

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR, WAKTU TAHAN DAN
KONSENTRASI REDUKTOR TERHADAP PRODUK
REDUKSI KARBOTERMIC BIJIH NIKEL KADAR
RENDAH DENGAN REDUKTOR ANTRASIT DAN
BAHAN ADITIF MAGNESIUM SULFAT**
(Skripsi)

Oleh
Mizna Amiroh Suradi



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI TEMPERATUR, WAKTU TAHAN DAN KONSENTRASI REDUKTOR TERHADAP PRODUK REDUKSI KARBOTERMIK BIJIH NIKEL KADAR RENDAH DENGAN REDUKTOR ANTRASIT DAN BAHAN ADITIF MAGNESIUM SULFAT

Oleh

MIZNA AMIROH SURADI

Telah dilakukan penelitian reduksi selektif bijih nikel laterit dengan variasi temperatur sebesar 950°C, 1050°C dan 1150°C, waktu tahan 60, 90 dan 120 menit dan konsentrasi reduktor batubara antrasit 5, 10 dan 15% wt. terhadap produk reduksi nikel laterit menggunakan bahan aditif magnesium sulfat 10% dan dilanjutkan dengan proses separasi magnetik. Karakterisasi *X-ray Diffraction* (XRD) menunjukkan fasa yang dominan adalah *Magnesioferrite* (Fe_2MgO_4), *Magnetite* (Fe_3O_4), *Fayalite* (Fe_2SiO_4), *Iron Nickel* (FeNi), *Iron Sulfide* (FeS) dan *Wuestite* (FeO). Karakterisasi *X-ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa kadar nikel optimum didapatkan pada temperatur reduksi 1150°C selama 90 menit dengan penambahan reduktor 5% diperoleh nilai 2,086% dan *recovery* 80,68%. Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang dilengkapi *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) menunjukkan bahwa ukuran butir terbesar adalah 10,31 μm .

Kata kunci: nikel laterit, batubara antrasit, magnesium sulfat, reduksi selektif, separasi magnetik.

ABSTRACT

EFFECT OF TEMPERATURE VARIATION, TIME AND TOTAL REDUCING HOLD ON KARBOTERMIK SELECTIVE REDUCTION OF NICKEL ORE WITH LOW LEVELS OF MAGNESIUM SULFATE ADDITIVE AND REDUCING ANTHRACITE

By

MIZNA AMIROH SURADI

Has conducted research laterite selective reduction of nickel ore with variations temperature of 950°C, 1050°C and 1150°C, The holding time 60, 90 and 120 minutes and the concentration of anthracite coal reductant 5, 10 and 15% wt. to the reduction of laterite nickel product using magnesium sulfate additive is 10% and continued with the process of magnetic separation, Characterization X-ray Diffraction (XRD) showed that the dominant phase is Magnesioferrite (Fe_2MgO_4), Magnetite (Fe_3O_4), Fayalite (Fe_2SiO_4), Iron Nickel (FeNi), Iron Sulfide (FeS) and Wuestite (FeO). Karakterisasi X-ray Fluorescence (XRF) showed that the optimum nickel grade obtained at temperatures of 1150°C reduction for 90 minutes with the addition of 5% reductant obtained recovery value of 2,086% and 80.68%. Characterization Scanning Electron Microscope (SEM) equipped with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) showed that the largest grain size is 10,31 μm .

Keywords: nickel laterite, anthracite coal, magnesium sulfate, selective reduction, magnetic separation.

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR, WAKTU TAHAN DAN
KONSENTRASI REDUKTOR TERHADAP PRODUK REDUKSI
KARBOTERMIK BIJIH NIKEL KADAR RENDAH DENGAN
REDUKTOR ANTRASIT DAN BAHAN ADITIF
MAGNESIUM SULFAT**

Oleh

MIZNA AMIROH SURADI

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

Judul Skripsi

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR,
WAKTU TAHAN DAN KONSENTRASI
REDUKTOR TERHADAP PRODUK
REDUKSI KARBOTERMIK BIJIH
NIKEL KADAR RENDAH DENGAN
REDUKTOR ANTRASIT DAN BAHAN
ADITIF MAGNESIUM SULFAT**

Nama Mahasiswa

: **Mizna Amiroh Suradi**

Nomor Pokok Mahasiswa

: **1417041057**

Jurusan

: **Fisika**

Fakultas

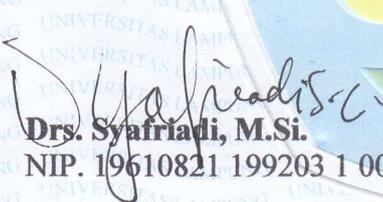
: **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II


Drs. Syafriadi, M.Si.

NIP. 19610821 199203 1 002


Achmad Shofi, S.T., M.T.

NIP.19811022 201012 1 001

2. Ketua Jurusan Fisika

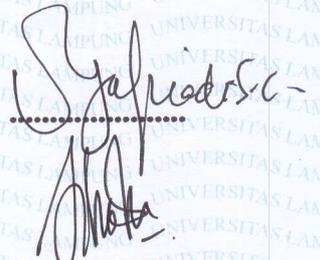

Arif Surtono, M.Si., M.Eng.

NIP. 19710909 200012 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

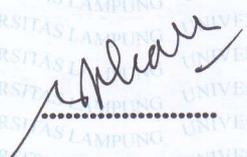
Ketua : Drs. Syafriadi, M.Si.



Sekretaris : Achmad Shofi, S.T., M.T.



**Penguji
Bukan Pembimbing : Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Drs. Suratman., M.Sc.
NIP. 19640604 199003 1 002**



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 16 September 2019

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini yang berjudul “Pengaruh Variasi Temperatur, Waktu Tahan dan Konsentrasi Reduktor Terhadap Produk Reduksi Karbotermik Bijih Nikel Kadar Rendah dengan Reduktor Antrasit dan Bahan Aditif Magnesium Sulfat” adalah benar karya saya dengan arahan dari komisi pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apapun kepada perguruan tinggi manapun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang telah diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam daftar pustaka di bagian akhir skripsi ini.

Apabila pernyataan saya ini tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, September 2019



Mizna Amiroh Suradi
Npm. 1417041057

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Pringsewu, pada tanggal 12 Januari 1997. Anak dari pasangan Bapak H. Suradi Sugito dan Ibu Sri Rahayu yang merupakan putri pertama dari 4 bersaudara. Penulis menyelesaikan pendidikan di SDN 2 Ambarawa Barat pada tahun 2008, SMPN 1 Ambarawa pada tahun 2011 dan MA Ma'arif NU Kota Blitar pada tahun 2014.

Pada tahun 2014 penulis masuk dan terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika di Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah mengikuti organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika sebagai Anggota Biro Dana dan Usaha (DANUS) dari tahun 2015-2016.

Penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dilaksanakan di Balai Penelitian Teknologi Mineral (BPTM)-LIPI Tanjung Bintang, Lampung Selatan pada tahun 2017 dan melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Padang Manis Kabupaten Wonosobo pada tahun 2018. Selanjutnya penulis melakukan penelitian di BPTM-LIPI pada bidang logam sebagai tugas akhir di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

MOTTO

**“Bersyukur untuk hari ini, berdo’a
untuk hari esok”**

(Mizna Amiroh Suradi)

PERSEMBAHAN

“Dengan Menyebut Nama Allah Subhanahu Wataalla Yang Maha Pengasih Lagi
Maha Penyayang, Segala Puji Bagi Allah Subhanahu Wataalla”

Kupersembahkan hasil karya yang sederhana ini kepada:

“Orangtuaku: Bapak H. Suradi Sugito dan Ibu Sri Rahayu”

Yang penuh kesabaran dalam membimbing, mendidik, menemani dan menyemangati dengan kelembutan doa dan kasih sayang.
Terimakasih atas restu yang tiada hentinya hingga sekarang dan sampai nanti.

**“Adik-adikku: Rara Annisa Az-zahra, Mayla Ludfiana Hanifah,
Muhammad Haidar”**

Terimakasih atas semangat, curahan kasih sayang dan bantuan yang telah kau berikan.

“Sahabat-Sahabatku”

Terimakasih telah memberi warna dan pelajaran padaku.
Dari yang mengajari arti hidup sampai membantu dalam proses penyusunan karya yang sederhana ini.

Universitas Lampung
Almamater Tercinta

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, yang telah memberikan kesehatan dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Temperatur, Waktu Tahan dan Konsentrasi Reduktor Terhadap Produk Reduksi Karbotermik Bijih Nikel Kadar Rendah dengan Reduktor Antrasit dan Bahan Aditif Magnesium Sulfat”**. Tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar Sarjana dan melatih mahasiswa untuk berpikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua.

