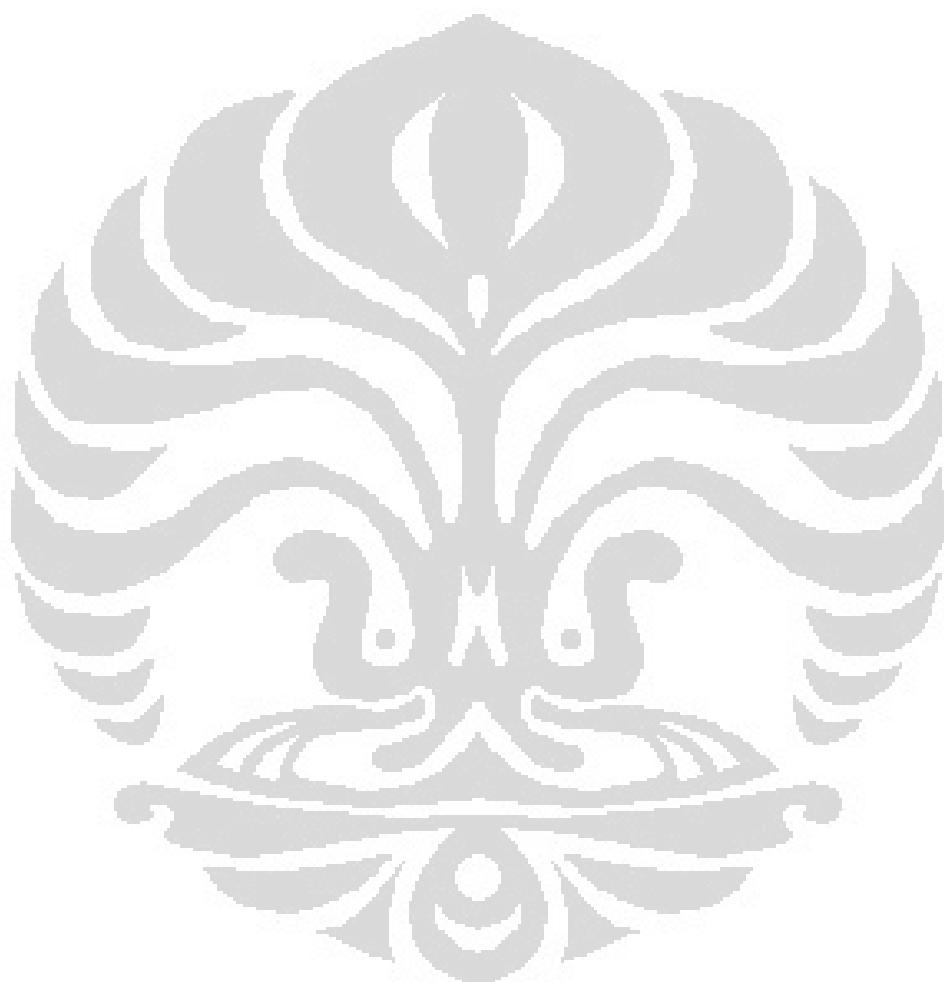


DAFTAR GAMBAR

| | | |
|--------------|---|----|
| Gambar 2.1. | Distribusi sumber bijih laterit dunia | 5 |
| Gambar 2.2. | Lapisan bijih laterit..... | 9 |
| Gambar 2.3. | Distribusi penggunaan nikel..... | 10 |
| Gambar 2.4. | Tipikal grafik pelindian laterit..... | 12 |
| Gambar 2.5. | Proses pelindian pada tekanan tinggi | 13 |
| Gambar 2.6. | Proses caron..... | 14 |
| Gambar 3.1. | Diagram alir penelitian | 22 |
| Gambar 3.2. | Alat <i>ball mill</i> | 24 |
| Gambar 3.3. | Alat <i>shieve shaker</i> | 24 |
| Gambar 3.4. | Reaktor pelindian dan hot plate..... | 25 |
| Gambar 4.1. | Hasil XRD bijih nikel limonit | 29 |
| Gambar 4.2. | Hasil SEM bijih nikel limonit..... | 30 |
| Gambar 4.3. | Kelarutan nikel dan besi terhadap waktu pelindian..... | 31 |
| Gambar 4.4. | Per센 ekstraksi terhadap waktu pelindian..... | 32 |
| Gambar 4.5. | Hasil XRD bijih limonit proses pelindian temperatur 70°..... | 33 |
| Gambar 4.6. | Hasil SEM residu pelindian..... | 33 |
| Gambar 4.7. | Per센 ekstraksi terhadap konsentrasi asam | 34 |
| Gambar 4.8. | Hasil XRD residu pelindian konsentrasi asam 10% | 35 |
| Gambar 4.9. | Hasil SEM konsetrasi asam 10% | 36 |
| Gambar 4.10. | Kelarutan logam terhadap temperatur | 37 |
| Gambar 4.11. | Pengaruh efek scale up persen ekstraksi Nikel terhadap waktu pelindian..... | 41 |
| Gambar 4.12. | Pengaruh efek scale up persen ekstraksi besi terhadap waktu pelindian..... | 41 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1. Contoh komposisi bijih nikel laterit dari INCO | 7 |
| Tabel 4.1. Komposisi kimia bijih nikel limonit..... | 28 |
| Tabel 4.2. Perbandingan persen ekstraksi pada ukuran mesh 100 dan 200 | 39 |

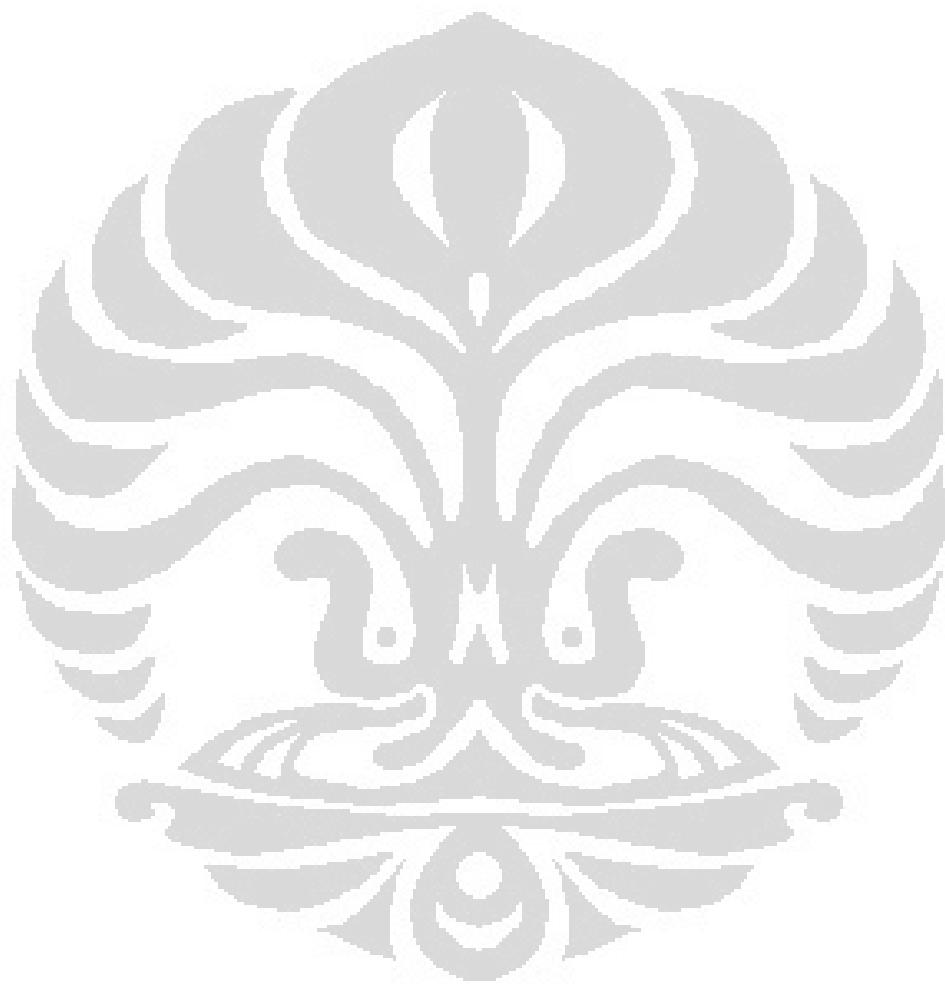


DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 : Analisis XRF

Lampiran 2 : Analisis XRD

Lampiran 3: Perhitungan Analisis AAS



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam nikel merupakan logam yang sangat penting dalam kehidupan modern. Nikel banyak digunakan sebagai unsur pemanfaatan yang sangat penting dalam pembuatan baja tahan karat, baja khusus (*tool steel, armour steel, etc*), katalis, dan lain-lain. Permintaan baja tahan karat dan baja keperluan khusus terus meningkat, dan sekitar 60% nikel dunia digunakan sebagai unsur pemanfaatan dalam baja tahan karat (Barkas 2011, Kuck 2000). Oleh karena itu, proses pengolahan untuk menghasilkan nikel dan kobal menjadi hal yang sangat penting.

Sumber dari nikel adalah bijih nikel yang dapat diperoleh dari bijih sulfida, arsenida, antimonida, silikat dan oksida. (Joseph R Bold, JR, 1966). Bijih nikel sulfida umumnya terdiri dari *pantlandite, millerit, heat lewodite, poly dynite, violarite* dan *siegenite*. Bijih nikel arsenida umumnya terdiri dari *Ni ceolite, maucherite, rammels bersite* dan *gersdorffite*. Bijih nikel antimonida terdiri dari *anna bersite*. Sedangkan bijih nikel silikat dan oksida terdiri dari *garnierite* dan *limonitic*. Dari bijih nikel tersebut, yang paling banyak dijumpai di Indonesia adalah bijih nikel silikat oksida. Cadangan bijih nikel melimpah di Indonesia bagian timur, seperti pulau sulawesi, pulau maluku dan pulau-pulau disekitarnya. Cadangan besi di lapisan laterit bahkan melebihi cadangan besi pada bijih biasa (Antam 2010, Wahyu 2001).

Bijih laterit dapat dibagi menjadi 2 golongan besar. Yang pertama adalah bijih tipe saprolit, yang kedua adalah bijih tipe limonit. Bijih tipe saprolit merupakan bijih yang memiliki kadar nikel tinggi ($\text{Ni} > 1,6\%$) dan magnesium tinggi ($\text{Mg} > 20\%$), tetapi kadar besinya rendah ($\text{Fe} < 20\%$). Sebaliknya, bijih laterit tipe limonit memiliki kadar nikel rendah ($\text{Ni} < 1,4\%$) dan magnesium rendah ($\text{Mg} < 2\%$), tetapi kadar besinya tinggi ($\text{Fe} > 55\%$) (Habashi 1997) . Dilihat dari komposisinya, bijih saprolit lebih cocok diolah melalui jalur proses pirometalurgi. Hal ini karena bijih saprolit banyak mengandung magnesium yang akan mengkonsumsi banyak asam jika diproses dengan jalur hidrometalurgi.

Sedangkan bijih limonit, karena kandungan magnesiumnya sangat rendah, lebih cocok diolah melalui jalur hidrometalurgi (Prasetyo 2008).

Selama ini bijih laterit tipe saprolit telah diproses secara komersial melalui jalur pirometalurgi, untuk menghasilkan nikel matte atau feronikel (FeNi). PT INCO menggunakan bijih saprolit untuk menghasilkan nikel matte, sedangkan PT ANTAM menggunakan bijih saprolit untuk menghasilkan feronikel (Nelson 2007, Loebis 2005). Di alam, bijih laterit terbentuk melalui pelapukan dan erosi batuan asalnya sehingga terbentuk lapisan-lapisan yang kosentrasi masing-masing logam memiliki perbedaan berdasarkan kedalaman. Bijih saprolit selalu terdapat pada lapisan paling dalam, sedangkan bijih limonit terdapat pada lapisan atas. Untuk menambang bijih saprolit harus terlebih dahulu mengelupas lapisan limonit diatasnya. Selama ini lapisan limonit tersebut tidak diproses karena kandungan nikelnya sangat rendah. Padahal volume limonit biasanya lebih besar 2-3 kali volume saprolit. Pada limonit, selain mengandung nikel dan kobal juga mengandung besi dengan kadar yang hampir menyamai bijih besi biasa (bijih besi biasanya mengandung sekitar 60% besi) (Chen 2004, Habashi 1997).

Beberapa tahun terakhir, ada usaha-usaha untuk menjual limonit ke beberapa negara, terutama China. Di sisi lain pada tahun 2014, diberlakukannya UU minerba yang mengharuskan pengolahan mineral sebelum dapat di ekspor. Untuk meningkatkan nilai tambah bijih limonit, sekaligus menyongsong UU minerba, perlu dilakukan penelitian untuk mengolah bijih limonit sebagai dasar guna membantu pendirian industri bijih limonit. Sebagai informasi tambahan, walaupun limonit mengandung sedikit nikel dan kobal yang memiliki nilai jual yang sangat tinggi (sekitar \$ 6,043 per metric ton). Sehingga usaha pengolahan nikel akan menambah devisa negara.

Pada penelitian ini, pengolahan limonit yang dilakukan menggunakan jalur hidrometalurgi. Alasan pemilihan jalur hidrometalurgi adalah karena rendahnya magnesium dan rendahnya energi proses. Energi proses menjadi hal yang sangat krusial, karena harga energi (listrik dan batubara sangat tinggi). Proses yang dipilih adalah yang paling sederhana, yaitu atmosferik leaching. Proses ini memiliki kelebihan dalam hal pengadaan peralatan yang sederhana, karena dilakukan pada tekanan atmosferik biasa.

1.2 Perumusan Masalah

Bijih limonit mengandung bijih besi yang tinggi dengan nikel yang memiliki nilai jual tinggi namun belum terolah dengan baik. Proses yang selama ini dilakukan diluar negeri dan sudah berjalan untuk mengolah nikel kadar rendah adalah proses bertekanan tinggi atau proses hibrida yang mengkonsumsi energi cukup tinggi. Proses bertekanan saat ini tidak digunakan lagi sering terjadinya kerusakan pada autoclave, sehingga dinyatakan sebagai proses yang kurang layak. Sedangkan proses hibrida (proses caron) memerlukan energi yang sangat tinggi untuk pengeringan dan untuk reaksi metalisasi nikel dan kobal. Disaat krisis energi meningkat, proses caron menjadi proses yang tidak efisien. Alternative dari kedua proses di atas adalah proses atmosferik pada tekanan atmosferik biasa (*atmospheric leaching*). Proses ini cocok untuk bijih limonit karena mengandung magnesia yang sangat rendah. Magnesia tidak diinginkan karena mengkonsumsi asam. Adapun besi walaupun mengkonsumsi asam dapat dipisahkan dengan proses netralisasi menggunakan kalsium carbonat. Dan sisa besinya dipisahkan dengan pengendapan selektif atau teknik *solvent extraction* menggunakan pelarut bahan organik.

1.3 Batasan Penelitian

1. Proses pelindian atmosferik bijih nikel limonit untuk menghasilkan larutan kaya nikel
2. Kondisi operasi yang diteliti pada rentang suhu temperatur ruang sampai 90°C dengan perbedaan konsentrasi pelarut, waktu dan ukuran partikel dan pengaruh scale up pada proses pelindian

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini sebagai berikut:

1. Melakukan perintisan pengolahan bijih nikel limonit kadar rendah
2. Melakukan inovasi-inovasi untuk mengembangkan proses pengolahan bijih limonit dengan tujuan mengembangkan proses pelarutan nikel dari bijih limonit sebagai bagian penting dari proses pembuatan logam nikel dari bijih limonit

3. Menghasilkan prototip proses pelindian yang bisa menjadi dasar dari pengolahan bijih limonit untuk menghasilkan nikel
4. Mendapatkan kondisi optimum pelindian untuk mengekstrak nikel dari bijih laterit kadar rendah
5. Mengetahui pengaruh scale-up pada proses pelindian bijih nikel kadar rendah.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Menghasilkan teknologi pengolahan yang akan meningkatkan nilai tambah bijih nikel kadar rendah
2. Menghasilkan prototip proses pelindian yang menjadi bisa acuan bagi pendirian plant pelindian bijih nikel kadar rendah

1.6 Sistematika Penulisan

BAB 1 PENDAHULUAN

Berisi latar belakang masalah, rumusan masalah, tujuan penulisan, manfaat penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Berisi dasar teori yang digunakan untuk menjelaskan proses yang terjadi pada masalah yang dibahas.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Berisi metode dan prosedur yang akan digunakan dalam pengambilan dan pengolahan data dalam proses pelindian bijih nikel limonit

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi hasil yang diperoleh dalam penelitian dan pembahasannya.

BAB 5 KESIMPULAN

Berisi kesimpulan dari hasil penelitian yang telah dilakukan.

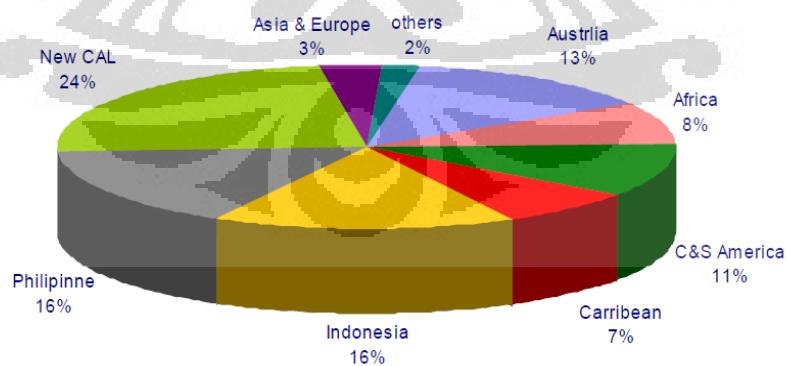
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ganesa Nikel Laterit

Nikel merupakan salah satu barang tambang penting di dunia. Setidaknya sejak 1950 permintaan akan nikel rata-rata mengalami kenaikan 4% tiap tahun, dan diperkirakan sepuluh tahun mendatang terus mengalami peningkatan (Mulshaw 2011). Di dunia, bijih nikel dapat diperoleh melalui pembentukan di alam berdasar kondisi geologis negara bersangkutan, yakni: bijih nikel jenis sulfida dan bijih nikel jenis oksida. Bijih nikel jenis sulfida banyak terdapat di negara-negara sub tropis seperti Canada, Rusia, Eropa Utara, dan Australia. Sedangkan bijih jenis oksida terdapat di negara tropis seperti Indonesia, Filipina, Papua Nugini, Brazil, Afrika Barat, Meksiko dan negara-negara Amerika Tengah (Alcock 1998, Mudd 2009).

Indonesia merupakan negara yang memiliki cadangan bijih nikel oksida yang tinggi, sekitar 12-15 % cadangan nikel oksida dunia seperti ditunjukkan pada gambar 2.1 (Xinfang 2008). Cadangan oksida tersebut banyak terdapat di Indonesia bagian timur seperti pulau Sulawesi, Maluku dan kepulauan sekitar daerah kepala burung Papua Barat.



Gambar 2.1. Distribusi sumber bijih laterit dunia (Xinfang 2008)

Bijih nikel diperoleh dari endapan nikel laterit yang terbentuk akibat pelapukan batuan ultramafik yang mengandung nikel 0.2 - 0.4 %. Jenis-jenis

batuan tersebut antara lain olivine, piroksin, dan amphibole. Endapan nikel laterit terbentuk setelah tubuh batuan beku tersingkap di permukaan dan mengalami pelapukan secara terus-menerus yang mengakibatkan batuan menjadi batuan induk bijih nikel yaitu 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 serpentinit atau batuan serpentinit peridotit. Sedangkan proses kimia dan fisika dari udara, air serta pergantian panas dingin yang bekerja kontinu, menyebabkan disintegrasi dan dekomposisi pada batuan induk (Golightly 1981, Chen 2004, Habashi 1997).

Pada pelapukan kimia khususnya, air tanah yang kaya akan CO_2 berasal dari udara dan pembusukan tumbuh-tumbuhan menguraikan mineral-mineral yang tidak stabil (olivin dan piroksin) pada batuan ultrabasa, menghasilkan Mg, Fe, Ni yang larut; Si cenderung membentuk koloid dari partikel-partikel silika yang sangat halus. Di dalam larutan, Fe teroksidasi dan mengendap sebagai ferri-hydroksida, akhirnya membentuk mineral-mineral seperti geothit, limonit, dan hematit dekat permukaan. Bersama mineral-mineral ini selalu ikut serta unsur kobal 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 atau rekahan-rekahan 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 (Chen 2004).

2.2 Jenis Nikel Laterit

Secara umum, jenis nikel laterite terbagi menjadi dua tipe, yaitu limonit dan saprolit. Keduanya terdapat dalam kedalaman yang berbeda. Bijih limonit terdapat dalam lapisan yang lebih dangkal, sedangkan saprolit terdapat dalam lapisan yang lebih dalam. Kadar nikel dalam bijih jenis saprolit lebih tinggi dibanding bijih nikel jenis limonit. Nikel dalam bijih saprolit biasanya di atas 1.6 % (bisa sampai 2.5 %). Sedangkan kadar nikel dalam bijih limonit berkisar antara 1 sampai 1.6 %. (Solihin 2011). Bijih limonit kaya akan Oksida Fe, mengandung Mg dan silikat yang rendah. Sedangkan bijih saprolit kaya akan Mg dan Silikat. Pada bijih limonit, nikel terutama terjadi dari geothite dan bijihnya biasanya diperlakukan dengan teknik hidrometalurgi. Nikel pada bijih saprolit terjadi terutama dalam Silikat Mg seperti, garniete dan chlorite. Dalam batuan ultramafic, kandungan Nikel dari olvine <3%, sumber nikel asli dalam laterit biasanya < 0,3% Ni. Kebanyakan bijih saprolit diproses oleh metode pirometalurgi (Prasetyo 2008, Solihin 2011).

Selain mengandung nikel, bijih nikel laterit juga mengandung besi, mangan, magnesium, silikon, dan kobalt. Kadar unsur-unsur tersebut dalam tiap jenis bijih berbeda tergantung dari kedalaman lapisan dan lokasi bijih. Contoh komposisi dari bijih laterit ditunjukkan pada tabel 2.1. Pada tabel tersebut terlihat kandungan nikel sekitar 1.44 % (yang mengindikasikan bahwa bijih tersebut merupakan bijih nikel jenis limonit). Pengotor dalam bijih tersebut adalah oksida-silikon, besi, alumunium, mangan, magnesium dan lainnya.

Tabel 2.1. Contoh Komposisi Bijih Nikel Laterit dari INCO

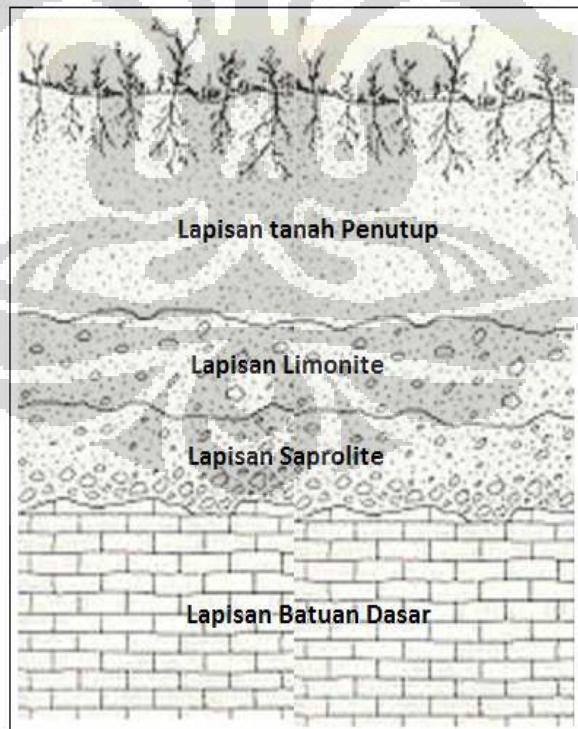
(Georgiou 1998)

| Fe | Si | Al | Cr | Ni | Mg | Mn | S | Co |
|------|------|-----|------|------|------|------|------|------|
| 47.7 | 3.87 | 1.9 | 1.56 | 1.22 | 1.03 | 0.97 | 0.26 | 0.14 |

Profil nikel laterit keseluruhan terdiri dari 4 zona gradasi sebagai berikut (Prasetyo 2008, Thillier 2009) :

1. *Iron Capping* : Merupakan bagian yang paling atas dari suatu penampang laterit. Komposisinya adalah akar tumbuhan, humus, oksida besi dan sisa-sisa organik lainnya. Warna khas adalah coklat tua kehitaman dan bersifat gembur. Kadar nikelnya sangat rendah sehingga tidak diambil dalam penambangan. Ketebalan lapisan tanah penutup rata-rata 0,3 s/d 6 m. berwarna merah tua, merupakan kumpulan massa goethit dan limonit. *Iron capping* mempunyai kadar besi yang tinggi tapi kadar nikel yang rendah. Terkadang terdapat mineral-mineral hematite, chromiferous.
2. *Limonite Layer* : Merupakan hasil pelapukan lanjut dari batuan beku ultrabasa. Komposisinya meliputi oksida besi yang dominan, goethit, dan magnetit. Ketebalan lapisan ini rata-rata 8-15 m. Dalam limonit dapat dijumpai adanya akar tumbuhan, meskipun dalam persentase yang sangat kecil. Kemunculan bongkah-bongkah batuan beku ultrabasa pada zona ini tidak dominan atau hampir tidak ada, umumnya mineral-mineral di batuan beku basa-ultrabasa telah terubah menjadi serpentin akibat hasil dari pelapukan yang belum tuntas. *Fine grained*, merah coklat atau kuning, lapisan kaya besi dari tanah limonit menyelimuti seluruh area. Lapisan ini tipis pada daerah yang terjal, dan sempat hilang karena erosi. Sebagian dari nikel pada zona ini hadir di dalam mineral *manganese oxide*, *lithiophorite*. Terkadang terdapat mineral *talc*, *tremolite*, *chromiferous*, *quartz*, *gibbsite*, *maghemite*.
3. *Saprolite* : Zona ini merupakan zona pengayaan unsur Ni. Komposisinya berupa oksida besi, serpentin sekitar <0,4% kuarsa magnetit dan tekstur batuan asal yang masih terlihat. Ketebalan lapisan ini berkisar 5-18 m. Kemunculan bongkah-bongkah sangat sering dan pada rekahan-rekahan batuan asal dijumpai magnesit, serpentin, krisopras dan garnierit. Bongkah batuan asal yang muncul pada umumnya memiliki kadar SiO₂ dan MgO yang tinggi serta Ni dan Fe yang rendah. campuran dari sisa-sisa batuan, butiran halus limonit, *saprolitic rims*, *vein* dari endapan *garnierite*, *nickeliferous quartz*, mangan dan pada beberapa kasus terdapat silika

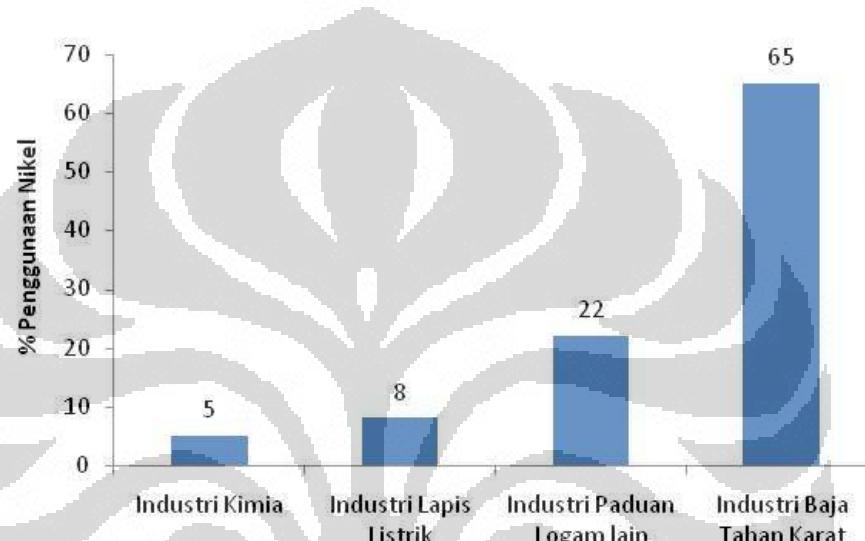
- boxwork, bentukan dari suatu zona transisi dari limonit ke *bedrock*. Terkadang terdapat mineral *quartz* yang mengisi rekahan, mineral-mineral primer yang terlapukkan, *chlorite*. *Garnierite* di lapangan biasanya diidentifikasi sebagai *colloidal talc* dengan lebih atau kurang dari *nickeliferous serpentine*. Struktur dan tekstur batuan asal masih terlihat.
4. *Bedrock* : bagian terbawah dari profil laterit. Tersusun atas bongkah yang lebih besar dari 75 cm dan blok peridotit (batuan dasar) dan secara umum sudah tidak mengandung mineral ekonomis (kadar logam sudah mendekati atau sama dengan batuan dasar). Batuan dasar merupakan batuan asal dari nikel laterit yang umumnya merupakan batuan beku ultrabasa yaitu harzburgit dan dunit yang pada rekahannya telah terisi oleh oksida besi 5-10%, garnierit minor dan silika > 35%. Permeabilitas batuan dasar meningkat sebanding dengan intensitas serpentinisasi. Zona ini terfrakturisasi kuat, kadang membuka, terisi oleh mineral garnierite dan silika. Frakturisasi ini diperkirakan menjadi penyebab adanya root zone yaitu zona high grade Ni, akan tetapi posisinya tersembunyi.



Gambar 2.2 Lapisan bijih laterite (Prasetyo 2008, Thillier 2009) :

2.3 Peranan Logam Nikel

Nikel adalah logam yang banyak dipergunakan untuk kebutuhan sehari-hari dan industri. Diantaranya adalah sebagai unsur pemandu yang sangat penting dalam pembuatan baja tahan karat, baja khusus (*tool steel, armour steel, etc*), unsur pelapis dalam industri lapis listrik (electroplating), katalis, dan lain-lain (LleweUyn 2000, Triland 2008). Penggunaan terbesar nikel adalah sebagai unsur paduan dalam baja tahan karat seperti yang diperlihatkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3. Distribusi Penggunaan Nickel (Barkas 2011)

Dalam baja tahan karat, nikel dipergunakan bersama krom untuk menambah kekuatan dan ketahanan terhadap karat, misal dalam baja tahan karat jenis 304, sekitar 8% nikel digunakan sebagai bahan paduan, untuk meningkatkan kekuatan baja tahan karat tersebut (LleweUyn 2000). Baja tahan karat banyak dipergunakan dalam kehidupan sehari-hari, seperti untuk pembuatan peralatan dapur, bak mandi, tempat cuci, furniture, shelter bis, jendela, gedung, lift, eskalator, komponen kendaraan, tanki khusus, peralatan pabrik, dan infrastruktur lainnya. Mengingat banyaknya kebutuhan baja tahan karat dalam kehidupan sehari-hari maka kebutuhan nikel, yang diperlukan sebagai unsur paduan dalam baja tahan karat tersebut pun meningkat.

Selain untuk keperluan baja tahan karat, nikel pun diperlukan dalam berbagai keperluan lainnya seperti untuk baja kekuatan tinggi (high strength

steel), katalis (dalam bentuk NiO), untuk pelapisan (dalam bentuk Ni-Cr plating), dan lain-lain.

Logam nikel bisa didapatkan dari dua sumber utama yakni:

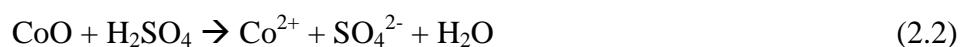
- Sumber dari alam berupa nikel yang terkandung dalam bijih
- Sumber sekunder berupa nikel yang terkandung dari bahan limbah seperti scrap, limbah katalis, limbah industri pelapisan dan lain-lain yang tidak dapat dipastikan ketersediannya, dan sangat sulit dilakukan pendataan mengingat proses pembuangan, pemisahan dan pengumpulan limbah masih belum terorganisasi baik di Indonesia.

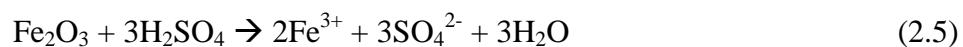
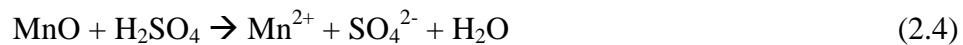
2.4 Proses Pengolahan Bijih Nikel

Proses pengolahan nikel dalam jalur hidrometalurgi, walaupun sebagian teknologi proses belum bisa mencapai tahap proven, memiliki kelebihan dalam hal selektivitasnya untuk memisahkan nikel dan kobal dari besi, mangan, magnesium dan silika. Terdapat beberapa proses pengolahan nikel laterit jalur hidrometalurgi, diantaranya adalah: pelindian pada temperatur kamar dan tekanan atmosfer, pelindian pada tekanan tinggi, dan proses hibrida yang menggabungkan antara reduksi langsung nikel pada temperatur tinggi dan pelindian pada temperatur rendah. Sebagian dari proses masih dalam taraf percobaan, sebagian sudah dalam taraf pilot plant, commissioning plant, dan sebagian bahkan sudah berproduksi secara kontinu (Solihin 2011, Prasetyo 2008)..

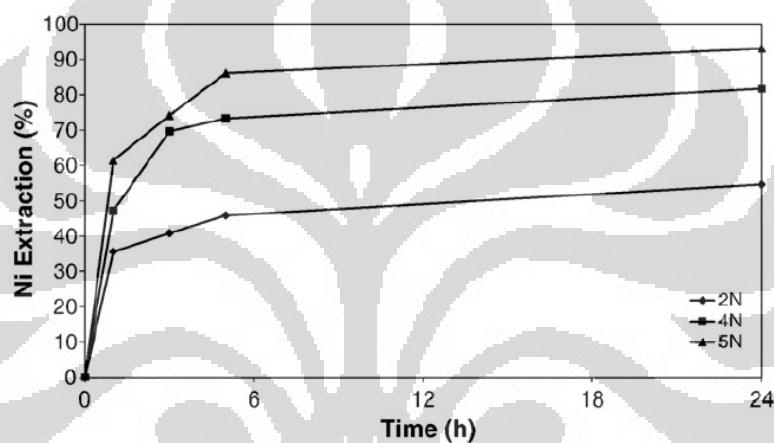
2.4.1 Proses Pelindian Atmosfer

Sesuai dengan namanya, pelindian bijih nikel dalam proses ini dilakukan pada temperatur rendah dan tekanan atmosfer. Nikel dalam bijih akan larut dalam larutan pelindian bersama dengan besi, mangaan dan magnesium. Reaksi pelindiannya adalah sebagai berikut (Solihin 2011):





Dalam kondisi tekanan atmosfer biasa, hampir semua oksida kecuali silika larut dalam asam sulfat. Asam sulfat yang digunakan biasanya adalah asam sulfat yang sangat pekat (sekitar 90%) terutama jika bijih banyak mengandung unsur pengotor. Lama waktu pelindian biasanya lebih dari 10 jam untuk meyakinkan bahwa semua nikel dan kobalt telah terlarut dalam asam sulfat. Tipikal grafik pelindian diperlihatkan pada gambar 2.4.

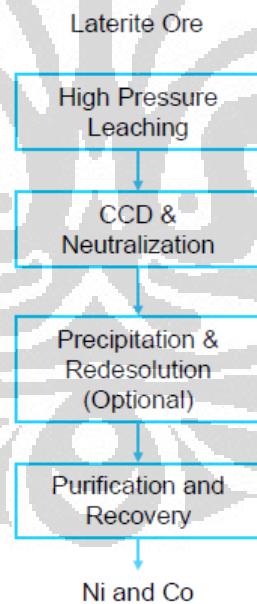


Gambar 2.4 Tipikal grafik pelindian laterit (Büyükkakinci 2009)

Selektivitas proses pelindian atmosfer bisa dikatakan sangat rendah karena asam sulfat dapat melarutkan hampir semua oksida dalam bijih, sehingga memerlukan proses lanjutan untuk memisahkan nikel dan kobal dari besi, mangan dan magnesium. Terdapat berbagai teknik pemisahan, mulai dari pengendapan selektif, sampai teknik ekstraksi pelarut menggunakan pelarut organik. Proses ekstraksi pelarut lebih disukai karena memiliki selektivitas yang tinggi, yakni bisa memisahkan nikel dan kobal (Solihin 2011).