Bandar Lampung, September 2019
Penulis,

Mizna Amiroh Suradi

SANWACANA

Puji syukur kehadirat Allah SWT karena atas kuasa-Nya penulis masih diberikan kesempatan untuk mengucapkan terimakasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam penyelesaian penelitian dan skripsi ini, terutama kepada:

1. Kedua orang tuaku, Bapak dan Ibu tercinta yang tak henti memberiku semangat dan doa.
2. Bapak Drs. Syafriadi, M.Si. sebagai pembimbing I yang telah memberikan bimbingan serta nasehat dalam menyelesaikan tugas akhir.
3. Bapak Achmad Shofi, S.T., M.T. yang senantiasa memberikan bimbingan dan masukan serta nasehat dalam menyelesaikan tugas akhir.
4. Bapak Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si sebagai penguji yang telah mengoreksi kekurangan, memberi kritik dan saran selama penulisan skripsi.
5. (BPTM) Balai Penelitian Teknologi Mineral- LIPI Lampung yang telah membiayai dan mengizinkan untuk melakukan penelitian serta peneliti, staf, dan karyawan yang membantu dalam melakukan penelitian untuk menyelesaikan tugas akhir.
6. Bapak Prof. Simon Sembiring, Ph.D. selaku pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan dan nasehat selama perkuliahan.
7. Bapak Arif Surtono, M.Si., M.Eng. selaku ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

8. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku sekretaris Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
9. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
10. Bapak Fajar Nurjaman, S.T., M.T. selaku salah satu peneliti di BPTM-LIPI yang senantiasa membimbing dan memberikan nasehat untuk menyelesaikan tugas akhir ini.
11. Seluruh staf dan karyawan di BPTM-LIPI atas segala bantuannya.
12. Para dosen serta karyawan di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
13. Orang tua angkatku yang telah bersedia menggantikan peran orangtua kandungku selama masa pendidikan: Bapak Saipuri dan Ibu Siti Rohamah di Blitar, Mbah Suyat dan Mbah Marinten di Kemiling.
14. Rekan penelitian sekaligus sahabat-sahabatku yang selalu mendukung dan membantu satu sama lain: Riska, Eli, Fida, Tika, Arif, Jones, Kak Robby, Harry, Diki dan lainnya yang tidak bisa disebutkan satu persatu.
15. Ardin Tiya Mustofa yang selalu memberi doa, semangat dan motivasi dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
16. Teman-teman fisika 2014 serta kakak dan adik tingkat yang membantu dan memberikan semangat dalam proses menyelesaikan tugas akhir.

Akhir kata, atas segala bantuannya mendapat balasan dari Allah SWT dan dilimpahkan karunianya kepada kita semua.

Bandar Lampung, September 2019

Mizna Amiroh Suradi

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	viii
PERSEMBAHAN	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xviii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel.....	6
2.2 Laterit.....	7
2.3 Pengolahan Bijih Nikel.....	9
2.4 Pemanfaatan Nikel.....	13
2.5 Proses Reduksi Bijih Nikel Laterit.....	15
2.6 Pengaruh Sulfur.....	18
2.7 Reduktor.....	20
2.8 XRF (<i>X-Ray Fluorescence</i>).....	24
2.9 XRD (<i>X-Ray Diffractometer</i>).....	25
2.10 SEM-EDX (<i>Scanning Electron Microscopy</i>).....	28

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	30
3.2 Alat dan Bahan.....	30
3.2.1 Alat Penelitian.....	30
3.2.2 Bahan Penelitian.....	30
3.3 Metode Penelitian.....	31
3.3.1 Preparasi Sampel.....	31
3.3.2 Proses Reduksi.....	31
3.3.3 Proses Magnetisasi.....	32
3.3.4 Karakterisasi Sampel.....	33
3.3.4.1 Karakterisasi XRF.....	33
3.3.4.2 Karakterisasi XRD.....	33
3.3.4.3 Karakterisasi SEM-EDS.....	34
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	35

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Awal Bijih Limonit.....	37
4.2 Pengaruh Temperatur Terhadap Kadar dan <i>Recovery</i> Nikel.....	40
4.3 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Kadar dan <i>Recovery</i> Nikel.....	52
4.4 Pengaruh Jumlah Reduktor Terhadap Kadar dan <i>Recovery</i> Nikel.....	65

V. KESIMPULAN DAN SARAN

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Generalisasi Potongan Deposit Nikel Laterit	8
Gambar 2.2. Perbandingan Proses <i>Pyrometallurgy</i> , <i>Caron</i> , <i>High Pressure Acid Leaching</i> (HPAL), dan <i>Enhanced Pressure Acid Leaching</i> (EPAL).....	9
Gambar 2.3. Standar Energi Bebas Gibbs Reaksi NiO, C dan CO.....	17
Gambar 2.4. Jenis-Jenis Reduktor.....	20
Gambar 2.5. Prinsip Kerja XRF.....	25
Gambar 2.6. Urutan Operasi Sistem SEM-EDX.....	29
Gambar 3.1. Skema Alat Pemisahan Magnetisasi	32
Gambar 3.2. Diagram Alir Penelitian	36
Gambar 4.1. Analisis XRD Bijih Nikel Laterit.....	38
Gambar 4.2. (a) SEM <i>Image</i> dari Bijih Nikel Laterit Sebelum Reduksi; Distribusi Unsur dalam Bijih: (b) Karbon; (c) Oksigen; (d) Magnesium; (e) Aluminium; (f) Silikon; (g) Khrom; (h) Besi; (i) Nikel; (j) Tembaga	39
Gambar 4.3. Pola Difaktogram XRD pada Pengaruh Temperatur Terhadap Perubahan Fasa Bijih Hasil Reduksi dengan 10% MgSO ₄ dengan Waktu Tahan Reduksi 90 Menit dan Reduktor 5% wt.....	41
Gambar 4.4. Struktur Mikro Bijih Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO ₄ pada Waktu Reduksi 90 Menit, Reduktor 5% berat dan Variasi Temperatur yaitu (a) 950°C, (b) 1050°C, dan (c) 1150°C.....	43

Gambar 4.5. Hasil SEM Biji Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO ₄ pada Waktu Tahan Reduksi 90 Menit, Reduktor 5% wt. dan Variasi Temperatur yaitu (a) 950°C, (b) 1050°C, dan (c) 1150°C.	44
Gambar 4.6. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 950°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3	46
Gambar 4.7. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1050°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3	49
Gambar 4.8. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3	51
Gambar 4.9. Pola Difaktogram XRD pada Pengaruh Waktu Tahan Reduksi Terhadap Perubahan Fasa Biji Hasil Reduksi dengan 10% MgSO ₄ pada Temperatur 1150°C dan Reduktor 5% wt.	54
Gambar 4.10. Struktur Mikro Biji Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO ₄ pada Temperatur Reduksi 1150°C, Reduktor 5% wt. dan Variasi Waktu, yaitu (a) 60 menit, (b) 90 menit dan (c) 120 menit	56
Gambar 4.11. Hasil SEM Biji Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO ₄ pada Temperatur Reduksi 1150°C, Reduktor 5% berat, dan Variasi Waktu, yaitu (a) 60 Menit, (b) 90 Menit dan (c) 120 Menit.	57
Gambar 4.12. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 60 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3	59
Gambar 4.13. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3	61
Gambar 4.14. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 120 menit, Aditif 10% MgSO ₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3.....	63

- Gambar 4.15. Pola Difaktogram XRD pada Pengaruh Jumlah Reduktor Terhadap Perubahan Fasa Bijih Hasil Reduksi dengan 10% MgSO₄ pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 Menit. 66
- Gambar 4.16. Struktur Mikro Bijih Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO₄ pada Temperatur Reduksi 1150°C, Waktu Tahan 90 menit dan Variasi Reduktor, yaitu (a) 5%, (b) 10% dan (c) 15% wt..... 68
- Gambar 4.17. Hasil SEM Bijih Hasil Reduksi dengan Aditif 10% MgSO₄ pada Temperatur Reduksi 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 Menit dan Variasi Reduktor, yaitu (a) 5%, (b) 10% dan (c) 15%. 69
- Gambar 4.18. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO₄ dan Reduktor 5% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3 71
- Gambar 4.19. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 90 menit, Aditif 10% MgSO₄ dan Reduktor 10% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3 73
- Gambar 4.20. (a) Hasil Pengamatan SEM pada Temperatur 1150°C dengan Waktu Tahan Reduksi 120 menit, Aditif 10% MgSO₄ dan Reduktor 15% wt.; (b) Spektrum EDX dari Daerah 1; (c) Spektrum EDX dari Daerah 2; (d) Spektrum EDX dari Daerah 3 76