2.4.2 Pelindian dengan Tekanan Tinggi

Proses ini diperkenalkan pertama kali di Moa Bay Kuba. Pelindian dengan tekanan ini memungkinkan proses terjadi pada temperatur yang lebih tinggi (250-280 °C) sehingga pelindian bisa dilakukan secara lebih selektif. Nikel dapat dilarutkan sementara sebagian besar besi tidak terlarut. Proses ini dipilih untuk menghemat pemakaian reagen pelindi. Laju pelindian nikel dan kobal juga lebih tinggi dari pelindian dengan proses atmospheric. Salah satu prasyarat dari proses ini adalah bijih memiliki kadar magnesia yang rendah. Maka dengan demikian proses ini cocok untuk bijih jenis limonitik yang mempunyai kadar Mg rendah. Skema sederhana dari proses ini diperlihatkan pada gambar 2.5. Bijih mengalami proses pelindian pada temperatur tinggi. Filtrat larutan pelindi yang mengandung nikel, kobal dan sebagian besi, mangan dan magnesium kemudian dilakukan proses netralisasi untuk menaikkan pH larutan, yang diikuti dengan pengendapan besi, magnesium dan mangan. Selanjutnya dilakukan proses pemurnian menggunakan teknologi ekstraksi pelarut (Prasetyo 2007).

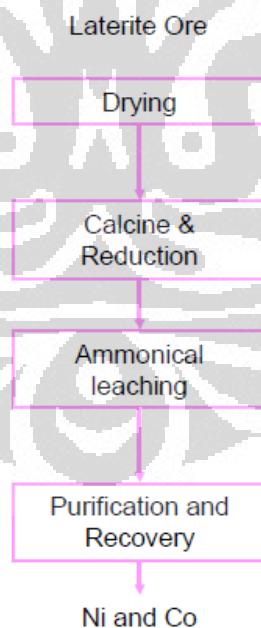


Gambar 2.5. Proses Pelindian pada Tekanan Tinggi (Prasetyo 2007)

2.4.3 Proses Caron

Proses ini merupakan gabungan dari proses jalur pirometalurgi dan hidrometalurgi. Proses ini berhasil dilakukan di Cuba. Skema proses Caron diperlihatkan pada gambar 2.6. Pada proses ini, bijih laterit dimetalisasi melalui proses kalsinasi sehingga menghasilkan metallic nikel dan kobal, sementara besi dan logam lainnya tetap dalam bentuk oksida. Selanjutnya ke dalam hasil kalsinasi dilakukan pelindian menggunakan campuran larutan amonia-amonium karbonat sehingga logam nikel dan kobal dapat dilarutkan, sementara semua oksida tetap dalam residu. Setelah itu, terhadap filtrat dilakukan pemurnian menggunakan ekstraksi pelarut (Bacon 2003).

Proses ini memiliki kelebihan dalam hal resiko korosi yang rendah terhadap peralatan sehingga kemungkinan menurunkan penundaan proses perawatan dan pemeliharaan peralatan akibat korosi. Tetapi proses ini memiliki kekurangan dalam hal tingginya energi proses. Energi tinggi terutama diperlukan untuk proses pengeringan dan kalsinasi. Dengan meningkatnya harga energi maka proses Caron semakin ditinggalkan (Habashi 1997).



Gambar 2.6. Proses Caron (Bacon 2003)

Dari pilihan proses-proses di atas, dilihat dari kesederhanaan proses dan rendahnya energi yang diperlukan, proses pelindian atmosfer lebih memungkinkan untuk diaplikasikan di Indonesia, terutama di daerah-daerah dimana energi listrik sangat terbatas. Proses pelindian bertekanan memerlukan peralatan pengatur tekanan tinggi yang sering mengalami kerusakan dan rawan kecelakaan sedangkan proses Caron memerlukan energi yang sangat tinggi untuk pengeringan dan pemanggangan. Proses atmosferik pada tekanan udara biasa tidak memerlukan peralatan yang rumit dan juga tidak memerlukan energi yang tinggi.

2.5 Mekanisme Pelarutan

Aspek kinetika memegang peranan penting dalam proses pelarutan. Proses pelarutan merupakan sistem kinetika reaksi heterogen, dimana melibatkan dua atau tiga fasa yang berbeda. Reaksi heterogen dicirikan oleh adanya antar muka antara fasa reaktan. Sifat antar muka dan luas permukaan sangat berpengaruh dalam menentukan kinetika reaksinya.

2.5.1 Mekanisme reaksi

Jika dua fasa berbeda mengadakan kontak, akan terdapat suatu lapisan fluida tipis pada antar muka fasa-fasa tersebut. Lapisan tipis disebut Lapis Batas Nernst (Nernst Boundary Layer, NBL). Lapis batas tersebut memiliki batas kira-kira 0,03 mm (Habashi, 1970).

Reaktan dan hasil reaksi harus menembus lapis batas ini sebelum mencapai atau meninggalkan antar muka. Dengan adanya lapis batas ini, maka interaksi fluida dan padatan akan mengikuti langkah-langkah berikut (Habashi, 1970)

- a. Difusi reaktan dari larutan ruah menuju antar muka

Difusi reaktan dari larutan ruah dipengaruhi oleh konsentrasi reaktan dalam larutan ruah. Pada konsentrasi yang sangat tinggi kecepatan difusi akan semakin tinggi. Hal ini sesuai dengan hukum ficks dimana jumlah reaktan yang menembus satu permukaan berbanding lurus dengan konsentrasi reaktan.

b. Adsorpsi pada antar muka

Kecepatan reaktan menuju antar muka padatan tidak dapat diukur, tetapi dapat dipastikan bahwa kecepatannya konstan. Hanya yang berubah adalah fluks massa reaktan yang memasuki antar muka. Semakin banyak reaktan, maka kemungkinan terjadinya reaksi akan semakin tinggi. Hal ini sesuai dengan konsep Langmuir dimana dikatakan bahwa komponen yang menutupi suatu permukaan tergantung kepada konsentrasi dan tekanan parsial gas yang menutupi partikel tersebut. Dalam kasus leaching, konsentrasi memiliki pengaruh lebih dominan dibandingkan tekanan parsial.

Persamaan Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\theta = \frac{\alpha \cdot C}{1 + \alpha \cdot C} \quad (2.6)$$

Keterangan :

θ = Luas permukaan di mana reaktan menutupi antar muka padat-cair

α = Konstanta Langmuir

C = konsentrasi

Besarnya α dipengaruhi oleh temperatur dan energi adhesi antar padatan dan cairan (Castelan, physical chemistry, 1983)

c. Reaksi pada antar muka

Reaksi pada antar muka dipengaruhi oleh aktivitas molekul reaktan. Aktivitas molekul sangat tergantung pada konsentrasi, temperatur, energi ikatan antar atom dan energi minor yang lainnya yaitu energi ikatan hidrogen dan van der waals. Energi ikatan pada molekul dan energi minor lain dapat diturunkan dengan menaikkan temperatur dan menambah konsentrasi. Reaksi akan terjadi jika energi yang muncul cukup untuk mematahkan ikatan antar atom dalam molekul bersangkutan. Besaran aktivitas reaksi pada konsentrasi tinggi akan mengikuti hukum Raoult. Menurut hukum Raoult, pada konsentrasi tinggi, aktivitas suatu reaktan mendekati konsentrasi reaktan bersangkutan. Hal ini karena koefisien aktivitas mendekati 1. (Moore, 1981)

Persamaan Rault

$$a = f \cdot C \quad (2.7)$$

Keterangan :

a = Aktivitas

f = koefisien

C = konsntrasi

d. Desorpsi hasil reaksi

Desorpsi hasil reaksi mengikuti persamaan Langmuir, tetapi dengan arah yang berbeda. Dengan demikian seluruh persamaan yang berlaku pada adsorpsi juga berlaku pada desorpsi. Perbedaannya adalah konsentrasi hasil reaksi sangat tergantung pada kecepatan reaksi kimia pada antar muka. Dalam hal ini suatu reaksi kimia memiliki orde reaksi tinggi akan cenderung memiliki harga θ pada persamaan Langmuir untuk adsorpsi sama atau lebih tinggi dari persamaan Langmuir untuk desorpsi.

e. Difusi produk dari antar muka menuju larutan ruah

Reaktan dan produk akan melewati lapisan difusi. Terdapat sebuah lapisan yang muncul karena perbedaan potensial listrik dari antar muka menuju larutan ruah. Lapisan itu sebut electrical double layer. Dalam proses pelindian, reaktan dan hasil reaksi adalah berupa ion sehingga sangat dipengaruhi oleh potensial listrik pada electrical double layer. Masing-masing ion memiliki muatan yang berbeda sesuai dengan jumlah elektron luar pada ion tersebut. Lapisan difusi inilah yang sering mempengaruhi persen ekstraksi pada proses pelindian. (Perez, 2004)

2.5.2 Laju Reaksi

Secara umum laju reaksi dikendalikan oleh dua faktor, yaitu laju reaksi difusi dan laju reaksi kimia. Bila laju reaksi kimia pada permukaan logam lebih besar dari laju difusi maka proses dikendalikan difusi (*diffusion controlled*). Bila laju difusi lebih besar dari laju reaksi kimia maka proses dikendalikan reaksi kimia

(*chemically controlled*). Bila laju difusi sama dengan laju reaksi kimia, maka proses dikendalikan secara intermediate (*intermediate controlled*) (Habashi 1970).

2.5.3 Energi Aktivasi Pelarutan

Energi aktivasi suatu reaksi adalah energi yang ditambahkan pada molekul reaktan untuk membentuk lapisan kompleks teraktifkan, yang merupakan senyawa peralihan dalam suatu reaksi kimia

Harga energi aktivasi ditentukan dengan percobaan menggunakan persamaan Arhenius (Denisov 2003):

$$K = A \cdot \text{Exp.}(-E/RT) \quad (2.8)$$

Dimana :

k = konstanta laju reaksi

A = konstanta integrasi atau faktor frekuensi

E = Energi aktivasi (kal/mol)

R = tetapan gas ideal (1,987 kal/mol.K)

T = Temperatur mutlak (K)

Penentuan kurva $\log k$ terhadap $1/T$ akan menghasilkan suatu garis lurus dengan koefisien arah tertentu. Besarnya harga E dapat ditentukan dari harga koefisien arah tersebut.

Untuk proses yang dikendalikan oleh difusi besarnya harga E umumnya antara 4,2 kJ/mol sampai dengan 12,6 kJ/mol (1 sampai dengan 3 kkal/mol). Untuk proses yang dikendalikan reaksi kimia harga E lebih besar dari 42 kJ/mol (10 kkal/mol) dan untuk proses yang terkendali secara intermediate harga E berkisar antara 21 sampai dengan 33,6 kJ/mol (5 sampai dengan 8 kkal/mol) (Habashi, 1970).

2.5.6 Faktor-faktor yang mempengaruhi proses pelindian

Beberapa faktor yang mempengaruhi laju pelindian antara lain konsentrasi reaktan, temperatur pelindian, ukuran butir, waktu pelindian dan persen padatan.

1. Pengaruh konsentrasi reaktan

Chander (1982) mengatakan bahwa nikel dalam bijih laterit berkorelasi dengan mineral geothit. Sehingga pelarutan geothit menjadi berpengaruh terhadap pelarutan nikel. Das eta al (1997) memiliki pendapat yang sama dengan Chander bahwa pelarutan nikel harus didahului pelarutan gheothit dan ternyata tidak hanya nikel, mangan dan magnesium juga berkorelasi dengan geothit. Energi aktivitas pelarutan geothit dalam asam klorida adalah 94,3 KJ/mol (Surana, 1969). Energi pelarutan geothit dalam klorida lebih tinggi dibandingkan pelarutan dalam asam sulfat. Pelarutan besi dan Mg mengikuti persamaan parabola (Cicel,1978) dengan koefisien yang berbeda. Cicel melaporkan bahwa koefisien magnesium lebih tinggi dari besi. Artinya pelarutan Mg lebih cepat dari Fe. Dari persamaan laju pelarutan terlihat bahwa laju pelindian akan bertambah dengan naiknya konsentrasi reaktan. Untuk proses yang dikendalikan oleh difusi, maka laju difusi berbanding lurus dengan konsentrasi ruang reaktan yang berdifusi. Sedangkan untuk proses yang dikendalikan reaksi kimia, laju reaksi selain ditentukan oleh konsentrasi awal juga oleh orde reaksi reaktan (Sattersfield 1987, Habashi 1970).

Menurut Habashi (1970), mekanisme proses pelarutan padatan menjadi proses yang dikendalikan oleh reaksi kimia dengan bertambahnya konsentrasi reaktan pada fasa larutan. Hal ini didukung dengan kenyataan bahwa pada konsentrasi reaktan yang rendah, reaksi pelarutan akan memiliki energi aktivasi yang rendah, sedangkan pada konsentrasi yang tinggi maka proses pelarutan akan memiliki energi aktivasi yang tinggi pula. Disamping itu pada konsentrasi reaktan yang rendah, laju pelarutan sangat tergantung pada kecepatan putaran pengadukan, yang berbeda dengan proses reaksi kimia yang tidak dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan

2. Pengaruh Temperatur

Proses pelarutan yang dikendalikan oleh reaksi kimia dicirikan dengan pengaruh temperatur. Sedangkan proses yang dikendalikan oleh difusi, pengaruh temperatur relatif kecil. Persamaan laju difusi memiliki bentuk yang analog dengan persamaan laju reaksi kimia. Tetapi harga tetapan difusi memiliki hubungan linier dengan temperatur, yaitu (Satterfield, 1987):

$$D = 7,4 \times 10^{-10} \frac{T (X \cdot M)^{1/2}}{\mu \cdot V^{0,6}} \quad (\text{Persamaan Wilke dan Chang}) \quad (2.9)$$

Dimana:

D = Koefisien difusi (cm^2/detik)

T = Temperatur mutlak (K)

X = Parameter Asosiasi Pelarut

M = Berat Molekul zat

V = Volum molar zat Terlarut (cm^3/mol)

μ = viskositas larutan (dalam poisse)

Sedangkan tetapan laju reaksi kimia tergantung secara eksponensial pada temperatur, sesuai persamaan Arhennius (2.8)

Karena berbentuk persamaan eksponensial, maka kepekaan laju reaksi kimia terhadap temperatur lebih besar dari laju kepekaan difusi terhadap temperatur.

Mekanisme pelarutan dapat berubah dari proses yang dikendalikan reaksi kimia menjadi proses yang dikendalikan difusi pada temperatur tinggi. Hal ini disebabkan laju reaksi kimia pada temperatur rendah relatif lebih lambat dari laju difusi, sehingga proses dikendalikan reaksi kimia. Sedangkan pada temperatur tinggi, laju reaksi kimia dipercepat dengan naiknya temperatur dan lajunya lebih besar dari laju difusi, sehingga proses dikendalikan difusi.

Pelarutan nikel mengikuti kecenderungan umumnya, yakni kecepatan laju pelarutan nikel bertambah dengan bertambahnya temperatur. Weston (1974), Chanterford (1986) dan Griffin (2002) mengatakan bahwa temperatur yang tinggi akan meningkatkan persen ekstraksi nikel untuk proses atmosferik leaching.

Mereka mengatakan bahwa, temperatur yang cocok untuk pelindian sekitar 70°C berdasarkan pertimbangan teknis dan ekonomi. Tetapi Aroyo (2004) berpendapat bahwa temperatur pelindian yang baik adalah 95°C.

3. Pengaruh ukuran butir

Semakin halus ukuran butir, maka laju reaksi pelindian akan semakin cepat untuk berat total yang sama. Ukuran butir yang lebih halus akan menghasilkan permukaan material yang lebih luas sehingga mempercepat laju reaksi. Dengan semakin besarnya luas permukaan maka jumlah rektan yang bereaksi dengan nikel dan besi semakin banyak (Castellan, 1983)

Terdapat beberapa perbedaan mengenai pengaruh ukuran butir. Gjlsvik, (1983) mengatakan bahwa ukuran butiran tidak berpengaruh terhadap pelarutan nikel. Dia berpendapat bahwa, pengecilan butiran hanya untuk membebaskan mineral berharga. Dia menyarankan bahwa, ukuran butir 100 mikron cukup untuk proses pengolahan nikel.

4. Pengaruh waktu pelindian

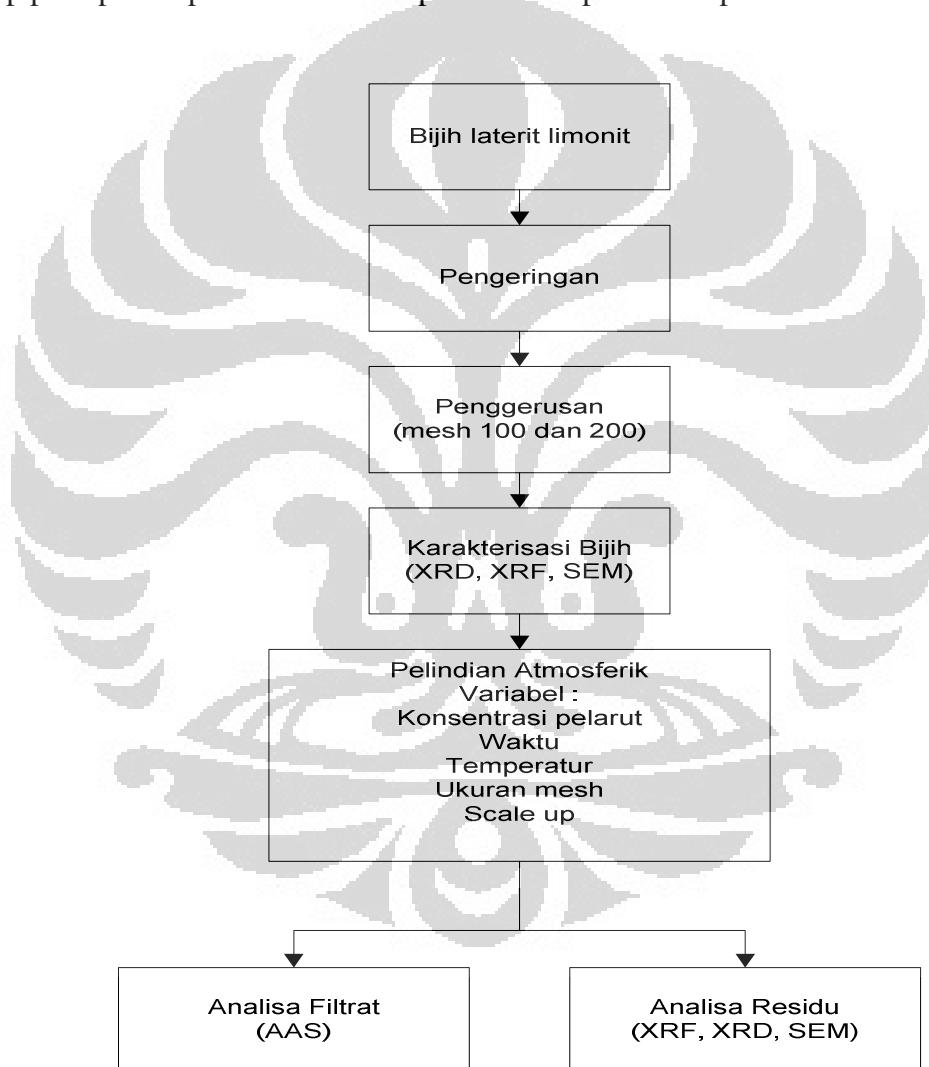
Waktu pelindian mempengaruhi laju reaksi pelindian. Semakin lama waktu maka reaktan yang terlarut akan banyak. Namun laju reaksi akan semakin lambat seiring dengan bertambahnya waktu karena semakin berkurangnya konsentrasi pereaksi dan semakin bertambah tebalnya lapisan sisa padatan yang tidak bereaksi.

Dalam plant pengolahan nikel, pelindian biasanya dilakukan dalam waktu 24 jam. Hal ini untuk memperkecil kehilangan nikel yang masuk kedalam residu. Nikel larut dengan cepat dalam waktu kurang dari satu jam, tetapi setelah itu kecepatan pelarutannya menjadi semakin lambat. Hal yang sama juga berlaku untuk besi dan magnesium (Buyukacinci, 2009)

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian pengolahan bijih limonit untuk menghasilkan nikel dibatasi pada proses pelindian. Proses pelindian perlu dikaji dan dioptimasi karena tahap pelindian merupakan faktor pertama yang menentukan keberhasilan proses ekstraksi nikel dari limonit. Variabel-variabel proses yang dipelajari adalah konsentrasi pelarut, temperatur proses, waktu, ukuran partikel dan pengaruh scale-up pada proses pelindian. Skema penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

Berikut ini merupakan tahapan penelitian yang dilakukan dari mulai preparasi bahan baku hingga metode pengambilan data.

3.1 Preparasi Bahan Baku

Bijih yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari daerah Sangaji, Halmahera yang diperoleh dari PT. Antam, TBK. Sebagai tahap awal dari penelitian ini dilakukan proses pengeringan pada bijih menggunakan oven pengering selama 5 jam. Kemudian dilakukan proses pengecilan ukuran menggunakan peralatan *Ball mill*, sedangkan proses klasifikasi dilakukan menggunakan *Sieve Shaker*. Target dari proses ini adalah didapatkannya klasifikasi ukuran butiran +60-100 mesh, +100 -200 mesh, dan +200-400 mesh.

3.2 Analisis Sampel Awal

Terhadap sampel yang telah digerus dilakukan analisis kuantitatif dengan XRF (*X-Ray Fluorescent*), dan analisis kualitatif dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM.

3.2.1 Analisis Komposisi Kimia

Analisis komposisi kimia sampel dilakukan dengan menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan oksida-oksida yang terdapat dalam sampel limonit, terutama NiO dan Fe₂O₃. Oksida-oksida lain yang dapat terukur yaitu SiO₂, MgO, Al₂O₃, dan Cr₂O₃. Selain itu juga didapatkan nilai LOI (*Loss on Ignition*).

3.2.2 Analisis Kualitatif Sampel

Analisis kualitatif sampel dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur mineral yang sesungguhnya terkandung dalam sampel limonit. Untuk penelitian ini digunakan sampel limonit yang telah dihaluskan hingga mencapai ukuran butir yang paling halus, yaitu 200 mesh.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari :

1. *Oven Pengering*

Oven pengering merk Isuzu digunakan untuk mengeringkan bijih limonit yang masih basah. Temperatur proses pengeringan 90° selama 5 jam.

2. *Ball Mill*

Ball Mill digunakan untuk mendapatkan limonit dengan ukuran-ukuran yang lebih kecil. Berikut ini adalah gambar *Ball Mill* yang digunakan dalam penelitian ini (gambar 3.2).



Gambar 3.2 *Ball Mill*

3. *Shieve Shaker*

Shieve Shaker digunakan untuk menggetarkan susunan ayakan agar butiran bijih limonit dapat lolos sempurna melalui lubang-lubang penyaring. Gambar 3.3 berikut menunjukkan bentuk *Shieve Shaker* yang digunakan.



Gambar 3.3. *Shieve Shaker*.

4. Neraca analitik

Neraca analitik digunakan untuk mengetahui berat sampel sebelum dan sesudah pelindian.

5. Reaktor Pelindian

Reaktor Pelindian merupakan reaktor tabung leher tiga, yang dilengkapi dengan sistem transfer panas untuk menyalurkan kelebihan panas saat proses dan kondensor yang berguna untuk mengkondensasi pelarut yang menguap sehingga volume larutan dan tekanan dijaga dalam keadaan tetap (100 ml, 1 atm). dan kondensor.



Gambar 3.3. Reaktor Pelindian dan Hot Plate

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan untuk penelitian adalah bijih nikel limonit yang diambil dari daerah Sangaji, Halmahera. Sedangkan larutan pelindi menggunakan asam klorida (*pure analysis*) dengan massa jenis 1,19 Kg/L.

3.4 Percobaan Pelindian (Leaching)

Proses pelindian dilakukan menggunakan reaktor tabung leher tiga. Reaktor ditutup rapat untuk menghindarkan keluarnya gas-gas dari reaktor. Gas yang muncul akan terkondensasi kembali sehingga konsentrasi larutan relatif konstan. Larutan Pelindi yang digunakan yaitu HCl dengan variasi konsentrasi (10%, 20% dan 37%). Percobaan dilakukan berkisar pada temperatur 25°C – 90°C di atas hot plate dengan menggunakan pengaduk magnetik berkecepatan konstan 300 rpm. Parameter yang digunakan untuk mengukur unjuk kerja proses atau

optimasi variabel adalah perolehan nikel dalam larutan. Variabel proses yang diamati adalah :

- Ukuran partikel
- Temperatur proses
- Konsentrasi asam
- Waktu
- Pengaruh Scale Up

3.5 Prosedur Pengambilan Data

Dilakukan pengambilan sampel larutan dari reaktor pelindian dengan menggunakan pipet volumetric 2 ml dan kemudian ditambahkan pelarut HCl sejumlah 2 ml, untuk menjaga agar volume tetap konstan. Kemudian sampel diencerkan dengan menambahkan air. Pengenceran yang dilakukan disesuaikan dengan faktor pengenceran yang diinginkan pada saat pengukuran dengan AAS.

3.6 Analisa Kualitatif dan Kuantitatif produk

Analisa kualitatif dan kuantitatif dilakukan terhadap produk residu pelindian menggunakan peralatan X-Ray Flourescence (XRF) dan X-Ray Diffraction (XRD) dan AAS. Dari hasil analisa menggunakan XRF dan XRD diharapkan akan didapat data komposisi mineral produk. Selain itu dilakukan juga analisa menggunakan peralatan SEM-EDS untuk menentukan morfologi bijih, distribusi mineral dalam bijih dan komposisi kasar sebagai pembanding analisa XRD dan XRF. Sedangkan filtrat hasil proses pelindian dari masing-masing set-variabel (Temperatur, Konsentrasi pelarut dan ukuran butir) dianalisa kandungan unsur terlarutnya menggunakan AAS.

3.7 Perhitungan Hasil Analisis AAS

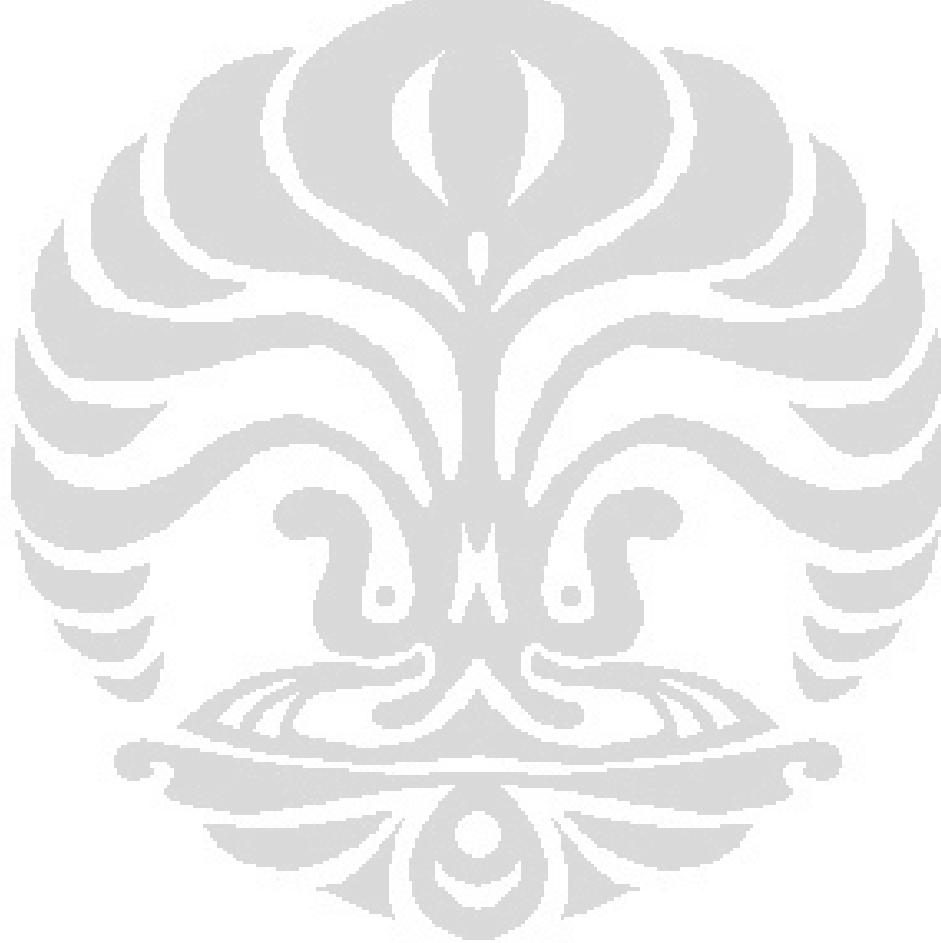
Perhitungan hasil persen ekstraksi logam dilakukan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Persen ekstraksi logam} = \frac{\text{Berat logam terlarut} \times 100\%}{\text{Berat Molekul Oksida}} \quad (2.10)$$

Dimana,

$$\text{Berat awal} = \frac{\text{Berat atom logam}}{\text{Berat molekul oksida}} \times \% \text{ Berat oksida} \times \text{Berat sampel (mg)}$$

$$\text{Berat Logam yang Terlarut} = \text{Kadar logam terlarut (ppm)} \times \text{Volume Larutan (L)}$$



BAB 4 **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dalam pembahasan bab 4 ini akan dipaparkan hasil-hasil perobaan dalam proses pelindian dalam media klorida. Pembahasan meliputi pengaruh waktu pelindian, konsentrasi asam, temperatur dan ukuran partikel dan efek scale-up

4.1 Mineralogi Bijih Nikel Limonit

Analisis komposisi sampel bijih nikel limonit dilakukan dengan menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescent*) Dari analisis ini diketahui komposisi kimianya terlihat seperti dalam tabel 4.1 berikut :

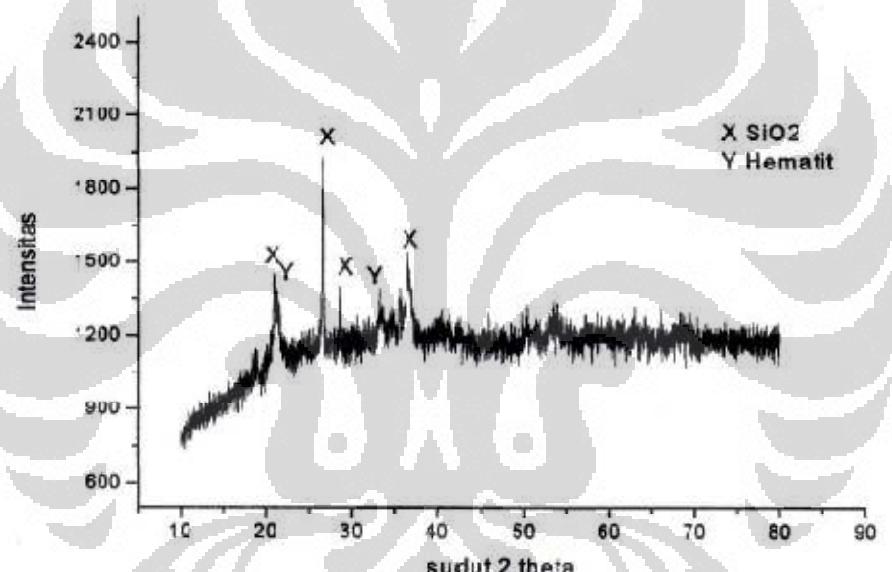
Tabel 4.1 Komposisi kimia bijih nikel limonit

| Senyawa | wt% |
|--------------------------------|------------|
| Fe ₂ O ₃ | 56,62 |
| SiO ₂ | 19,38 |
| Al ₂ O ₃ | 5,82 |
| NiO | 1,66 |
| Cr ₂ O ₃ | 1,30 |
| MgO | 2,28 |
| Oksida Lain | 1,3 |
| LOI | 11,64 |
| | 100 |

Tabel 4.1 menunjukkan hasil analisa XRF. Hasil analisa ini mengasumsikan bahwa semua unsur berupa oksida yang terpisah secara kimia. Tetapi ini tidak mempengaruhi fakta bahwa unsur yang dominan berada dalam bentuk silikat. Kadar nikel oksida dalam bijih adalah 1,66%. Hal ini berarti bahwa kadar nikel dalam bijih sekitar 1,30 %, Kadar oksida dalam besi 56,62 % (kadar besi 39,59%). Sementara itu kadar SiO₂ 19,38%. Berdasarkan komposisi kimianya, bijih nikel ini termasuk bijih jenis limonit (nikel kadar rendah). Komposisi ini sesuai dengan analisa bijih yang dilakukan oleh beberapa peneliti terdahulu (Gorgiou, 1998)

Sebelumnya telah disebutkan bahwa bijih nikel terbagi menjadi dua lapisan besar, yaitu lapisan bijih saprolit dan limonit. Lapisan bijih saprolit

mengandung nikel lebih dari 1,8% sedangkan lapisan limonit mengandung nikel kurang dari 1,8 %. Bijih yang digunakan pada percobaan ini adalah bijih nikel limonit. Nikel dalam bijih berbentuk oksida nikel yang bersosiasi secara fisik dengan besi silikat, besi oksida dan senyawa kompleks besi magnesium silikat. Biasanya dalam bijih nikel besi, magnesium dan silikon berasosiasi bersama-sama membentuk senyawa kompleks silikat. Senyawa kompleks silikat berbentuk non kristal (amourphous) sehingga tidak dapat dideteksi oleh XRD. Gambar 4.1 memperlihatkan profil XRD dari bijih nikel limonit. Pada gambar terlihat hanya SiO_2 yang dapat dideteksi oleh XRD. SiO_2 yang terdeteksi ini adalah SiO_2 yang terlepas dari silikatnya dan membentuk kristalin SiO_2 .



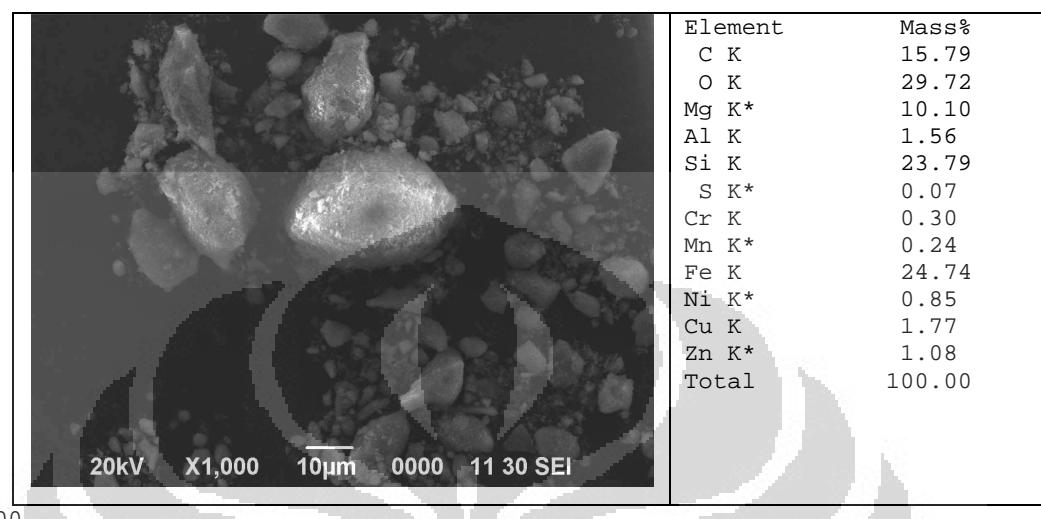
Gambar 4.1, Hasil XRD bijih nikel limonit

Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 4.1 dan penelusuran literatur tentang bijih nikel, dapat disimpulkan bahwa besi berada dalam struktur kompleks silikat bersama Mg dan Si. Sedangkan nikel kemungkinan besar terpisah secara kimia, tetapi bersatu secara fisik bersama silikat tersebut. Jumlahnya yang teramat kecil, tidak memungkinkan dideteksi dengan XRD.

Proses pelindian melarutkan nikel menggunakan asam juga akan melarutkan besi sehingga dalam larutan hasil pelindian akan terdapat sejumlah besar ion besi selain ion nikel. Agar Nikel dapat dilarutkan, maka nikel oksida

yang berada secara fisik bersama silikat, harus melalui proses crushing dan grinding untuk membebaskan nikel oksida dari kompleks silikat.

Dibawah ini merupakan hasil analisis SEM setelah bijih mengalami proses crushing dan grinding.