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Lapisan-lapisan batuan laterit dan kandungannya	7
Tabel 2.2. Perbandingan mutu arang cangkang sawit dan kokas.....	22
Tabel 4.1. Komposisi kimia bijih nikel laterit (%).....	37
Tabel 4.2. Perhitungan <i>rietveld refinement</i> bijih nikel laterit.	38
Tabel 4.3. Pengaruh temperatur reduksi pada konsentrat dengan aditif 10% MgSO ₄ pada waktu tahan reduksi 90 menit dan reduktor 5% berat terhadap kadar Ni dan Fe serta <i>recovery</i> Ni dan Fe.....	40
Tabel 4.4. Perhitungan <i>rietveld refinement</i> senyawa hasil reduksi dengan aditif. (variasi: temperatur).....	42
Tabel 4.5. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX temperatur 950°C.	47
Tabel 4.6. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX temperatur 1050°C.	49
Tabel 4.7. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX temperatur 1150°C.	52
Tabel 4.8. Pengaruh waktu tahan reduksi pada konsentrat dengan aditif 10% MgSO ₄ pada suhu 1150°C dan reduktor 5% berat terhadap kadar Ni dan Fe serta <i>recovery</i> Ni dan Fe... ..	53
Tabel 4.9. Perhitungan <i>rietveld refinement</i> senyawa hasil reduksi dengan aditif. (variasi: waktu tahan).....	55
Tabel 4.10. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX waktu tahan 60 menit.....	59
Tabel 4.11. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX waktu tahan 90 menit.....	62
Tabel 4.12. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX waktu tahan 120 menit.....	64

Tabel 4.13. Pengaruh jumlah reduktor reduksi pada konsentrat dengan aditif 10% MgSO ₄ pada suhu 1150°C dan waktu tahan 90 menit terhadap: (a) kadar Ni dan Fe serta (b) <i>recovery</i> Ni dan Fe.....	65
Tabel 4.14. Perhitungan <i>rietveld refinement</i> senyawa hasil reduksi dengan aditif. 10% MgSO ₄ (variasi: penambahan reduktor).	67
Tabel 4.15. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX reduktor 5%.....	71
Tabel 4.16. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX reduktor 10%.....	74
Tabel 4.17. Hasil berat unsur dalam spektrum EDX reduktor 15%.....	77

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Laterit adalah produk hasil pelapukan batuan secara kimiawi yang berlangsung dalam waktu yang panjang pada kondisi iklim basah atau lembab. Laterit dapat diproses untuk menghasilkan nikel. Nikel merupakan salah satu bahan penting yang banyak dibutuhkan dalam bidang perindustrian. Sebanyak 65% nikel digunakan sebagai bahan baku pembuatan baja tahan karat (*stainless steel*). Selain itu, nikel juga digunakan sebagai bahan baku pembuatan *alloy steels* dan *non-ferrous alloy* sebanyak 12% (Kim *et al.*, 2010).

Sumber nikel pada dasarnya berasal dari dua sumber, yaitu batuan sulfide dan batuan laterit. Selama ini, sebanyak 60% kebutuhan akan nikel dipasok dari batuan sulfida. Padahal, sekitar 70% cadangan nikel dunia terperangkap dalam bentuk laterit (Kyle, 2010). Pada dasarnya batuan laterit dapat dibagi menjadi dua lapisan, yaitu lapisan limonit dan saprolit. Dalam masing-masing lapisan tersebut terkandung jenis mineral yang bermacam-macam. Mineral utama penyusun lapisan limonit adalah gheothit [FeO(OH)] dan hematite (Fe₂O₃), sedangkan pada lapisan saprolit [(Ni,Mg)SiO₃.nH₂O] disusun oleh mineral serpentine [Mg₃Si₂O₅(OH)₄] (Yildirim *et al.*, 2012).

Magnesium adalah unsur kedua pada golongan IIA dari tabel periodik yang menunjukkan bagaimana unsur-unsur kimia yang terkait satu sama lain. Unsur-unsur di golongan II dikenal sebagai unsur alkali tanah. Unsur-unsur lain dalam kelompok tersebut adalah berilium, kalsium, strontium, barium dan radium. Magnesium terdapat dalam jumlah besar dalam air laut. Magnesium disimbolkan dengan Mg. Senyawa magnesium sangat melimpah di bumi. Salah satu senyawa magnesium yang terkenal adalah garam Epsom, atau magnesium sulfat (MgSO_4). Magnesium sulfat ialah suatu garam anorganik (senyawa kimia) yang mengandung magnesium, sulfur dan oksigen, dengan rumus MgSO_4 . Dalam kelarutannya, MgSO_4 agak larut dalam alkohol dan gliserol dan tidak larut dalam aseton. Kegunaan MgSO_4 dalam kehidupan sehari-hari dalam berbagai bidang antara lain sebagai bahan pengering, sebagai komponen garam, sebagai produk kecantikan, sebagai penggumpalan dalam pembuatan tahu, digunakan sebagai pertolongan pertama untuk keracunan bahan kimia tertentu, meningkatkan hasil panen dan menenangkan sakit otot. Namun dalam penelitian yang akan dilakukan, bukan membahas tentang kegunaan dari MgSO_4 tetapi akan membahas peran penambahan aditif MgSO_4 dalam reduksi selektif karbotermik bijih nikel kadar rendah.

Beberapa peneliti telah melakukan percobaan mengenai reduksi bijih nikel laterit dengan menggunakan berbagai gas seperti kombinasi gas $\text{H}_2\text{-CO}_2$ yang diteliti oleh (Valix *et al.*, 2006) mengenai studi fase transformasi bijih laterit pada suhu tinggi dan hasilnya menunjukkan bahwa pengurangan suhu dapat memiliki efek yang signifikan pada pemulihan logam, meningkatkan suhu hingga 600°C untuk limonit tampaknya memberikan pemulihan yang optimal. Sedangkan transformasi

fase mineral saprolit pada suhu hingga 800°C. Peneliti terkait yang lainnya seperti (Mohanty *et al.*, 2008) menggunakan gas CH₄ yang meneliti tentang pertimbangan termodinamika dalam reduksi nikel laterit dengan menggunakan metana yang hasilnya menunjukkan potensi reduksi yang baik di sekitar 873°K hingga 1073°K untuk nikel laterit. Selain menggunakan reduktor gas, beberapa peneliti lain juga mereduksi bijih nikel laterit menggunakan reduktor padat seperti (Jiang *et al.*, 2013) yang melakukan penelitian tentang mekanisme natrium sulfat dalam memperkenalkan reduksi selektif bijih nikel laterit selama proses reduksi. Hasilnya menunjukkan bahwa kadar dalam konsentrat feronikel sebesar 9,87% Ni, dengan *recovery* nikel 90,90% dapat diperoleh ketika bijih laterit direduksi pada suhu 1200°C selama 50 menit dengan penambahan 10% berat Na₂SO₄ dan 2 wt.% batubara.

Berdasarkan uraian diatas, untuk mengetahui lebih jauh terkait tentang pengaruh reduksi bijih nikel limonit maka dilakukan penelitian mengenai reduksi karbotermik bijih nikel kadar rendah dengan penambahan aditif MgSO₄ dan reduktor antrasit. Pada penelitian ini akan dilakukan penelitian dengan persentase aditif MgSO₄ sebesar 10% dan variasi yang berbeda-beda untuk setiap penelitian. Variasi pada persentase reduktor sebesar 5%, 10% dan 15% antrasit dengan waktu tahan 60 menit, 90 menit dan 120 menit pada temperatur reduksi 950°C, 1050°C dan 1150°C. Sementara itu karakteristik reduksi bijih nikel akan dianalisis dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana produk dari proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit?
2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap perubahan fasa setelah proses reduksi?
3. Bagaimana pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap kadar dan *recovery* nikel setelah proses reduksi?
4. Bagaimana pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap perubahan besar butir setelah proses reduksi?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui produk dari proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit.
2. Mengetahui pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap perubahan fasa setelah proses reduksi.
3. Mengetahui pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap kadar dan *recovery* nikel setelah proses reduksi.
4. Mengetahui pengaruh variasi temperatur, waktu tahan dan konsentrasi reduktor terhadap perubahan besar butir setelah proses reduksi.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bijih laterit yang digunakan adalah jenis limonit yang berasal dari Torobulu Sulawesi Tenggara dengan kadar awal Ni sebesar 1,4% dan lolos *mesh*-100.
2. Bahan aditif yang digunakan yaitu $MgSO_4$.
3. Reduktor yang digunakan yaitu batubara antrasit yang berasal dari Padang dengan berat sebesar 5, 10 dan 15 wt.%.
4. Temperatur divariasikan pada suhu 950°C, 1050°C dan 1150°C dengan menggunakan alat *muffle furnace*.
5. Waktu tahan divariasikan selama 60 menit, 90 menit dan 120 menit.
6. Karakterisasi unsur, fasa dan mikrostruktur sampel dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Menjadi bahan acuan bagi penelitian berikutnya yang ingin meneruskan mengenai bijih nikel laterit kadar rendah dengan perlakuan yang sama.
2. Hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai alternatif dalam pemilihan bahan dasar untuk melakukan proses reduksi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel

Nikel merupakan logam feromagnetik yang memiliki titik leleh cukup tinggi, yaitu sekitar 1453°C. Logam nikel banyak dimanfaatkan dalam kehidupan karena sifatnya yang tahan karat. Sumber utama nikel di alam berasal dari batuan berupa nikel sulfida dan nikel laterit (Cempel, 2006). Sekitar 70% sumber nikel berasal dari nikel laterit dan 30% berasal dari nikel sulfide (McDonald dan Whittington, 2008). Meskipun demikian, 60% produksi nikel berasal dari nikel sulfida dan 40% berasal dari nikel laterit. Namun seiring meningkatnya kebutuhan akan nikel, penambangan nikel sulfida menjadi sulit karena deposit nikel sulfida yang semakin sedikit (Norgate dan Jahanshahi, 2011). Sekitar 70%-80% nikel berada pada batuan laterit yang tersebar di daerah-daerah tropis dan subtropis, seperti Indonesia, New Caledonia, Australia, Cuba, dan Filipina (Kyle, 2010). Umumnya logam nikel digunakan dalam produksi baja tahan karat dan juga sebagai *alloy*. Manfaat nikel dalam dunia industri sangat besar karena logam paduan nikel memiliki beberapa keunggulan dari sifat fisisnya, seperti titik leleh yang cukup tinggi dan sifat feromagnetisnya. Feromagnetis adalah sifat dari bahan-bahan tertentu yang dapat dibuat sebagai magnet permanen atau tertarik pada magnet (Kyle, 2010).

2.2 Laterit

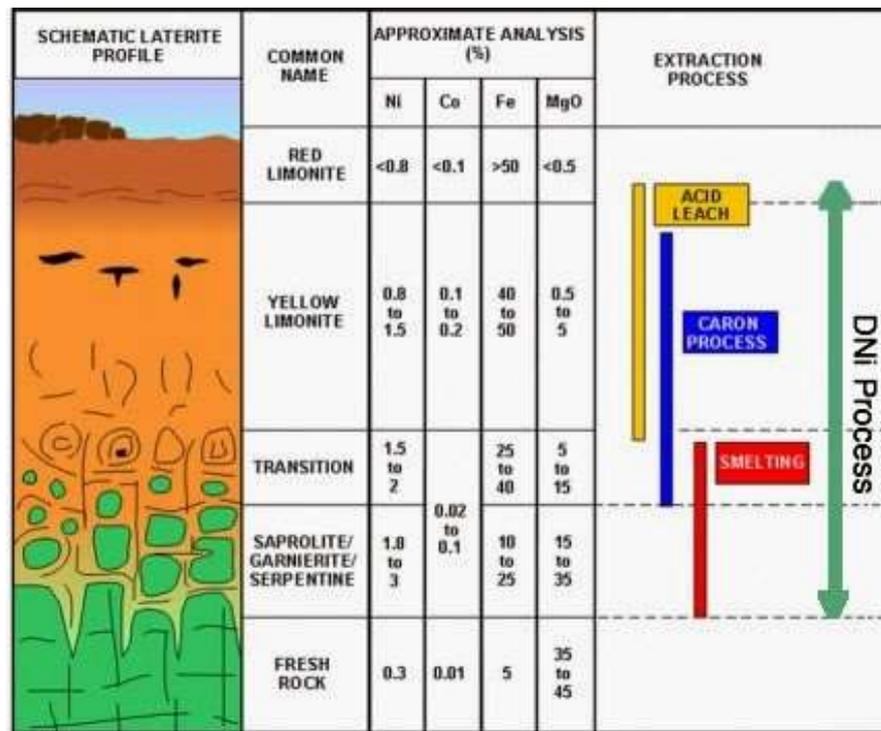
Laterit adalah produk hasil pelapukan batuan secara kimiawi yang berlangsung dalam waktu yang panjang pada kondisi iklim basah atau lembab. Nikel laterit adalah hasil laterisasi batuan ultramafik yang memiliki kandungan besi dan magnesium yang tinggi, dapat ditemukan pada permukaan tanah yang relatif dangkal yaitu sekitar 15-20 meter di bawah permukaan tanah (Shofi, *et. al.*, 2013).

Cadangan nikel laterit biasanya dapat dibagi menjadi lima zona, yang secara garis besar zona-zona tersebut dapat dirangkum dalam Tabel 2.1 (Li, 1999).

Tabel 2.1 Lapisan-lapisan batuan laterit dan kandungannya (Li, 1999).

Nama	Formula	Ni %
<u><i>Limonite Zone</i></u>		
Goethite	(Fe, Al, Ni)OOH	0.5~1.5
“Asbolite”		
Lithiophorite	Mn, Fe, Co, Ni oxide	1~10
Cryptomelane		
<u><i>Intermediate Zone</i></u>		
Nontronite	(Ca, Na, K) _{0.5} (Fe ³⁺ , Ni, Mg, Al) ₄ (Si, Al) ₈ O ₂₀ (OH) ₄	0~5
Quartz	SiO ₂	0
<u><i>Saprolite Zone</i></u>		
Nickeliferrous	(Mg, Fe, Ni) ₃ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	1~10
Serpentine		
“Garnierite”	(Ni, Mg) ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	10~24
<u><i>Peridotite Bedrock</i></u>		
Olivine	(Mg, Fe, Ni) ₂ SiO ₄	0.25
Orthophyroxene	(Mg, Fe)SiO ₃	0.05
Serpentine	Mg ₃ SiO ₅ (OH) ₄	0.25

Pada beberapa proses pengambilan nikel, sering digunakan batuan laterit yang berasal dari *limonite zone* dan *saprolite zone*, dengan kadar nikel dalam limonit sekitar 0,5%-1,5% dan saprolit 1%-10%. Generalisasi potongan deposit nikel laterit ditunjukkan pada Gambar 2.1.



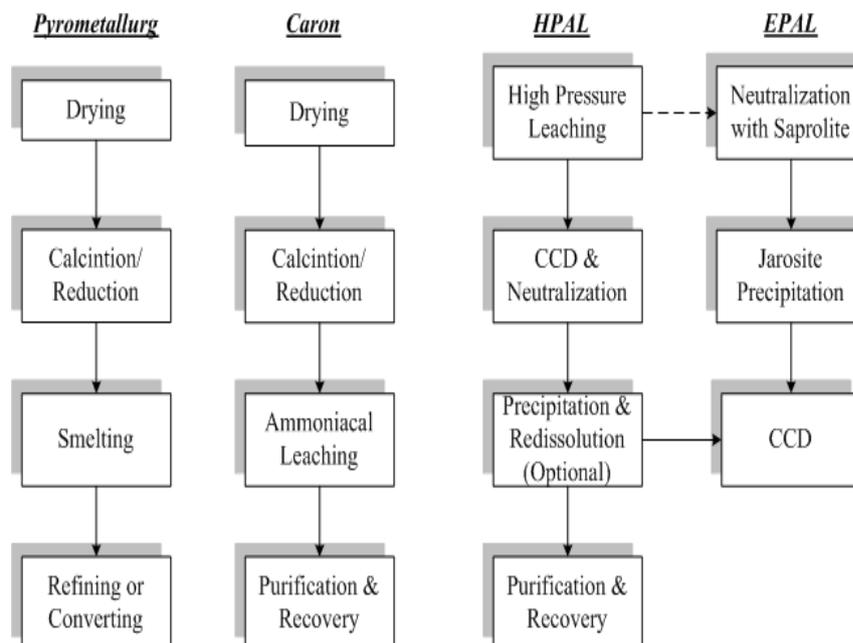
Gambar 2.1 Generalisasi potongan deposit nikel laterit (Elias, 2002).