Gambar 4.2. Hasil SEM Bijih Nikel Limonit sebelum Pelindian

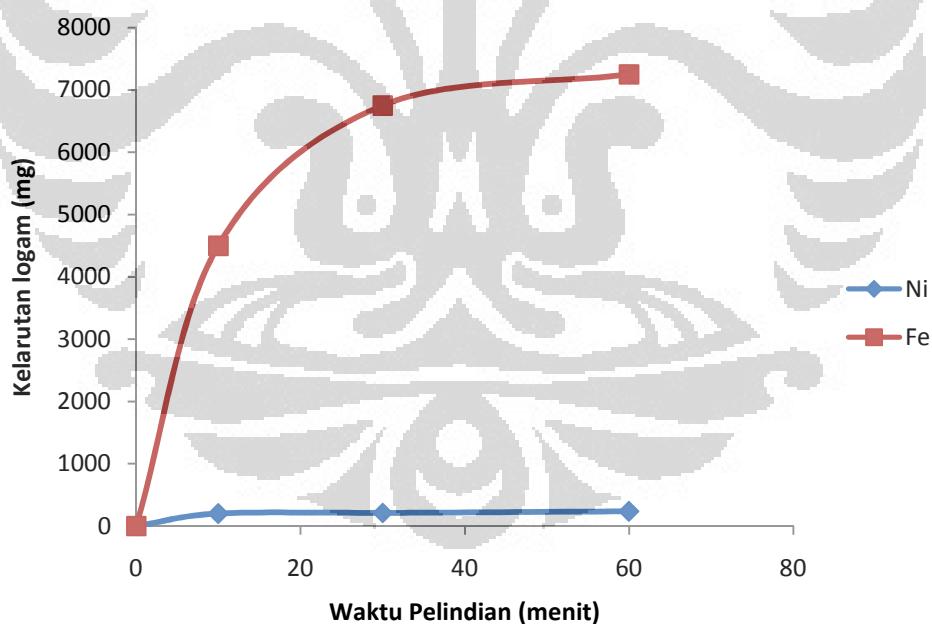
Pengamatan menggunakan SEM pada gambar 4.2 menunjukkan bahwa ukuran butiran bervariasi dari 10 mikron sampai 20 mikron. Tetapi secara umum hasil analisa ayak menunjukkan bahwa ukuran rata-rata bijih hasil crushing dan grinding sekitar 200 mesh atau 74 mikron. Ukuran ini merupakan ukuran maksimal yang bisa dihasilkan oleh sirkuit crushing dan grinding pada plant mineral processing. Sedangkan pada komposisi kimia dengan analisis semikuantitatif EDAX terlihat bahwa besi, silikon dan nikel terkandung dalam butir tersebut.

4.2 Pengaruh Waktu Pelindian

Hampir semua persamaan kinetika reaksi pelindian menunjukkan bahwa semakin lama waktu pelindian semakin banyak logam terlarut (Cordoba, 2008; Olanipekum, 2000; Moschalyk, 2000; Shwe, 2008). Yang membedakan antara satu persamaan kinetika dengan persamaan kinetika yang lainnya adalah bentuk grafiknya. Persamaan kinetika berorde satu akan memiliki grafik linier sedangkan persamaan kinetika yang berorde lebih dari satu akan berbentuk polinomial (Habashi, 1970). Hal tersebut akan berlaku bila hanya satu persamaan reaksi tanpa

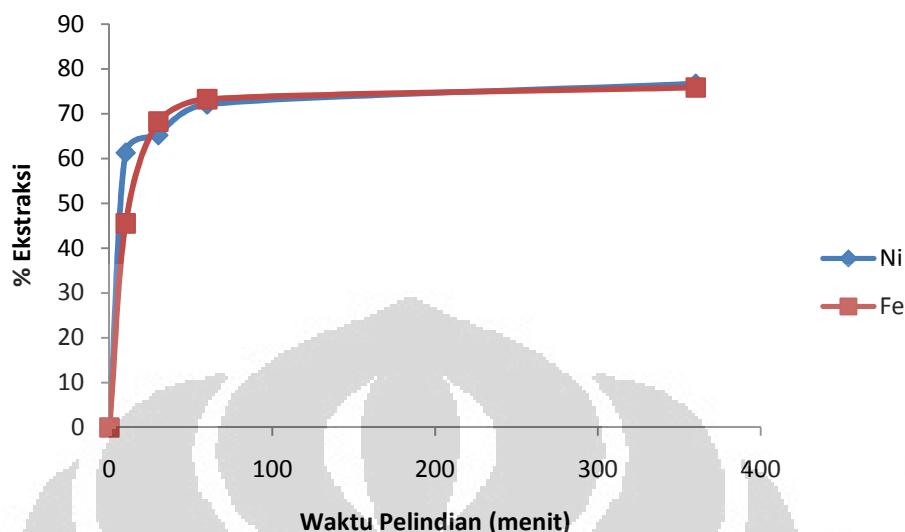
ada reaksi lain yang mengganggu reaksi sebelumnya. Jika hanya satu reaksi yang terjadi, maka persamaan kinetika reaksi pelindian akan sesuai dengan orde reaksi pelindian yang bersangkutan. Tetapi sering dalam reaksi pelindian terdapat reaksi lain yang mengganggu proses pelindian tersebut, misalnya reaksi pembentukan endapan pada permukaan logam yang akan dilarutkan (Solihin, 1999).

Hasil proses pelindian bijih limonit, laju pelarutan untuk nikel dan besi sangat cepat, yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Selama waktu 10 menit sebagian besar nikel sudah terlarut dan besi juga terlarut dalam jumlah yang besar. Untuk nikel, kondisi laju pelarutan stabil setelah 10 menit. Nikel yang tidak terlarutkan kemungkinan adalah nikel yang terjebak dalam bijih, tidak dapat dilarutkan dalam asam dan sekalipun dapat dilarutkan, membutuhkan waktu yang lama karena ion nikel harus berdifusi melewati silikat (Hui, 2010). Sedangkan besi juga mengalami laju pelarutan yang sangat tinggi, tetapi kondisi stabil dicapai pada menit ke 30. Hal ini karena jumlah besi jauh lebih besar sehingga membutuhkan waktu pelarutan yang lebih lama. .



Gambar 4.3. Kelarutan Nikel dan Besi terhadap waktu pelindian

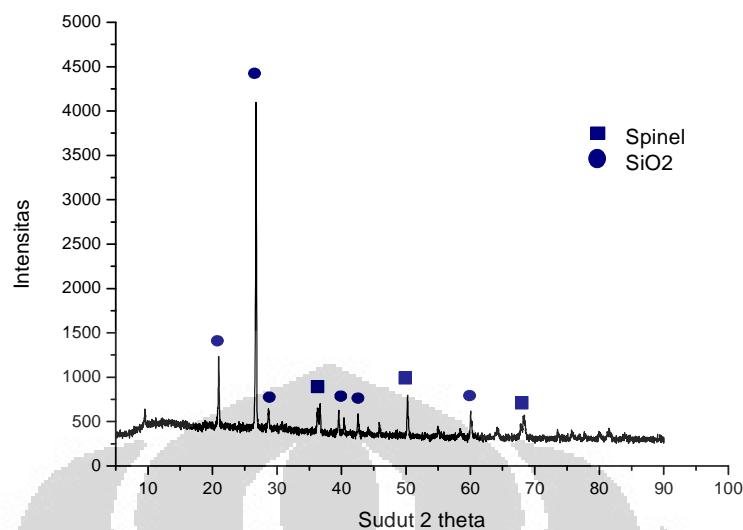
Jika data logam terlarut dikonversikan menjadi data persen ekstraksi. Maka akan didapatkan grafik yang diperlihatkan pada gambar 4.4



Gambar 4.4. Grafik persen ekstraksi terhadap waktu pelindian.

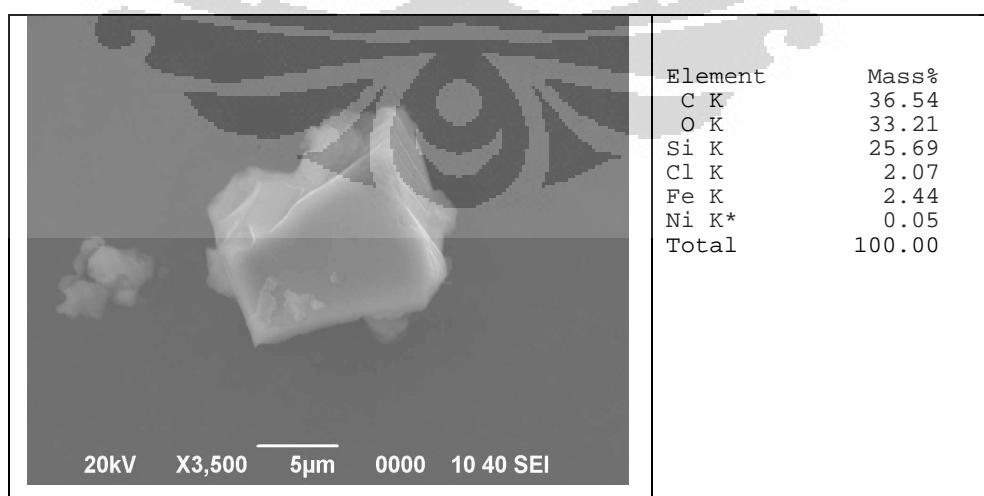
Pada gambar 4.4 tersebut terlihat bahwa persen ekstraksi nikel dan besi meningkat dalam waktu yang sangat singkat untuk kemudian menjadi stabil. Hampir sekitar 80% nikel dan besi dapat diekstraksi dari bijihnya. Sisa nikel yang tidak terlarut kemungkinan besar adalah nikel yang terjebak dalam silikat sehingga tidak dapat dilarutkan. Hal ini terlihat pada saat waktu pelindian diperpanjang tidak ada kenaikan persen ekstraksi yang signifikan. Hasil ini mirip dengan perolehan nikel pada proses caron. (Fathi habashi, extractive metallurgy vol 2, willey vch. Newyork 1997)

Analisis menggunakan XRD, pada gambar 4.5 menunjukkan residu hasil proses pelindian. Senyawa yang dapat diidentifikasi melalui XRD pada residu adalah silikon oksida kompleks besi magnesium. Besi yang tidak terlarut berada dalam bentuk kompleks oksida besi magnesium. Kemungkinan besar, dalam bentuk kompleks seperti ini besi, terikat sangat kuat dan sulit dilarutkan dalam media asam klorida. Terdapat kemungkinan nikel yang tidak terlarut terjebak dalam kompleks oksida besi magnesium. (Chen, 2004)



Gambar 4.5. Hasil XRD bijih limonit proses pelindian temperatur 70°

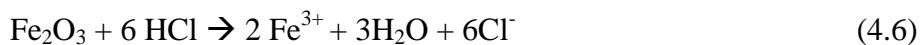
Pada gambar 4.6, pengamatan menggunakan SEM terlihat bahwa residu hasil proses pelindian menunjukkan bahwa didominasi oleh unsur Si dan O, tetapi terdapat sejumlah kecil besi (lebih kecil dari 5 %) dan Ni (lebih kecil dari 0,01 %). Hasil analisa SEM ini memperkuat bahwa besi yang tidak terlarutkan berada pada fasa silikat sementara Ni terjebak dalam fasa silikat atau silika. Karena jika besi tidak terikat dalam fasa silikat pelarutannya akan lebih mudah (Sidhu, 1981). Dengan demikian, persen ekstraksi yang tertinggi, yang bisa dihasilkan melalui proses pelindian menggunakan asam klorida untuk nikel dan besi hampir 80% .



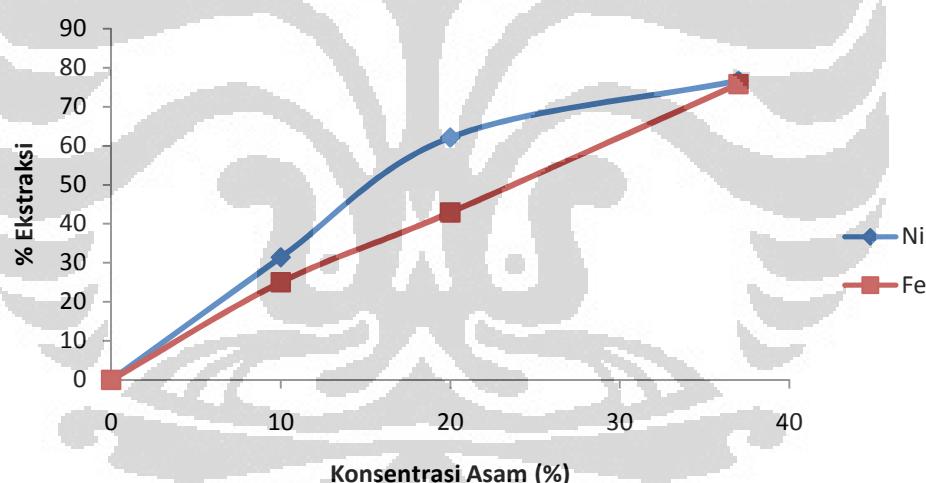
Gambar 4.6. Hasil SEM residu pelindian

4.3 Pengaruh Konsentrasi Asam

Nikel dan besi spesies yang tidak larut dalam air, tetapi dalam kondisi asam keduanya bisa larut. Reaksi pelarutan asam adalah sebagai berikut:



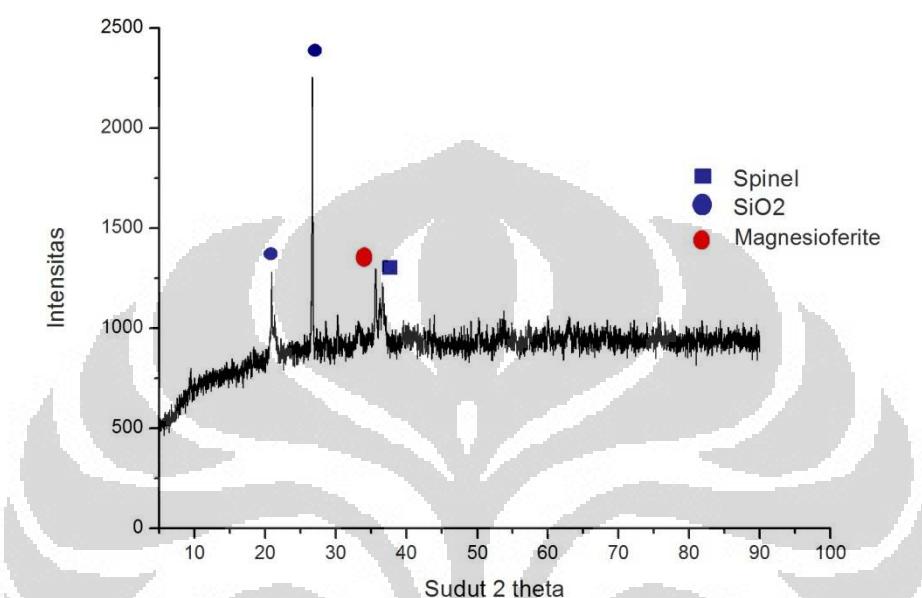
Menurut azas Le Chatelier suatu reaksi akan bergeser ke arah pembentukan produk jika terjadi penambahan reaktan (Dean, Handbook of Chemistry, 1999). Dalam hal ini reaksi pelarutan nikel dan besi akan bertambah jika jumlah NiO, Fe_2O_3 dan HCl ditambah. Dalam percobaan ini jumlah persen solid dibuat konstan, artinya jumlah massa NiO dan Fe_2O_3 tidak berubah. Sedangkan asam pada konsentrasi yang berbeda akan memiliki jumlah spesi HCl yang berbeda. Penambahan HCl akan menyebabkan jumlah Ni dan Fe yang terlarut akan semakin banyak. Fenomena yang mengikuti azas Le Chatelier diperlihatkan pada gambar 4.7



Gambar 4.7. Grafik % Ekstraksi terhadap konsentrasi asam

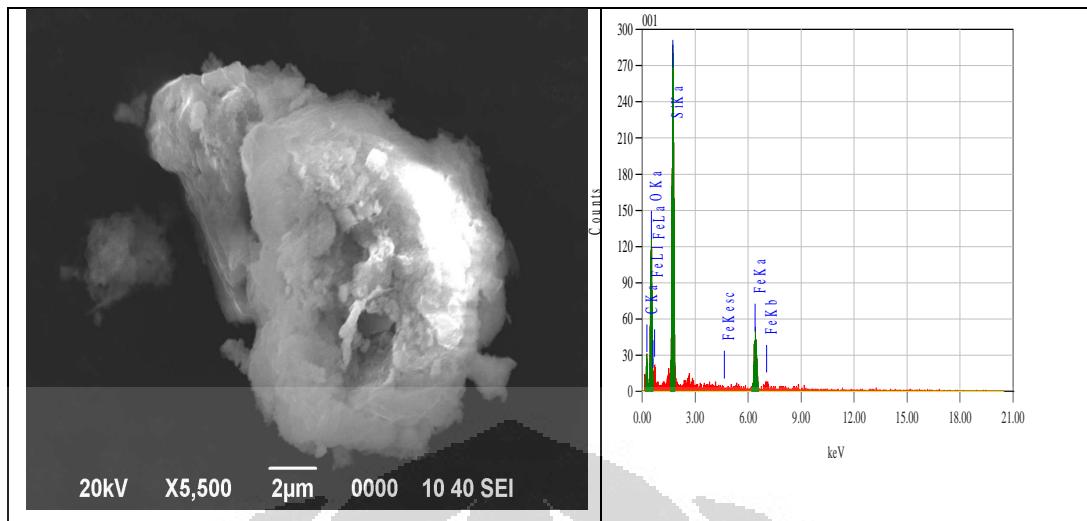
Gambar 4.7 tersebut memperlihatkan pengaruh konsentrasi asam terhadap persen ekstraksi. Pada konsentrasi yang rendah (10 – 20 % HCl) persen ekstraksi Nikel dan Besi hanya sekitar 30 - 60%. Sedangkan pada konsentrasi asam tinggi persen ekstraksi nikel dan besi hampir mencapai 80%. Hal ini menunjukkan bahwa proses pelindian bijih nikel limonit memerlukan asam yang sangat pekat. Hal ini disebabkan magnesium lebih mudah larut lebih dulu dibandingkan dengan besi oksida dan juga karena besi oksida memiliki jumlah

yang cukup besar dalam bijih serta sulit untuk dipisahkan dengan nikel sehingga untuk memisahkan antara besi dan nikel digunakan konsentrasi asam yang pekat. Selain besi, oksida lain seperti magnesium dan mangan juga mengkonsumsi asam klorida (Whittington, 2003).