Nikel dalam bijih nikel laterit berasosiasi dengan besi oksida dan mineral silikat sebagai hasil substitusi *isomorphous* unsur besi dan magnesium dalam struktur kristalnya (Dalvi, *et. al.*, 2004, Moskalyk, *et. al.*, 2002) sehingga secara kimia dan fisik, bijih nikel laterit dapat digolongkan menjadi dua jenis yaitu bijih jenis saprolit (silikat/hidro silikat) dan jenis limonit (oksida/hidroksida) (Rhamdhani, 2009). Bijih nikel laterit sulit untuk dibuat menjadi konsentrat nikel karena terbentuknya struktur kristal *isomorphous* dari *goethite* atau *serpentine* (Mudd dan Eckelman, 2010). Kemudian mineralogi yang berbeda membutuhkan pendekatan proses yang berbeda. Dalam bijih limonit, nikel membentuk ikatan yang lemah

dengan *goethite* akan tetapi dalam bijih saprolit, nikel masuk ke dalam struktur mineral (Bergman, 2003).

2.3 Pengolahan Bijih Nikel

Laterit dapat diproses untuk menghasilkan nikel dengan dua cara, yaitu dengan hidrometalurgi dan pirometalurgi. Hidrometalurgi merupakan cara pengolahan logam dari batuan atau bijihnya dengan menggunakan pelarut cair. Dua proses hidrometalurgi yang saat ini sudah terbukti dapat dilaksanakan adalah proses *Caron* dan *High Pressure Acid Leaching* (HPAL). Sedangkan pirometalurgi atau *smelting* merupakan cara mengolah dan memurnikan logam pada suhu tinggi. Perbandingan proses-proses pengolahan batuan nikel laterit ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Perbandingan proses *pyrometallurgy*, *caron*, *high pressure acid leaching* (HPAL), dan *enhanced pressure acid leaching* (EPAL) (Kyle, 2010).

a. *Smelting/pyrometallurgy*

Smelting merupakan teknologi yang sudah sangat banyak digunakan untuk memproduksi *ferronickel* atau *nickel matte*. Proses ini cocok untuk mengolah bijih saprolit dengan kadar Ni yang tinggi (>2%), Mg yang tinggi (10%-15%) dan Fe yang rendah (13-20%). Dalam pembuatan *ferronickel*, bijih dicampur dengan batubara kemudian dikeringkan dan dikalsinasi dalam tanur putar pada suhu 900°C-1000°C. Hasil kalsinasi kemudian di-*smelting* dan ditambahkan kembali batubara ke dalam *electric furnace* pada suhu 1550°C. Hasilnya berupa Ni dan Fe yang sudah tereduksi sempurna 60%-70%. Fe, Mg, dan SiO₂ yang tersisa akan tertinggal dalam campuran *slag* (Kyle, 2010).

Secara umum, proses pirometalurgi dibagi menjadi beberapa tahap yaitu *drying*, *reduction* atau *calcination*, *smelting*, dan *refining*.

➤ *Drying*

Kandungan air pada nikel laterit bervariasi, sekitar 30%-45%. Dalam proses ini kandungan air pada nikel laterit dikontrol sekitar 15%-20% untuk mengurangi timbulnya debu yang berlebihan pada proses pengeringan dan proses-proses selanjutnya. Tujuan proses *drying* yaitu untuk menghilangkan *moisture* yang terdapat dalam bijih. Proses ini biasanya berlangsung dalam *rotary dryer* pada temperatur 100-200°C (Diaz *et. al.*, 1988).

➤ *Calcination* dan *reduction*

Pada tahap ini dilakukan pemanggangan terhadap batuan (bijih), yang dimaksudkan untuk menghilangkan kandungan air. Kandungan air yang terdapat

dalam batuan laterit direduksi pada suhu sekitar 400°C. Bijih dilebur dan dibakar menggunakan batubara dalam sebuah tanur putar.

➤ *Smelting*

Leburan kemudian dilebur lagi dalam *furnace* pada suhu 1513°C untuk mereduksi nikel. Reduksi dilakukan dalam *furnace* bersuhu tinggi dan terbentuk *Nickel Pig Iron* (NPI) yang merupakan *ferro-alloys* (Shofi, *et. al.*, 2013).

➤ *Refining*

Proses *refining* atau pemurnian bertujuan untuk menghilangkan impuritas yang terkandung, seperti karbon, silika, krom, dan lain-lain (Kyle, 2010).

Keunggulan dari proses pirometalurgi adalah:

1. Mudah dilakukan, karena pada dasarnya hanya membutuhkan proses peleburan. Sedangkan hidrometalurgi membutuhkan proses *leaching*, netralisasi, dan purifikasi.
2. Membutuhkan waktu yang singkat, yakni hanya dalam hitungan jam, berbeda dengan hidrometalurgi yang membutuhkan waktu hingga hitungan hari.
3. Reagen yaitu reduktor mudah didapat.
4. Jika digunakan bioreduktor, maka proses reduksi yang terjadi akan lebih ramah lingkungan karena terjadi *zero CO₂ cycle*.

b. Proses *Caron*

Proses *caron* terdiri dari reduksi selektif atau *roasting* terhadap Ni dan Co yang dilanjutkan dengan *leaching* menggunakan larutan ammonium karbonat. Reaksi *roasting* berlangsung pada suhu 850°C. Bijih yang sudah selesai direduksi kemudian didinginkan dengan cara *quenching* pada suhu 150°C-200°C dalam

larutan ammonium karbonat. Ni dan Co yang terkandung dalam bijih akan larut dan membentuk ammonia kompleks, sedangkan Fe akan teroksidasi dan mengendap sebagai $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Pada proses ini didapatkan larutan yang tidak mengandung Fe, sehingga didapatkan Ni dan Co yang lebih murni. Proses *caron* dapat digunakan untuk bijih limonit dan beberapa jenis bijih saprolit (Kyle, 2010).

c. *High Pressure Acid Leach (HPAL)*

Proses ini cocok untuk bijih limonit. Bijih dilarutkan dalam larutan asam sulfat pada suhu 240°C - 270°C selama 60-90 menit. Pada akhirnya Fe akan mengendap sebagai hematit (Fe_2O_3) dan jarosit $(\text{H}_3\text{O})\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$, sedangkan Al dalam bentuk alunit $(\text{H}_3\text{O})\text{Al}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$. Hampir semua Fe, Al, Si, dan Cr akan mengendap. Lebih dari 95% Ni dan 90% Mg akan larut dalam larutan. Proses pemurnian logam menggunakan pelarut kimia disebut hidrometalurgi (Kyle, 2010).

d. *Enhanced Pressure Acid Leaching (EPAL)*

Atmospheric Leaching (AL) dipasang disisi HPAL untuk menghasilkan *Enhanced Pressure Acid Leaching* (EPAL). Pada proses *Atmospheric Leaching*, Ni dan Co diekstraksi. Proses ini menggunakan bijih saprolit untuk menetralkan asam yang tersisa setelah proses HPAL, sehingga meningkatkan kandungan nikel pada larutan. Saprolit dilarutkan kembali dalam larutan asam sulfat dan terjadi peningkatan pH untuk membantu mengendapkan besi (Fe) dari larutan sebagai goetit (Liu *et al.*, 2004).

2.4 Pemanfaatan Nikel

Nikel adalah salah satu logam yang penting karena memiliki banyak aplikasi dalam bidang industri. Terdapat jenis produk turunan nikel seperti logam halus, bubuk, dan spons. Sebanyak 62% logam nikel dimanfaatkan sebagai baja tahan karat (Barkas, 2010). Produk turunan nikel pada umumnya dibagi menjadi tiga, yaitu *ferronickel* (FeNi), *Nickel Pig Iron* (NPI), dan *nickel sulfide matte* (*nickel matte*).

Nickel Pig Iron (NPI) merupakan produk yang umumnya terbentuk dari bijih dengan kadar nikel rendah. Sehingga saprolit dan limonit yang berkadar nikel rendah, dapat menghasilkan NPI. Prosesnya adalah mereduksi dan melebur bijih dalam sebuah *blast furnace*.

Untuk *ferronickel*, produksinya dilakukan dengan dua rangkaian utama yaitu reduksi dalam tungku putar (*rotary kiln*) dan peleburan dalam tungku listrik (*electric furnace*) (Yildirim *et al.*, 2012). Reduksi pada *rotary kiln* dilakukan pada suhu 900°C-1000°C, kemudian dilanjutkan dengan peleburan dan reduksi dalam *electric furnace* pada suhu 1550°C. Kemurnian nikel pada *ferronickel* yang dihasilkan berkisar antara 20%-30% (Kyle, 2010).