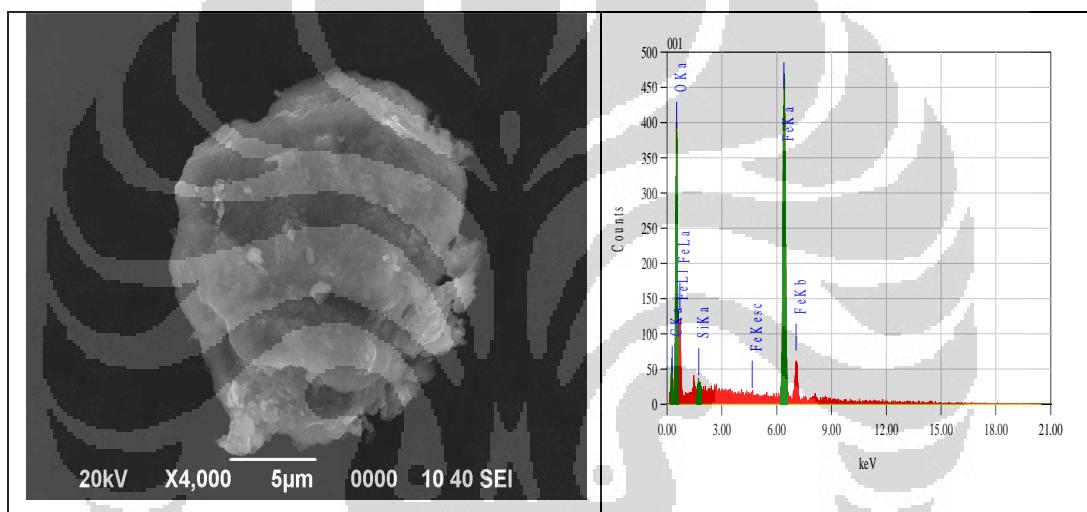


Gambar 4.8 Hasil XRD residu pelindian konsentrasi asam 10%

Gambar 4.8 menunjukkan profil XRD dari residu proses pelindian pada konsentrasi asam 10 %. Fasa yang tersisa adalah oksida kompleks besi magnesium dalam bentuk mineral spinel dan magnesioferrite, dan silikon dioksida. Fasa spinel, merupakan fasa yang sukar larut (Ju, 2005). Besi yang tidak larut karena jumlah asamnya kurang. Hasil analisis pada Gambar 4.8 sesuai dengan hasil analisis yang ditampilkan pada gambar 4.7, dimana hanya sekitar 30-60% besi yang dapat dilarutkan.



Gambar 9.a



Gambar 9.b

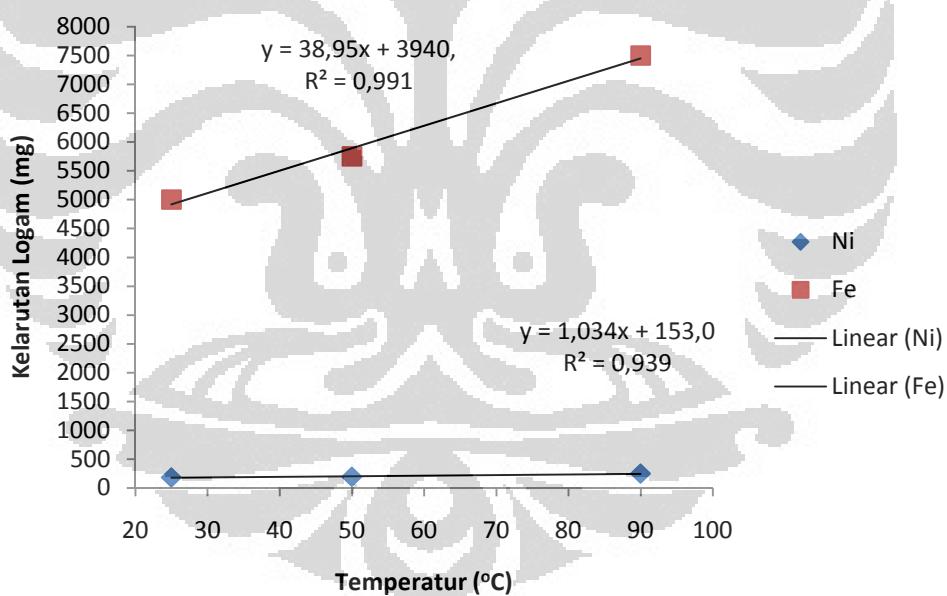
Gambar 4.9 (a) dan ((b)). Hasil SEM konsentrasi asam 10%

Gambar 4.9 (a) dan (b) yang dianalisis dengan menggunakan SEM, memperkuat hasil analisis sebelumnya yaitu XRD dan AAS dimana masih banyak besi yang belum terlarutkan pada konsentrasi asam yang rendah. Sedangkan residu pada konsentrasi asam yang tinggi yang ditunjukkan pada gambar 4.7 menunjukkan silika dengan sedikit besi yang tersisa dalam residu. Hasil SEM pada residu dengan konsentrasi asam yang tinggi menunjukkan jumlah besi sangat sedikit (sekitar 2,4%).

4.4 Pengaruh Temperatur

Faktor yang paling berpengaruh pada reaksi pelarutan adalah temperatur. Temperatur berpengaruh meningkatkan konstanta reaksi pelarutan dan konstanta reaksi difusi pada reaksi heterogen (Habashi, 1970)

Pengaruh temperatur pada reaksi kimia bersifat eksponensial sesuai dengan persamaan Arhenius, sedangkan pengaruh temperatur pada proses difusi logam dari mineral menuju larutan berbentuk linier (Solihin, 1995). Oleh karena itu, kenaikan temperatur akan menaikkan reaksi pelarutan. Hal ini terutama terjadi pada bijih yang memiliki porositas tinggi (Chen, 2004). Jika laju reaksi kimia lebih tinggi daripada laju difusi, maka reaksi dikendalikan oleh difusi, tetapi berhubung ukuran partikel nikel dan besi sangat kecil dan tersebar merata maka reaksi difusi persatuan atom menjadi sangat tinggi. Hal ini karena pada partikel kecil, luas permukaan spesifiknya tinggi. Pengaruh temperatur terhadap laju kelarutan, diperlihatkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Grafik Kelarutan Logam terhadap Temperatur

Kelarutan logam besi meningkat dari 5000 mg pada temperatur kamar menjadi sekitar 7500 mg pada temperatur 90° C. Sedangkan kelarutan logam nikel meningkat dari 185 mg pada temperatur kamar menjadi 250 mg pada temperatur 90° C. Kenaikan kelarutan logam ini disebabkan naiknya dua konstanta reaksi,

yakni konstanta reaksi kimia pelarutan dan konstanta difusi. Dari persamaan tersebut, terlihat bahwa laju reaksi kimia lebih sensitif daripada laju difusi

Secara kuantitatif, laju reaksi yang bisa dihitung adalah laju reaksi keseluruhan. Hal ini karena laju difusi pada bijih tidak mungkin dihitung secara langsung. Sedangkan laju kimia dipengaruhi juga oleh laju difusi. Oleh karena itu hanya laju total yang dapat dihitung. Tetapi dari Gambar 4.3 terlihat bahwa nikel dan besi larut dalam waktu yang sangat singkat. Hal ini menunjukkan bahwa laju difusi ion nikel dan besi pada mineral sangat tinggi, sehingga tidak mengganggu laju reaksi kimia. Menurut (Verrlon, 2004; Papangelakis, 2004). Nikel dan besi memiliki laju pelarutan yang sangat tinggi. Ion besi dan nikel sebelum melakukan reaksi kimia dengan asam klorida, harus menembus dua lapisan difusi yakni lapisan padatan, yaitu mineral-mineral dan oksida dan lapisan listrik ganda antara cairan dan padatan. Lapisan difusi yang berbentuk padatan dapat dikurangi dengan cara pengurangan ukuran, Sedangkan lintasan difusi berupa cairan dapat dikurangi dengan pengadukan.

Pada percobaan ini, laju pengadukan dibuat tetap dan ukuran butir dibuat sangat halus, sehingga dengan demikian diperkirakan lintasan difusi sangatlah pendek, sehingga suplai ion menuju antar muka padat-cair dimana reaksi kimia berlangsung sangat tinggi. Itulah sebabnya reaksi kimia pelarutan, merupakan reaksi terkendali reaksi kimia. Gambar 4.10 mengindikasikan bahwa profil grafik linier, menandakan bahwa laju pelarutan dikendalikan oleh reaksi kimia.

4.5 Pengaruh ukuran partikel

Pada percobaan ini ukuran partikel yang digunakan adalah 100 dan 200 mesh. Ukuran partikel sekecil ini lazim digunakan diplant pengolahan mineral. Hasil analisis pada larutan pelindi menunjukkan bahwa, tidak ada perubahan reaksi yang signifikan jika ukuran partikel dikurangi dari 100 mesh menjadi 200 mesh.

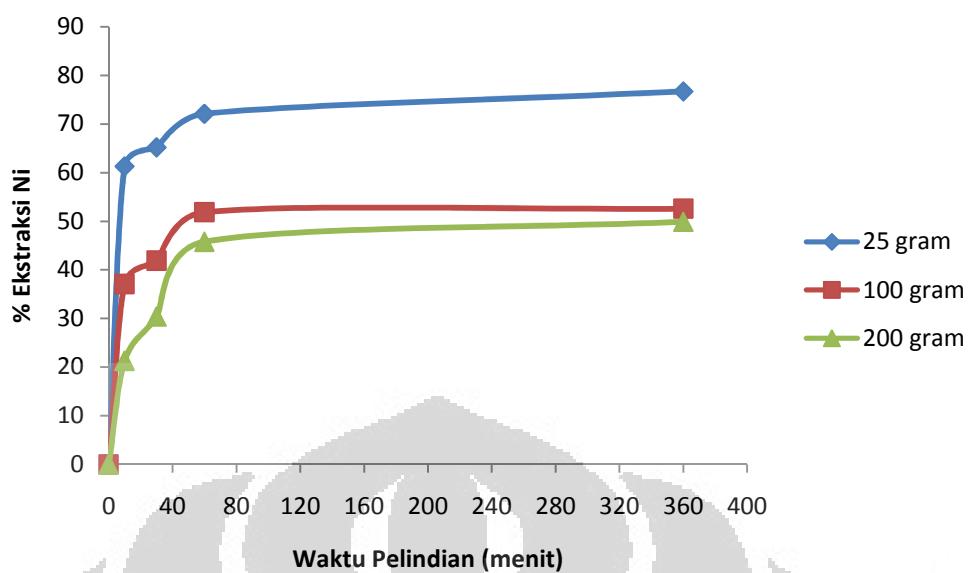
Tabel 4.2 Persen ekstraksi pada temperatur 70°, 37% HCl

| Ukuran Mesh | % Ni | %Fe |
|--------------------|-------------|------------|
| 100 | 52,9 | 48 |
| 200 | 53,7 | 45,5 |

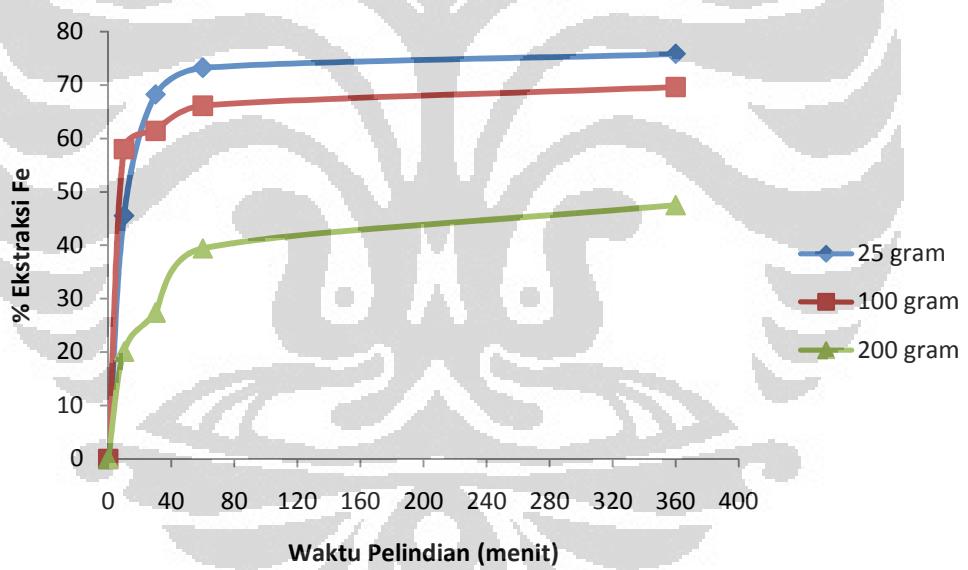
Tujuan utama dari pengecilan ukuran, selain untuk mempercepat laju reaksi yaitu untuk membebaskan mineral berharga dari matriksnya, sehingga media pelindri dapat bereaksi dengan mineral berharga tersebut. Dalam hal ini, proses pengecilan ukuran sampai 100 mesh ternyata sudah cukup membebaskan mineral berharga dari matriksnya.

4.6 Efek Scale Up

Hasil proses pelindian, Gambar 4.11 dan 4.12 menunjukkan dengan peningkatan massa limonit dan volume larutan HCl menggunakan perbandingan yang sama 1:4 dan kecepatan pengadukan yang sama 300 rpm, didapatkan hasil persen esktraksi untuk nikel dan besi mengalami penurunan. Pada Nikel dan Besi untuk massa limonit 100 gram, persen ekstraksi mencapai optimum dalam waktu 60 menit. Sedangkan untuk massa limonit 200 gram lebih dari 60 menit. Persen ekstraksi yang didapatkan untuk massa limonit 100 gram pada nikel sekitar 55% dan besi 65%. Sedangkan untuk massa limonit 200 gram, persen ekstraksi nikel besi sekitar 45%.



Gambar 4.11. Persen Ekstraksi Ni terhadap waktu pelindian



Gambar 4.12. Grafik % Ekstraksi Fe terhadap waktu pelindian

Variabel yang mempengaruhi kondisi scale-up pada saat sebelum dan sesudah proses pelindian sama. Pada kapasitas tinggi (scale-up), profil temperatur pada larutan di bijih berbeda. Terdapat kemungkinan penurunan temperatur karena kenaikan jumlah massa bijih limonit sedangkan kalor yang diberikan pada reaktor pelindi jumlahnya tetap. Selain itu efisiensi kalor yang datang dari

pemanas sangat rendah karena fluks (kalor per persatuan luas) menurun. Hal ini sesuai dengan persamaan fick's (Denizov, 2003)

$$J = \Delta Q / \Delta t \cdot \Delta A \quad (4.7)$$

Dimana

J = Fluks ($J/det.m^2$)

ΔQ = Perubahan kalor (J)

Δt = Waktu (detik)

ΔA = Luas benda (m^2)

Berdasarkan persamaan (4.7), dimensi luas dari reaktor pelindian yang digunakan untuk proses scale-up lebih besar sehingga berdasarkan hukum Fick's maka fluks pada proses scale-up lebih rendah. Dengan demikian maka temperatur antar muka bijih dan larutan sebenarnya menurun. Sehingga kinetika reaksi pada kondisi scale up menurun.

Pada proses pelindian scale-up, massa bijih yang dilindi sangat besar mengakibatkan kecepatan pengadukan akan menurun. Hal ini karena gerakan pengaduk terhambat dengan massa bijih. Pada percobaan ini, kecepatan pengaduk dibuat tetap agar dapat dibandingkan dengan hasil pelindian dengan massa yang lebih kecil.

BAB 5 **KESIMPULAN DAN SARAN**

Berdasarkan hasil yang disajikan dan dibahas, kesimpulan dan saran yang dapat ditarik sebagai berikut:

5. 1 Kesimpulan

1. Kondisi optimum proses pelindian didapatkan pada temperatur 90°C, konsentrasi HCl 37% dan ukuran bijih 200 mesh.
2. Hasil pelindian bijih nikel kadar rendah jalur hidrometalurgi menggunakan asam klorida pekat 37%, temperatur optimum 90°, 200 mesh dan kecepatan pengadukan 300 rpm didapatkan persen ekstraksi sebesar 76,7% untuk nikel dan 75,8% untuk besi.
3. Pada kondisi optimum, asam klorida pekat 37%, temperatur 90°, 200 mesh dan kecepatan pengadukan 300 rpm, dengan adanya peningkatan massa dan volume larutan (scale-up) kondisi perbandingan tetap 1:4, persen ekstraksi untuk besi dan nikel menurun menjadi sekitar 55% pada nikel dan 65% pada besi untuk massa limonit100 gram. Sedangkan untuk massa limonit 200 gram, persen ekstraksi nikel dan besi sekitar 45%.
- . 4. Variabel yang mempengaruhi saat scale-up yaitu kecepatan pengadukan dan temperatur proses

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian untuk memisahkan besi dari nikel dengan proses hidrometalurgi
2. Proses leaching akan lebih baik jika persyaratan bijih memiliki kadar Fe yang lebih rendah untuk memudahkan pemisahan
3. Untuk melakukan scale-up perlu pengadukan yang sangat kuat untuk mendistribusikan temperatur agar dapat homogen pada larutan

DAFTAR PUSTAKA

- Antam Tbk, Feasibility Study of RKEF Process, Laporan Studi Kelayakan Pendirian Pabrik Pengolahan Bijih Laterit (2010)
- Alcock RA, The Character and Occurrence of Primary Resources Available to the Nickel Industry, Extractive Metallurgy of Nickel and Cobalt, The Metallurgical Society, 1988, p. 67-89
- Bacon WG, Nickel Outlook and Production Processes, TMS Annual Meeting, 2003
- Barkas J, Nickel and Stainless Steel: prospects and challenges, *SBB World Steel Raw Materials Conference*, Bali, September 2011
- Büyükkinci E, Topkaya Y, Extraction of nickel from lateritic ores at atmospheric pressure with agitation leaching, *Hydrometallurgy* 97 (2009) 33–38
- Castellan GW, "Physical Chemistry," 3rd Ed. Addison-Wesley, 1983.
- Chander S, Atmospheric pressure leaching of nickeliferous laterites in acidic media. *Transactions of the Indian Institute of Metals* 35, 1982, 366–371
- Chen TT, Dutrizae JE, Krause E, Osborne R, Mineralogical Characterization of Nickel Laterites from New Caledonia and Indonesia, Proceeding of International Laterite Nickel Symposium 2004, p.79-99
- Córdoba EM, Muñoz JA, Blázquez ML, González F, Ballester A, Leaching of chalcopyrite with ferric ion. Part IV: The role of redox potential in the presence of mesophilic and thermophilic bacteria, *Hydrometallurgy* 93 (2008) 106–115
- Novak, I., Cicel, B., 1978. Dissolution of smectites in hydrochloric acid: II. Dissolution rates as a function of crystallochemical composition. *Clays and Clay Minerals* 26, 341–344.
- Das, G.K., Anand, S., Das, R.P., Muir, D.M., Senanayake, G., Singh, P., Hefter, G., 1997. Acid leaching of nickel laterites in the presence of sulphur dioxide at atmospheric pressure. In: Cooper, W.C., Mihaylov, I. (Eds.), *Hydrometallurgy and Refining of Nickel and Cobalt*, vol. 1. Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Montreal, QC, pp. 471–488.
- Canterford, J.H., 1986. Acid leaching of chromite-bearing nickeliferous laterite from Rockhampton, Queensland. Proceedings of the Australasian Institute of Mining and Metallurgy, 291, pp. 51–56.
- Dean JA, *Handbook of Chemistry*, McGraw-Hill, 1999
- Denisov ET, Sarkisov OV, Likhtenshtein GI, *Chemical Kinetics : Fundamentals and New Developments*, 2003 Elsevier Science 2003

Ferron CJ, Fleming CA, Co-Treatment of Limonitic Laterites, Proceeding of International Laterite Nickel Symposium 2004, p.246-248

Georgiou D, Papangelakis VG, Sulphuric acid pressure leaching of a limonitic laterite, Hydrometallurgy 49 1998. 23–46

Golightly JP, Nickeliferous Lateritic Deposits, Economic Geology 75, 1981, p. 710-735

Gjelsvik, N., Torgersen, J.H., 1983. Method of acid leaching of silicates. US Patent 4,367,215.

Guang-hui L, Ming-jun R, Qian L, Zhi-wei P, Tao J, Extraction of cobalt from laterite ores by citric acid in presence of ammonium bifluoride, Trans. Nonferrous Met.Soc. China 20 (2010) 1517-1520

Habashi F, Handbook of Extractive Metallurgy : Nickel, Wiley-VCH, 1997, p. 715-790

Habashi F, Extractive Metallurgy Vol 1: Kinetics, 1970

Ju S, Motang T, Shenghai Y, Yingnian L, Dissolution kinetics of smithsonite ore in ammonium chloride solution, Hydrometallurgy 80 (2005) 67–74

Kuck PH, United State Geological Survey Minerals Yearbook: Nickel, 2008, p. 51.1-51.28

Loebis AS, PT Antam Tbk, Macquarie Nickel Conference, 2005.

Mudd GM, Nickel Sulfide Versus Laterite : The Hard Sustainability Challenge Remains. Proceeding of 48th Annual Conference of Metallurgists, Canadian Metallurgical Society, 2009.

Mulshaw S, Gardner M, Metals Market Service, Longterm Outlook: Nickel, 2011, p.1-26

Moore JJ, Chemical Metallurgy, Butterworths 1981.

Moskalyk RR, Alfantazi AM, Nickel laterite, Minerals Engineering 15 (2002) 593–605

Nelson LR, Geldenhuis JMA, Miraza T, Badrujaman T, Hidayat AT, Jauhari I, Stober FA, Voermann N, Wasmund BOP, Jahnsen JM, Role Of Operational Support In Ramp-Up Of The Feni-Ii Furnace At Pt Antam In Pomalaa, Proceeding of INFACON X, 2007, p. 798-813

Olanipekun EO, Kinetics of leaching laterite, Int. J. Miner. Process. 60 (2000) 9–14

Papangelakis VG, Liu H, Rubisov DH, Solution Chemistry and reactor modelling of PAL process, Proceeding of International Laterite Nickel Symposium (2004)289-293

Perez N, Electrochemical and Corrosion, Kluwer Academic Publishers, 2004

Prasetyo P, Tinjauan Tertundanya Pengolahan Laterit Dengan Teknologi HPAL Di Indonesia, Seminar Nasional Material dan Metalurgi 2008, p.57-68

Prasetyo P, Pemanfaatan Potensi Bijih Nikel Indonesia pada Saat Ini dan Mendatang, Journal of Metalurgi 23 No. 1(2008) 47-50

Sidhu PS, R. J. Gilkes, R. M. Cornell, A. M. Posner,T And J. P. Quirk Z, Dissolution Of Iron Oxides And Oxyhydroxides In Hydrochloric And Perchloric Acids, Clays and Clay Minerals, Vol. 29, No. 4 (1981) 269-276

Shwe AMLT, B. Miss Nwe Nwe Soe, and C. Dr Kay Thi Lwin, Study on Extraction of Ceric Oxide from Monazite Concentrate, World Academy of Science, Engineering and Technology 48 (2008) 331-333

Surana,V.S.,Warren, I.H., 1969. The leaching of goethite. Transactions of the Institute of Mining and Metallurgy, vol. 78, pp. C133–C139. Section C.

Sattersfield CN, Mass Transfer in Heterogenous Catalysis, EK Publiser New York (1987)

Solihin, Studi Kinetika Pelindian Perak dalam Larutan Thiosulfat, Thesis Jurusan Teknik Pertambangan ITB, 1995

Solihin, Pengaruh Konsentrasi Reaktan-reaktan Terhadap Laju Pelarutan Perak pada Proses Thiosulfatasi, Journal of Metalurgi, Vol. 14 No. 1, 1999

Solihin, Pengolahan Bijih Laterit Nikel Kadar Rendah dengan Proses Hidrometalurgi, Seminar Nasional Teknoin (2011) A-118-121

LleweUyn DT, Hudd RC, Steels : Metallurgy and Application, Butterworth-Heinemann 2000.

Thillier C, Weda Bay Feasibility Study: Geology and Resources, Weda Bay Eramet. 2009

Triland M, Outlook For Nickel To 2017, Mitsubishi Corp. (2008)

Wahju BN, Indonesian Mining Industry In The Period Of Transition, Between 1997-2001, International Convention, Trade Show Investors Exchange Prospectors & Developers Association of Canada (PDAC) Toronto, Canada, 2002, p.1-29

Weston, D., 1974a. Hydrometallurgical treatment of nickel, cobalt and copper containing materials. US Patent 3,793,430.

Whittington BI, McDonald RG, Johnson JA, Muir DM, Pressure acid leaching of arid-region nickel laterite ore, Hydrometallurgy 70 (2003) 31–46

Xinfang J, Ferro-nickel / NPI Production from Laterite, Presentation of Tsingshan Holding Group, 2008

Lampiran 2

HASIL ANALISIS XRD

1. Sampel Bijih Limonit awal (sebelum pelindian)

*** Basic Data Process ***

Data Information

| | |
|-------------|---------------------|
| Group | : 0625 |
| Data | : Samp1 |
| Sample Name | : Samp1 |
| Comment | : |
| Date & Time | : 06-26-12 14:35:56 |

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 - 50.0000 (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

| | |
|------------------|------------|
| smoothing points | : [AUTO] |
| | : 15 |

B.G. Subtraction

| | |
|-----------------|------------|
| sampling points | : [AUTO] |
| repeat times | : 30 |

Kal-a1 Separate

| | |
|--------------|--------------|
| Kal a2 ratio | : [MANUAL] |
| | : 50 (%) |

Peak Search

| | |
|---------------------|-----------------|
| differential points | : 51 |
| FWHM threshold | : 0.050 (deg) |
| intensity threshold | : 30 (peak mil) |
| FWHM ratio (n-1)/n | : 2 |

System error Correction

| | |
|--|----------|
| | : [NO] |
|--|----------|

Precise peak Correction

| | |
|--|----------|
| | : [NO] |
|--|----------|

*** Basic Data Process ***

Group : 0625
 Data : Smpl

Strongest 3 peaks

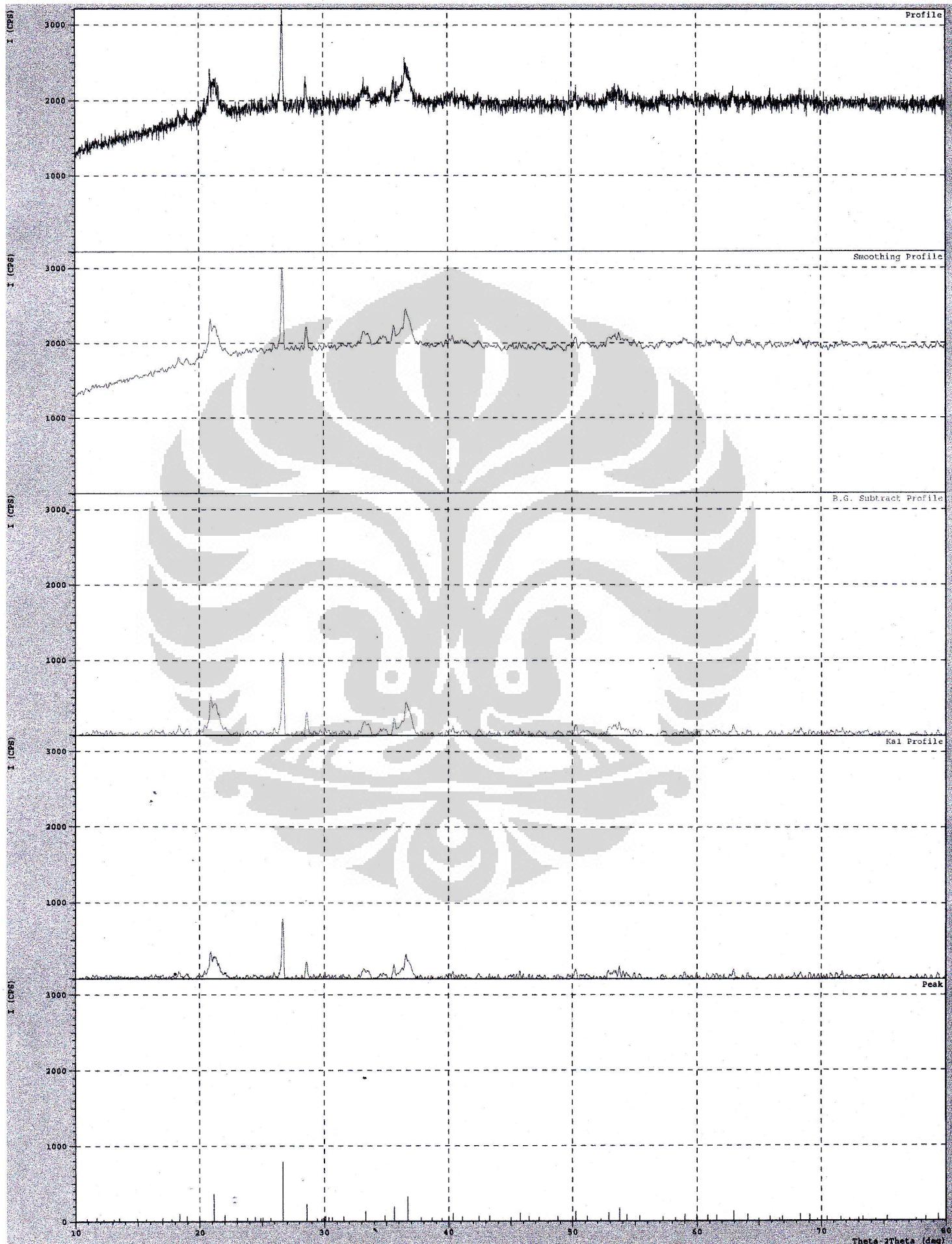
| no. | peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I ₁ | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|-----|----------|--------------|---------|------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | 21 | 26.6611 | 3.34087 | 100 | 0.18470 | 471 | 5078 |
| 2 | 13 | 21.1117 | 4.20483 | 45 | 0.67000 | 214 | 8283 |
| 3 | 33 | 36.7285 | 2.44496 | 41 | 0.56700 | 194 | 6751 |

Peak Data List

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I ₁ | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | 10.9133 | 8.10052 | 4 | 0.17330 | 19 | 285 |
| 2 | 11.6778 | 7.57188 | 6 | 0.16000 | 30 | 631 |
| 3 | 12.2400 | 7.22532 | 3 | 0.08000 | 14 | 256 |
| 4 | 13.0827 | 6.76175 | 4 | 0.11450 | 17 | 377 |
| 5 | 13.5120 | 6.54787 | 5 | 0.11590 | 24 | 328 |
| 6 | 14.9691 | 5.91361 | 5 | 0.13820 | 23 | 331 |
| 7 | 15.6825 | 5.64617 | 4 | 0.10500 | 17 | 248 |
| 8 | 17.0000 | 5.21144 | 6 | 0.08000 | 29 | 356 |
| 9 | 17.7269 | 4.99935 | 4 | 0.05960 | 17 | 213 |
| 10 | 18.3511 | 4.83068 | 13 | 0.20630 | 59 | 927 |
| 11 | 18.9528 | 4.67865 | 9 | 0.24560 | 42 | 646 |
| 12 | 19.9562 | 4.44562 | 10 | 0.10100 | 45 | 461 |
| 13 | 21.1117 | 4.20483 | 45 | 0.67000 | 214 | 8283 |
| 14 | 22.0000 | 4.03702 | 10 | 0.33140 | 49 | 1294 |
| 15 | 22.9586 | 3.87058 | 6 | 0.14270 | 27 | 338 |
| 16 | 23.8216 | 3.73228 | 6 | 0.19670 | 27 | 392 |
| 17 | 24.4135 | 3.64311 | 7 | 0.23290 | 33 | 521 |
| 18 | 24.8800 | 3.57585 | 5 | 0.04000 | 25 | 92 |
| 19 | 25.0400 | 3.55337 | 6 | 0.08000 | 27 | 240 |
| 20 | 25.6927 | 3.46456 | 5 | 0.06550 | 25 | 169 |
| 21 | 26.6611 | 3.34087 | 100 | 0.18470 | 471 | 5078 |
| 22 | 28.5846 | 3.12028 | 29 | 0.18000 | 137 | 1593 |
| 23 | 29.4177 | 3.03378 | 5 | 0.03210 | 23 | 43 |
| 24 | 29.8000 | 2.99573 | 4 | 0.04000 | 20 | 140 |
| 25 | 29.9400 | 2.98204 | 5 | 0.05000 | 24 | 77 |
| 26 | 30.0800 | 2.96848 | 8 | 0.07000 | 40 | 256 |
| 27 | 30.3501 | 2.94267 | 7 | 0.13440 | 33 | 356 |
| 28 | 30.6432 | 2.91519 | 7 | 0.08280 | 31 | 249 |
| 29 | 31.5358 | 2.83468 | 8 | 0.10440 | 38 | 413 |
| 30 | 33.3261 | 2.68638 | 17 | 0.63770 | 81 | 2932 |
| 31 | 34.8733 | 2.57066 | 9 | 0.37330 | 44 | 1173 |
| 32 | 35.6291 | 2.51784 | 24 | 0.16830 | 113 | 1221 |
| 33 | 36.7285 | 2.44496 | 41 | 0.56700 | 194 | 6751 |
| 34 | 37.7800 | 2.37929 | 6 | 0.12000 | 28 | 237 |
| 35 | 38.6333 | 2.32868 | 5 | 0.06670 | 24 | 154 |
| 36 | 39.4602 | 2.28176 | 5 | 0.15160 | 23 | 350 |
| 37 | 40.3459 | 2.23369 | 13 | 0.14530 | 61 | 909 |
| 38 | 41.1152 | 2.19366 | 8 | 0.22460 | 37 | 931 |
| 39 | 42.4370 | 2.12834 | 9 | 0.22600 | 41 | 609 |
| 40 | 43.3116 | 2.08736 | 8 | 0.09090 | 40 | 254 |
| 41 | 45.0200 | 2.01204 | 6 | 0.07200 | 29 | 353 |
| 42 | 45.7515 | 1.98156 | 14 | 0.11700 | 64 | 662 |
| 43 | 46.4824 | 1.95209 | 8 | 0.09620 | 37 | 238 |
| 44 | 47.2716 | 1.92132 | 7 | 0.31670 | 31 | 859 |
| 45 | 48.7883 | 1.86508 | 7 | 0.17670 | 35 | 661 |
| 46 | 50.2404 | 1.81453 | 16 | 0.21990 | 74 | 1246 |
| 47 | 51.1430 | 1.78460 | 8 | 0.21740 | 39 | 1033 |
| 48 | 52.2600 | 1.74905 | 4 | 0.07420 | 17 | 145 |
| 49 | 52.8944 | 1.72956 | 14 | 0.25110 | 67 | 1801 |

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I ₁ | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| 50 | 53.7487 | 1.70407 | 21 | 0.16400 | 101 | 1258 |
| 51 | 54.3300 | 1.68720 | 11 | 0.22000 | 51 | 1143 |
| 52 | 55.3741 | 1.65784 | 9 | 0.20170 | 43 | 773 |
| 53 | 57.2257 | 1.60852 | 7 | 0.24850 | 34 | 629 |
| 54 | 58.2312 | 1.58311 | 5 | 0.13750 | 24 | 289 |
| 55 | 59.0107 | 1.56405 | 11 | 0.18140 | 53 | 979 |
| 56 | 59.9706 | 1.54128 | 11 | 0.13070 | 51 | 522 |
| 57 | 60.8347 | 1.52145 | 10 | 0.15200 | 45 | 420 |
| 58 | 61.5786 | 1.50484 | 10 | 0.17070 | 46 | 926 |
| 59 | 62.9398 | 1.47553 | 17 | 0.18700 | 78 | 1132 |
| 60 | 64.0880 | 1.45183 | 10 | 0.15600 | 48 | 681 |
| 61 | 64.9454 | 1.43472 | 4 | 0.04640 | 17 | 68 |
| 62 | 65.8675 | 1.41685 | 8 | 0.22500 | 38 | 660 |
| 63 | 66.6172 | 1.40272 | 4 | 0.12550 | 19 | 135 |
| 64 | 66.8500 | 1.39840 | 7 | 0.12000 | 35 | 246 |
| 65 | 68.3153 | 1.37193 | 11 | 0.21930 | 52 | 983 |
| 66 | 69.0691 | 1.35879 | 10 | 0.18930 | 48 | 739 |
| 67 | 69.6800 | 1.34836 | 3 | 0.04800 | 16 | 190 |
| 68 | 70.4605 | 1.33532 | 7 | 0.07100 | 32 | 233 |
| 69 | 71.5600 | 1.31749 | 7 | 0.05840 | 31 | 269 |
| 70 | 72.2600 | 1.30644 | 4 | 0.00000 | 18 | 0 |
| 71 | 73.0000 | 1.29501 | 5 | 0.24000 | 23 | 553 |
| 72 | 73.3200 | 1.29014 | 6 | 0.16000 | 30 | 613 |
| 73 | 74.3400 | 1.27495 | 3 | 0.04880 | 14 | 218 |
| 74 | 75.2425 | 1.26188 | 8 | 0.15500 | 36 | 615 |
| 75 | 77.5800 | 1.22959 | 4 | 0.03000 | 18 | 35 |
| 76 | 78.3527 | 1.21939 | 7 | 0.17890 | 32 | 448 |
| 77 | 79.3546 | 1.20649 | 11 | 0.17420 | 51 | 454 |