Nickel matte merupakan produk yang dihasilkan melalui proses *smelting* atau peleburan, sama seperti *ferronickel*. Akan tetapi, setelah melalui *rotary kiln*, bijih selanjutnya direaksikan dengan sulfur di dalam *electric furnace*. Kemudian produknya dimasukkan ke sebuah konverter, dimana udara dialirkan dan menghasilkan Ni dengan kadar 75-78%.

Untuk memenuhi kebutuhan nikel dalam dunia industri, nikel banyak diolah dari bijih sulfida. Penurunan cadangan bijih sulfida dunia dan naiknya harga nikel membuat para produsen baja tahan karat seri 200 mengganti bahan baku nikel ke bijih laterit yang cadangannya lebih banyak dan murah. Pada baja tahan karat seri 200 disarankan untuk mengganti nikel dengan logam lain yang memiliki sifat sama karena akan mengurangi biaya produksi sebanyak 30% (Hernandez *et al.*, 2008).

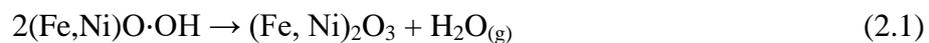
Saat ini sudah dikembangkan pengolahan nikel menjadi *Nickel Pig Iron* (NPI) sebagai bahan baku pembuatan baja tahan karat seri 200. *Nickel Pig Iron* adalah *ferro nickel* dengan kadar Ni 1,5%-8% (Shofi, 2013). Pembuatan *Nickel Pig Iron* menggunakan bahan baku dari bijih limonit sudah dilakukan oleh beberapa produsen di Cina menggunakan bijih laterit yang diimpor dari Indonesia, Filipina, dan New Caledonia (Yildirim *et al.*, 2012).

Indonesia memiliki cadangan bijih nikel laterit yang cukup besar, yaitu sekitar 1576 Mt atau sekitar 15% cadangan nikel di dunia. Cadangan ini terdapat di Sulawesi, Halmahera, Papua, dan Kalimantan. Selama beberapa tahun ini bijih limonit mentah diekspor secara besar-besaran ke Cina. Ekspor secara besar-besaran dilakukan karena sampai saat ini di Indonesia hanya ada dua perusahaan yang mengolah bijih nikel laterit yaitu PT. INCO yang membuat *nickel matte* dan PT. Antam yang membuat *ferronickel*. Menurut data pohon industri 2009 dari Kementrian Perindustrian dan *Indonesia Iron and Steel Industri Association* (IISIA), di Indonesia belum ada industri yang memproduksi *Nickel Pig Iron* (Astuti *et al.*, 2012).

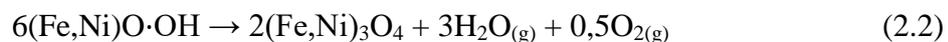
2.5 Proses Reduksi Bijih Nikel Laterit

Proses reduksi bijih nikel laterit dilakukan dalam *furnace* pada suhu tinggi agar batuan dapat terdekomposisi, sehingga pengambilan nikel lebih mudah dilakukan. Namun perlu diperhatikan suhu optimum dalam proses reduksi tersebut, agar laterit tidak berubah ke fase temperatur tingginya atau melebur (Li, 1999). Produk hasil proses *smelting* dari bijih dengan kandungan nikel yang rendah, menghasilkan *Nickel Pig Iron* dengan kandungan nikel sekitar 2%-10% (Yildirim *et al.*, 2012).

Dalam prosesnya, terjadi reaksi antara laterit dan reduktor. Nikel pada bijih limonit tersubstitusi dalam struktur kristal *goethite* yang pada temperatur 250°C terjadi dehidroksilasi *goethite* melalui reaksi (Elliot *et. al.*, 2015):



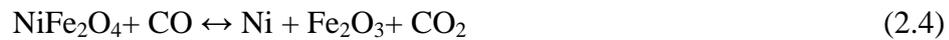
Setelah dehidroksilasi, nikel terbentuk dalam struktur hematit baru. Nikel akan bergabung menjadi fasa spinel di bawah kondisi reduksi melalui reaksi (Elliot *et. al.*, 2016):



Untuk tahap selanjutnya yaitu ekstraksi nikel dengan cara mereduksinya menggunakan agen pereduksi sebagaimana yang telah disebutkan sebelumnya menggunakan batubara. Gas CO untuk mereduksi nikel diperoleh dari reaksi perubahan karbon padat menjadi gas karbon monoksida melalui reaksi:



Reduksi nikel yang terikat pada struktur spinel terjadi melalui reaksi (Elliot *et. al.*, 2016):



Pada umumnya proses reduksi bijih nikel laterit dengan menggunakan reduktor batubara dapat digambarkan menjadi tiga jenis reaksi yaitu reduksi nikel oksida, gasifikasi karbon, dan reduksi besi oksida (Elliot *et. al.*, 2016).

Reduksi nikel oksida terjadi melalui reaksi:



Gasifikasi karbon terjadi melalui reaksi:

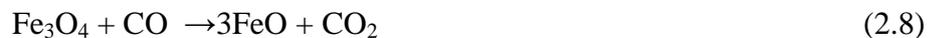


Pada temperatur 250°C, 450°C dan 670°C terjadi reaksi NiO, Fe₂O₃, dan Fe₃O₄ menjadi Ni, Fe₃O₄, dan FeO. Mekanisme reduksi padat yang terjadi pada oksida besi melalui tiga tahap reaksi.

Tahap I : Reduksi hematite menjadi magnetite



Tahap II : Reduksi magnetite menjadi wustite

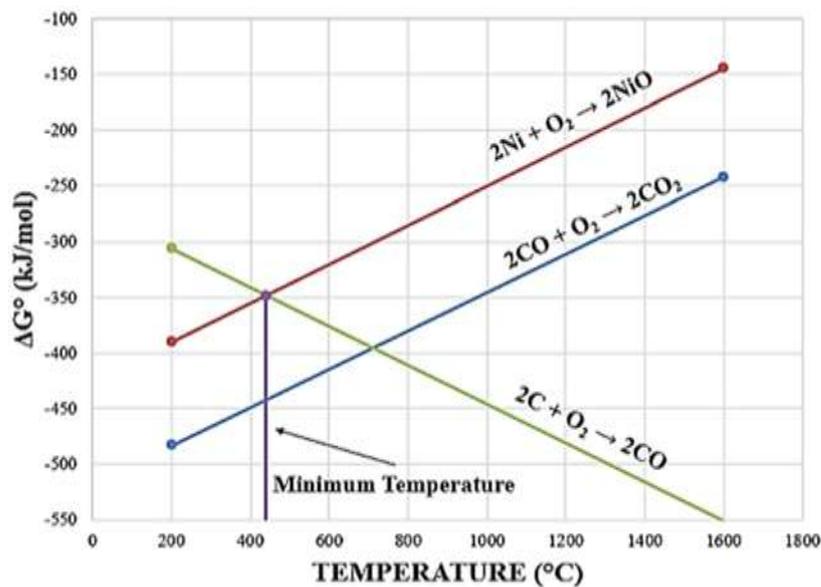


Tahap III : Reduksi wustite menjadi metallic iron



Pada umumnya, reaksi reduksi yang terjadi adalah kombinasi antara reaksi reduksi secara tidak langsung dan reaksi *boudouard*. Reaksi *boudouard* adalah reaksi antara karbon dan karbon dioksida membentuk karbon monoksida. Dari

perhitungan energi bebas standar Gibbs, reaksi *boudouard* dapat berlangsung secara termodinamika pada suhu melebihi 700°C. Gas karbon monoksida yang terbentuk dapat menjadi reduktor layaknya karbon tetap yang terdapat dalam reduktor padat. Selanjutnya FeO (Wustit) direduksi lebih lanjut menjadi Fe metalik.



Gambar 2.3 Standar Energi Bebas Gibbs Reaksi NiO, C, dan CO (Li *et. al.*, 2011).

Jadi secara umum, urutan reduksi oksida Fe adalah $3\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow 6\text{FeO} \rightarrow 6\text{Fe}$, terutama pada suhu reduksi melebihi 570°C pada tekanan atmosferis (Kock *et al.*, 1985; Jozwiak *et al.*, 2007). Produk hasil reduksi kemudian dianalisis untuk mengetahui kadar nikel terambil. Analisis awal dilakukan dengan menimbang bahan sebelum dilakukan proses pirolisis dan setelah proses pirolisis. Selisih berat tersebut merupakan berat oksigen yang hilang dalam bentuk karbon dioksida. Kemudian analisis lanjutan dilakukan menggunakan XRD dan XRF (Ellingham, 1944).

2.6 Pengaruh Sulfur

Kadar nikel, perolehan nikel, dan pemulihan besi dalam konsentrat feronikel digunakan untuk mengetahui pengaruh penurunan selektif pada konsentrat feronikel. Produk magnetik yang diperoleh disebut sebagai konsentrat feronikel. Menurut hasil eksperimen yang dilakukan (Jiang *et. al.*, 2013) dengan aditif yang berbeda yaitu Na_2O dapat meningkatkan perolehan nikel, dan sulfur atau belerang secara signifikan mempengaruhi peningkatan terhadap kelas nikel. Perolehan nikel dan besi dari feronikel dengan penambahan campuran Na_2O dan S adalah serupa dengan Na_2S dan Na_2SO_4 yang terpisah. Ketika dosis Na_2S , Na_2SO_4 , dan campuran Na_2O dan S meningkat menjadi 10 wt.%, kelas nikel dari konsentrat feronikel meningkat menjadi 9,87%, 10,86%, dan 9,29%, dengan pemulihan nikel dari 90,90%, 88,56%, dan 87,29%, dan pemulihan besi 29,55%, 24,62%, dan 30,76%. Pemulihan besi dalam konsentrat feronikel menurun karena pembentukan FeS. Diketahui bahwa S (sulfur) bereaksi dengan besi (Fe) logam untuk membentuk FeS, yang bermanfaat untuk pengayaan nikel melalui pemisahan magnetik (Jiang *et. al.*, 2013).

(Li dan Coley, 2000) telah mempelajari sulfidasi bijih laterit pada temperatur rendah dan berhasil menampilkan bahwa nikel oksida dapat disulfidasi secara selektif membentuk nikelbesi-sulfida. (Valix *et. al.*, 2002), telah memaparkan hasil reduksi saprolit menggunakan gas CO-CO_2 dan mempelajari pengaruh sulfur yang ditambahkan. Pada saprolit hasil kalsinasi menyebabkan Ni terperangkap dalam forsterite sehingga menghasilkan *recovery* atau perolehan yang rendah yaitu hanya Ni sebesar 6,4% dan Fe sebesar 8,1%. Penambahan sulfur saat reduksi bijih nikel laterit dalam usaha peningkatan jumlah perolehan nikel dalam feronikel

telah dilakukan di antaranya melakukan reduksi selektif bijih nikel laterit dengan penambahan natrium sulfat (Na_2SO_4) dan kalsium sulfat (CaSO_4) (Jiang *et al.*, 2013).

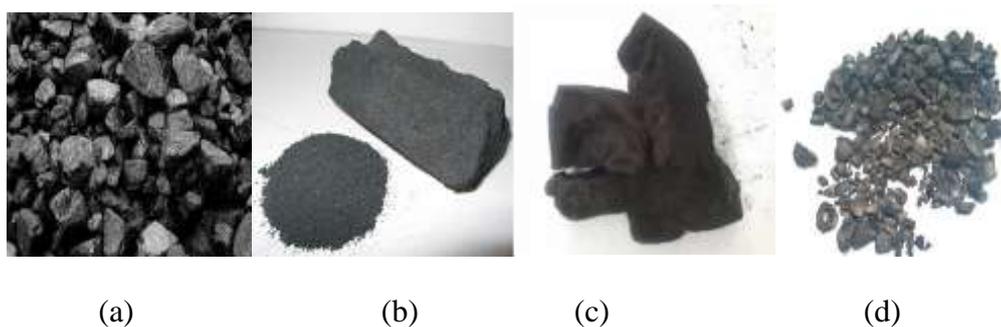
(Kim *et al.*, 2010) telah menyelidiki konsentrasi nikel dari bijih nikel laterit kelas rendah (Ni 1,5%) menggunakan kalsinasi pada 500°C selama 1 jam dan pemisahan magnetik basah. Dia menunjukkan bahwa kadar nikel meningkat dari 1,5% menjadi 2,9%, namun perolehan nikel hanya 48% (Kim *et al.*, 2010). Kehadiran sulfur telah ditemukan dapat meningkatkan perolehan Ni dan Co pada bijih laterit. Dalam studi ini, limonit dan saprolit bijih laterit berkurang dengan adanya aktivator dalam bentuk *elemental sulfur* atau unsur belerang. Aditif sulfur memaksimalkan perolehan dan selektivitas kadar Ni dan Co. Dalam limonit, keberadaan belerang mengarah pada pembentukan besi sulfida (FeS) dan paduan FeNi yang lebih rendah (Valix *et al.*, 2002).

Belerang atau sulfur adalah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang S dan nomor atom 16. Bentuknya adalah non-metal yang tak berasa, tak berbau dan multivalent. Belerang dalam bentuk aslinya adalah sebuah zat padat kristalin kuning. Di alam, belerang dapat ditemukan sebagai unsur murni atau sebagai mineral-mineral sulfida dan sulfat (Budevsky, 1979). Elektrolisis sulfur atau belerang dapat menggunakan elektrolit asam kuat maupun asam lemah. Akan tetapi yang umum digunakan adalah berupa asam kuat seperti HCL dan asam sulfat. Sedangkan elektroda yang digunakan adalah elektroda baja, grafit, dan *stainless steel*. Pada penelitian (Rao *et al.*, 2016) juga menjelaskan temperatur reduksi lebih tinggi dari eutektik, maka lelehan jenuh besi akan ada pada permukaan antarmuka feronikel dan logam sulfida, sehingga terjadinya

aglomerasi. Senyawa lain yang dapat dijadikan sebagai aditif adalah sodium karbonat (Na_2CO_3) (Samadhi, 2017). Penambahan sodium karbonat dapat memperbesar ukuran partikel hasil reduksi dengan menghambat terbentuknya fasa fayalit (Fe_2SiO_4) (Jiang *et. al.*, 2013).

2.7 Reduktor

Reduktor merupakan zat yang dapat mereduksi senyawa lain. Bahan reduktor adalah bahan yang mengandung unsur karbon. Beberapa jenis reduktor yaitu batubara, grafit, arang kayu, dan arang cangkang sawit seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Jenis-Jenis Reduktor (a) Batubara; (b) Grafit; (c) Arang Kayu; (d) Arang Cangkang Sawit.

a. Batubara

Batubara adalah sumber reduktor yang paling banyak digunakan untuk proses reduksi dalam pirometalurgi, karena merupakan padatan yang kaya akan karbon. Akan tetapi penggunaannya cenderung mencemari lingkungan karena batubara termasuk bahan baku yang tidak terbarukan (Arnold, 2013).

b. Grafit

Grafit adalah salah satu bahan yang mengandung karbon. Dalam bentuk kokas, grafit digunakan pada industri baja. Grafit dapat dioksidasi menjadi grafit oksida. Grafit memiliki morfologi berbentuk *flake*. Setelah mengalami proses oksidasi, grafit yang berbentuk *flake* kecil dan tajam berubah menjadi grafit oksida yang memiliki bentuk seperti lembaran kain. Grafit oksida berubah menjadi *graphene* setelah mengalami proses reduksi dengan morfologi berupa lembaran yang lebih tipis dari grafit oksida. Material *graphene* merupakan material inovatif yang memiliki struktur kristal berupa lapisan dua dimensi. *Graphene* adalah salah satu unsur karbon (Suwandana dan Astuti, 2015).

c. Arang

Arang adalah residu hitam berisi karbon tidak murni yang dihasilkan dengan menghilangkan kandungan air dan komponen zat terbang dari hewan atau tumbuhan. Umumnya, arang diperoleh dengan memanaskan kayu, tulang, atau benda lain. Arang yang hitam, ringan, mudah hancur, dan menyerupai batubara mengandung 85% sampai 98% karbon. Arang yang terbuat dari bahan dasar kayu disebut arang kayu. Selain digunakan untuk keperluan memasak, arang kayu berfungsi sebagai penjernih air dan penghilang bau.

Arang cangkang sawit adalah arang yang terbuat dari bahan dasar cangkang sawit. Arang ini dapat digunakan sebagai energi tambahan dengan rasio 25 kg arang cangkang sawit untuk 1 ton baja pada tungku bakar elektrik. Perbandingan mutu arang cangkang sawit dan kokas ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Perbandingan mutu arang cangkang sawit dan kokas.