< Group: 0625 Data: Smpl >



2. Residu bijih Limonit

*** Basic Data Process ***

Data Information

| | |
|-------------|---------------------|
| Group | : 40 |
| Data | : 12A |
| Sample Name | : 12A |
| Comment | |
| Date & Time | : 04-26-12 15:07:20 |

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 | : 5.0000 - 90.0000 (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

smoothing points

: [AUTO]

B.G. Subtraction

sampling points

: [AUTO]

repeat times

: 11

Kal-a2 Separate

Kal a2 ratio

: [MANUAL]

50 (%)

: [MANUAL]

Peak Search

differential points

: 19

FWHM threshold

: 0.050 (deg)

intensity threshold

: 30 (par mill)

FWHM ratio (n-1)/n

: 2

System error Correction

Precise peak Correction

: [NO]

: [NO]

*** Basic Data Process ***

Group : 40
 Data : 12A

Strongest 3 peaks

| no. | peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|-----|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | 3 | 26.7268 | 3.33281 | 100 | 0.15310 | 2614 | 23235 |
| 2 | 2 | 20.9483 | 4.23726 | 21 | 0.15960 | 542 | 5399 |
| 3 | 11 | 50.2308 | 1.81485 | 15 | 0.14320 | 390 | 3428 |

Peak Data List

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | 9.5299 | 9.27310 | 5 | 0.16480 | 121 | 1549 |
| 2 | 20.9483 | 4.23726 | 21 | 0.15960 | 542 | 5399 |
| 3 | 26.7268 | 3.33281 | 100 | 0.15310 | 2614 | 23235 |
| 4 | 28.6885 | 3.10922 | 6 | 0.17170 | 148 | 1715 |
| 5 | 36.2811 | 2.47407 | 7 | 0.22390 | 182 | 2705 |
| 6 | 36.6492 | 2.45006 | 9 | 0.15190 | 247 | 2318 |
| 7 | 39.5567 | 2.27642 | 8 | 0.13700 | 210 | 1859 |
| 8 | 40.3891 | 2.23140 | 5 | 0.13830 | 127 | 1184 |
| 9 | 42.5440 | 2.12323 | 7 | 0.18350 | 177 | 2209 |
| 10 | 45.8725 | 1.97661 | 5 | 0.13370 | 120 | 1111 |
| 11 | 50.2308 | 1.81485 | 15 | 0.14320 | 390 | 3428 |
| 12 | 54.9652 | 1.66920 | 4 | 0.13620 | 104 | 959 |
| 13 | 60.0413 | 1.53964 | 10 | 0.15740 | 262 | 2686 |
| 14 | 64.1568 | 1.45044 | 3 | 0.23030 | 87 | 1639 |
| 15 | 67.8313 | 1.38054 | 6 | 0.19000 | 145 | 1772 |
| 16 | 68.2823 | 1.37251 | 8 | 0.26940 | 199 | 2953 |

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 40
Data : 12A
Sample Name : 12A
Comment :
Date & Time : 04-20-12 15:07:20

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 : 5.0000 - 90.0000 (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 : 9

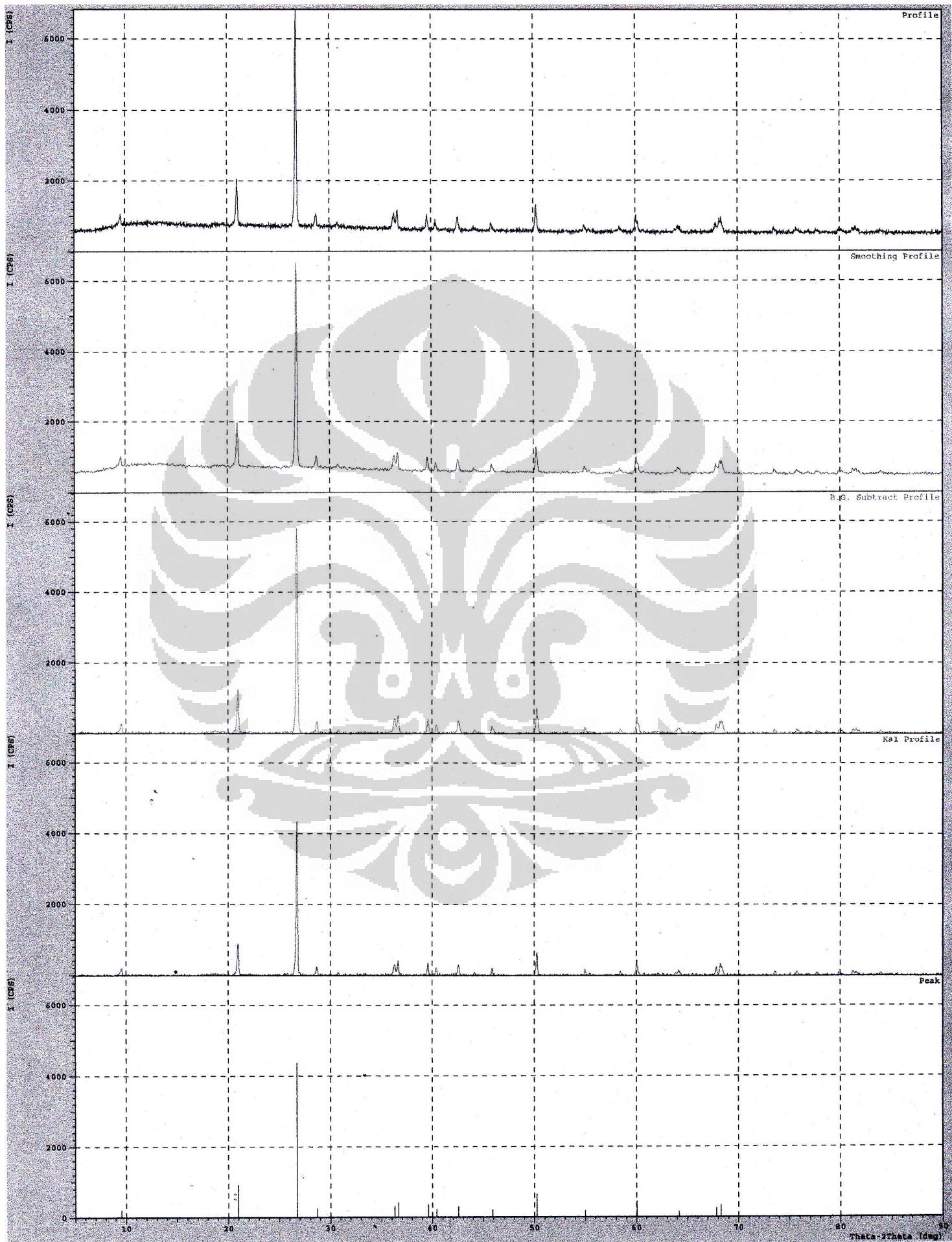
B.G. Subtraction [AUTO]
sampling points : 11
repeat times : 30

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

Peak Search [MANUAL]
differential points : 19
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: 40 Data: 12A >



Lampiran 3

PERHITUNGAN ANALISIS AAS

Contoh perhitungan analisis AASS

Berat Logam Terlarut untuk Nikel

Berat logam terlarut = kadar logam terlarut (ppm) x volume larutan

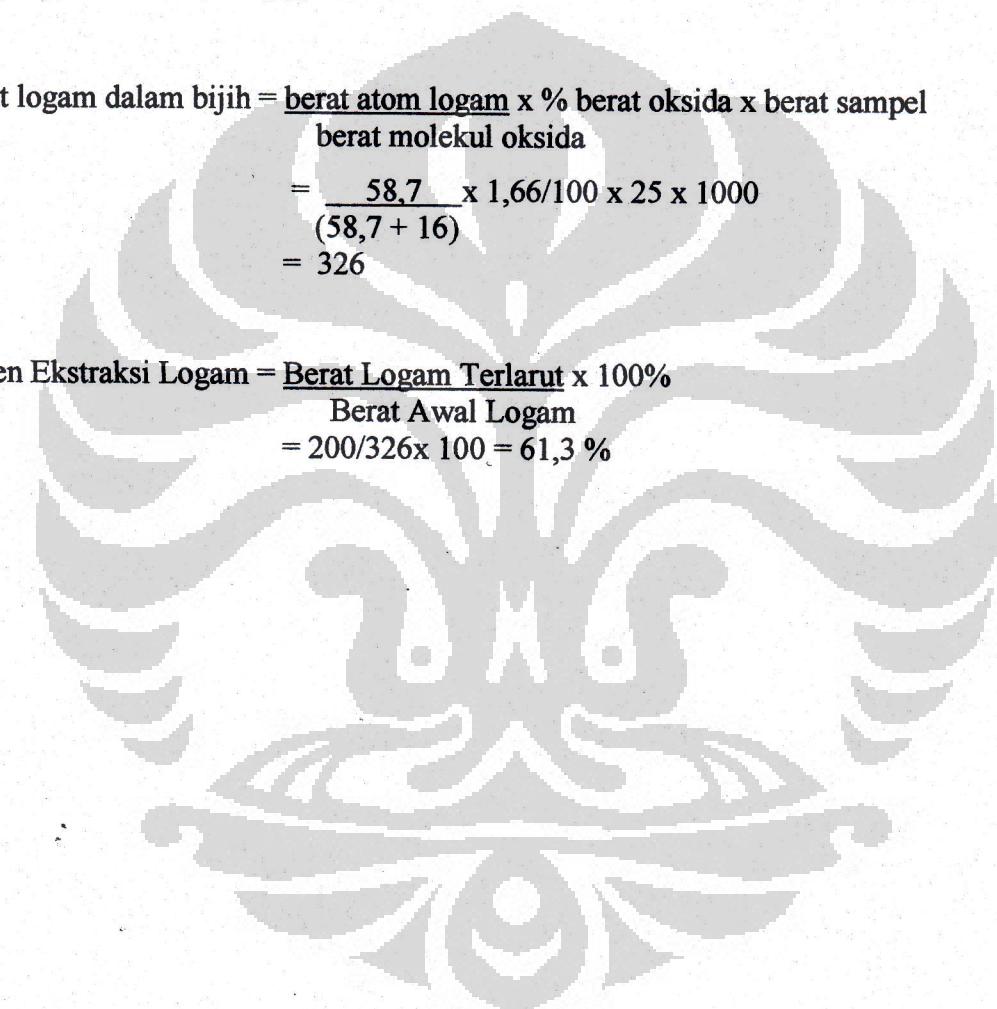
$$\begin{aligned} &= 0,8 \times 100 \times 25 \times 0,1 \\ &= 200 \end{aligned}$$

Berat logam dalam bijih = $\frac{\text{berat atom logam} \times \% \text{ berat oksida} \times \text{berat sampel}}{\text{berat molekul oksida}}$

$$\begin{aligned} &= \frac{58,7}{(58,7 + 16)} \times 1,66/100 \times 25 \times 1000 \\ &= 326 \end{aligned}$$

Persen Ekstraksi Logam = $\frac{\text{Berat Logam Terlarut}}{\text{Berat Awal Logam}} \times 100\%$

$$\begin{aligned} &= 200/326 \times 100 = 61,3 \% \end{aligned}$$



Dari contoh perhitungan di atas, didapatkan hasil sebagai berikut

1. Pengaruh Konsentrasi Asam

| | |
|----------------------|-----------|
| Massa Limonit | : 25 gram |
| Volume HCl | : 100 ml |
| Temperatur | : 90°C |
| Waktu Pelindian | : 3 jam |
| Ukuran mesh | : 200 |
| Kecepatan pengadukan | : 300 rpm |

| Concentration | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|---------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 37% | Ni = 1,00 Fe = 3,00 | Ni = 250 Fe = 7.500 | Ni = 326 Fe = 9.898 | Ni = 76,7 Fe = 75,8 |
| 20% | Ni = 0,81 Fe = 1,70 | Ni = 203 Fe = 4.250 | Ni = 326 Fe = 9.898 | Ni = 62,1 Fe = 42,9 |
| 10% | Ni = 0,41 Fe = 0,99 | Ni = 103 Fe = 2.475 | Ni = 326 Fe = 9.898 | Ni = 31,4 Fe = 25,0 |

2. Pengaruh Waktu Pelindian

| | |
|----------------------|-----------|
| Massa Limonit | : 25 gram |
| Volume HCl | : 100 ml |
| Konsentrasi HCl | : 37% |
| Temperatur | : 90°C |
| Ukuran mesh | : 200 |
| Kecepatan pengadukan | : 300 rpm |

| Leach Time (minutes) | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|-----------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------------|
| 10 | Ni = 0,80 | Ni = 200 | Ni = 326 | Ni = 61,3 |
| | Fe = 1,80 | Fe = 4.500 | Fe = 9.898 | Fe = 45,5 |
| 30 | Ni = 0,85 | Ni = 213 | Ni = 326 | Ni = 65,2 |
| | Fe = 2,70 | Fe = 6.750 | Fe = 9.898 | Fe = 68,2 |
| 60 | Ni = 0,94 | Ni = 235 | Ni = 326 | Ni = 72,1 |
| | Fe = 2,90 | Fe = 7.250 | Fe = 9.898 | Fe = 73,2 |
| 360 | Ni = 1,00 | Ni = 250 | Ni = 326 | Ni = 76,7 |
| | Fe = 3,00 | Fe = 7.500 | Fe = 9.898 | Fe = 75,8 |

3. Pengaruh Temperatur

Massa Limonit : 25 gram
 Volume HCl : 100 ml
 Konsentrasi HCl : 37%
 Waktu Pelindian : 3 jam
 Ukuran mesh : 200
 Kecepatan pengadukan : 300 rpm

| Leach Temperature (oC) | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|-------------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------------|
| 90 | Ni = 1,00 | Ni = 250 | Ni = 326 | Ni = 76,7 |
| | Fe = 3,00 | Fe = 7.500 | Fe = 9.898 | Fe = 75,8 |
| 50 | Ni = 0,78 | Ni = 195 | Ni = 326 | Ni = 59,8 |
| | Fe = 2,30 | Fe = 5.750 | Fe = 9.898 | Fe = 58,1 |
| 25 | Ni = 0,74 | Ni = 185 | Ni = 326 | Ni = 56,7 |
| | Fe = 2,00 | Fe = 5.000 | Fe = 9.898 | Fe = 50,5 |

4. Pengaruh Ukuran Butir

| | |
|----------------------|-----------|
| Massa Limonit | : 25 gram |
| Volume HCl | : 100 ml |
| Konsentrasi HCl | : 37% |
| Temperatur | : 90° |
| Waktu Pelindian | : 3 jam |
| Kecepatan pengadukan | : 300 rpm |

| Grain Size (Mesh) | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|-------------------|-----------------------|--------------------|-------------------|--------------|
| 200 | Ni = 0,70 | Ni = 175 | Ni = 326 | Ni = 53,7 |
| | Fe = 1,80 | Fe = 4.500 | Fe = 9.898 | Fe = 45,5 |
| 100 | Ni = 0,69 | Ni = 173 | Ni = 326 | Ni = 52,9 |
| | Fe = 1,90 | Fe = 4.750 | Fe = 9.898 | Fe = 48,0 |

5. Pengaruh Efek Scale-Up

| | |
|----------------------|------------|
| Massa Limonit | : 100 gram |
| Volume HCl | : 400 ml |
| Konsentrasi HCl | : 37% |
| Waktu Pelindian | : 3 jam |
| Ukuran mesh | : 200 |
| Kecepatan pengadukan | : 300 rpm |

| Leach Time (minutes) | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|-----------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|------------------------|
| 10 | Ni = 48,46 Fe = 2293,00 | Ni = 485 Fe = 22.930 | Ni = 1.304 Fe= 39.549 | Ni = 37,1 Fe = 58,0 |
| 30 | Ni = 54,60 Fe = 2432,00 | Ni = 546 Fe = 24.320 | Ni = 1.304 Fe= 39.591 | Ni = 41,9 Fe = 61,4 |
| 60 | Ni = 67,75 Fe = 2616,00 | Ni = 678 Fe = 26.160 | Ni = 1.304 Fe= 39.591 | Ni = 51,9 Fe = 66,1 |
| 360 | Ni = 68,57 Fe = 2755,00 | Ni = 686 Fe = 27.550 | Ni = 1.304 Fe= 39.591 | Ni = 52,6 Fe = 69,6 |

Massa Limonit : 200 gram
 Volume HCl : 800 ml
 Konsentrasi HCl : 37%
 Waktu Pelindian : 3 jam
 Ukuran mesh : 200
 Kecepatan pengadukan : 300 rpm

| Leach Time (minutes) | AAS Measurement (ppm) | Metal Leached (mg) | Metal in Ore (mg) | % Extraction |
|-----------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|------------------------|
| 10 | Ni = 27,72 Fe = 1590,00 | Ni = 554 Fe = 15.900 | Ni = 2.609 Fe= 79.183 | Ni = 21,3 Fe = 20,1 |
| 30 | Ni = 39,60 Fe = 2167,00 | Ni = 792 Fe = 21.670 | Ni = 2.609 Fe= 79.183 | Ni = 30,4 Fe = 27,4 |
| 60 | Ni = 59,74 Fe = 3123,00 | Ni = 1.195 Fe = 31.230 | Ni = 2.609 Fe= 79.183 | Ni = 45,8 Fe = 39,4 |
| 360 | Ni = 65,12 Fe = 3761,00 | Ni = 1.302 Fe = 37.610 | Ni = 2.609 Fe= 79.183 | Ni = 49,9 Fe = 47,5 |