Karakteristik	Arang Cangkang Sawit	Kokas
Ukuran Partikel	2mm-8mm	1mm-15mm
Kandungan Air	1%-2%	5%-8%
Abu	5%-8%	12-14%
Zat Terbang	7%-16%	2%-6%
Karbon Tetap	70%-85%	80%-85%
Nilai Kalori	7200–7600 kcal/kg	6500– 6800 kcal/kg

Dari Tabel 2.2 diketahui bahwa arang cangkang sawit memiliki nilai kalori lebih tinggi dari kokas dan batubara. Untuk mengekstraksi logam, diperlukan agen pereduksi yang memiliki kandungan karbon cukup tinggi. Karbon akan mereduksi oksigen dari bijih logam pada kondisi dan temperatur tertentu (Anonim, 2016).

d. Antrasit

Antrasit adalah salah satu jenis batu bara yang paling banyak terdapat di alam. Sebagian besar ditemukan di timur Amerika Serikat. Antrasit dengan jumlah yang lebih sedikit ditemui di Afrika Selatan, Australia, Kanada Barat, China, dan negara-negara lain (Britannica, 2017). Batubara antrasit ditemukan di daerah dimana bumi memiliki pergerakan dalam jumlah besar dalam jangka waktu lama, seperti barisan pegunungan Appalachian, Pennsylvania, Amerika Serikat. Tahun 1897 Amerika Serikat memproduksi hampir 1/3 dari produksi batubara global, dengan Pennsylvania memproduksi lebih dari 107 Mt, dan *Pennsylvania Anthracite Fields* menyumbang sekitar 10% dari produksi batubara dunia. Produksi antrasit memuncak pada awal abad ke-20, dengan hasil tahunan mencapai hampir 100 Mt selama Perang Dunia I. Produksi saat ini sekitar 2 Mt (Hower dan Dai, 2016).

Antrasit volatil rendah banyak digunakan dalam utilitas boiler berskala besar di Amerika Utara, Australia, Asia Timur, dan Eropa Barat dimana cadangannya relatif melimpah. Di Cina, antrasit menyumbang sebagian besar konsumsi energi, sekitar 30% listrik dihasilkan dari membakar batubara tersebut (Zha, *et. al.*, 2017). Indonesia sendiri telah menjadi eksportir batubara termal terbesar di dunia dan merupakan pemasok utama pasar batubara Asia. Potensi ekspor dan/atau sumber daya utama batubara terdapat di Sumatra, Kalimantan, Sulawesi, dan Papua (Belkin, *et. al.*, 2009).

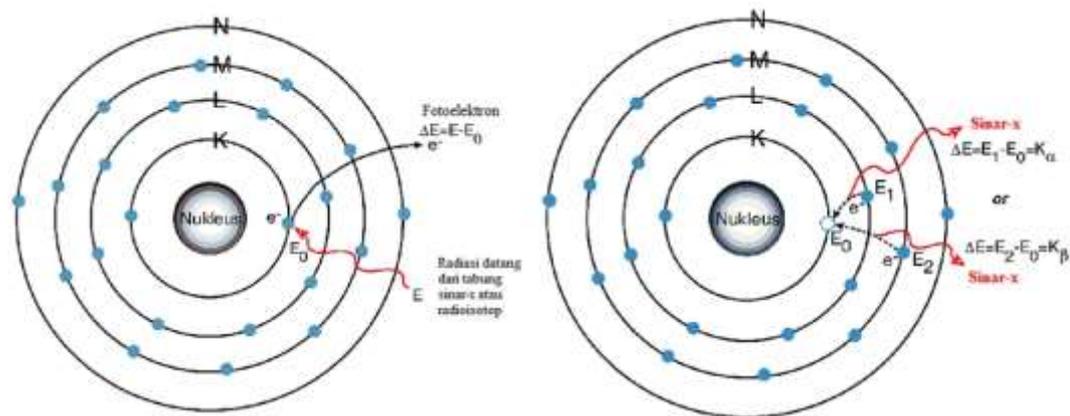
Antrasit yang juga disebut sebagai *hard coal*, merupakan batubara dengan peringkat tertinggi berdasarkan ASTM D388–05 *Standard Classification of Coals by Rank*. Peringkat batubara mengukur kandungan karbon yang memiliki korelasi dengan nilai kalor dan tingkat metamorfik. Antrasit memiliki nilai kalori mendekati 35 megajoule per kilogram yang mengakibatkan jumlah panas yang dihasilkannya tinggi. Antrasit tidak seperti jenis batubara lainnya yang merupakan batuan sedimen, antrasit merupakan batuan metamorf yang terkubur begitu dalam (Sandatlas, 2017).

Antrasit adalah jenis batubara yang paling diminati karena mengandung lebih banyak energi daripada jenis lainnya dan juga merupakan yang paling ramah lingkungan karena kemurniannya. Antrasit mengandung lebih banyak *fixed carbon* daripada jenis batubara lainnya dan jumlah *volatile matter* yang paling sedikit (Gong dan Zhang, 2017).

2.8 XRF (*X-Ray Fluorescence*)

X-Ray Fluorescence adalah alat uji yang digunakan untuk menganalisis unsur yang terkandung dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur pada energi sinar-X karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum (Jenkins, 1999).

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan merupakan suatu gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum *discreet* yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan (Kalnicky and Singhvi, 2001). Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-X karakteristik. Peristiwa tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Prinsip kerja XRF (Kalnicky and Singhvi, 2001).

2.9 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui senyawa kristal yang terbentuk. Teknik XRD dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui, maka unsur tersebut dapat ditentukan. Metode difraksi sinar-X merupakan metode analisis kualitatif yang sangat penting karena kristalinitas dari material pola difraksi serbuk yang karakteristik, oleh karena itu metode ini disebut juga metode sidik jari serbuk (*powder fingerprint method*). Penyebab utama yang menghasilkan bentuk pola-pola difraksi serbuk tersebut, yaitu ukuran dan bentuk dari setiap selnya serta nomor atom dan posisi atom-atom di dalam sel (Smallman dan Bishop, 2000).

Kristal merupakan susunan atom-atom atau kumpulan atom yang teratur dan berulang dalam ruang tiga dimensi. Keteraturan susunan tersebut disebabkan oleh kondisi geometris yang dipengaruhi oleh ikatan atom yang memiliki arah. Kisi ruang kristal (*space lattice*) didefinisikan sebagai susunan titik dalam ruang tiga dimensi yang memiliki lingkungan identik antara satu dengan lainnya. Titik

dengan lingkungan yang serupa itu disebut simpul kisi (*lattice points*). Kesatuan yang berulang di dalam kisi ruang disebut sel unit (*unit cell*) struktur kristal. Bidang kristal merupakan bidang yang terbentuk dari susunan atom yang berulang dalam sebuah sistem kristal. Jarak yang terdapat antara bidang yang saling berdekatan disebut dengan jarak antar bidang atau *spacing* (d). Jarak antar bidang merupakan hal yang penting untuk diketahui ketika melakukan analisa struktur kristal, diantaranya untuk mengetahui dimensi atau ukuran dari kristal yang terbentuk. Cara yang dapat dilakukan untuk menghitung besarnya jarak antar bidang (d -spacing) adalah dengan menentukan nilai “Index Miller” kemudian nilai yang diperoleh dari hasil indeksing tersebut digunakan dalam rumus untuk masing-masing sistem kristal (kubus, tetrahedral, hexagonal, dll). Indeks Miller menunjukkan posisi atom yang membentuk bidang pada sebuah sistem kristal. Setelah diketahui indeks Miller (nilai hkl) dari bidang kristal yang terbentuk, langkah selanjutnya adalah menentukan besarnya jarak antar bidang kristal. Perhitungan besarnya jarak antar bidang dapat dilakukan dengan memperhatikan sistem kristal yang terbentuk.

- a. Untuk sistem kristal orthogonal, jarak antar bidang kristal yang memiliki indeks Miller (hkl) dengan dimensi a, b, c dimana nilai $a \neq b \neq c$, dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.10)$$

- b. Sedangkan untuk sistem kubus, memiliki indeks Miller (hkl) dan dimensi a, b, c dimana nilai $a=b=c$, sehingga untuk sistem kristal kubus, penentuan jarak antar bidang dapat diturunkan dari rumus di atas menjadi:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (2.11)$$

- c. Untuk sistem kristal tetragonal dengan indeks Miller (hkl), memiliki dimensi $a=b \neq c$, sehingga penentuan jarak antar bidang dapat diturunkan dari rumus di atas menjadi:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.12)$$

- d. Untuk sistem kristal hexagonal, penentuan jarak antar bidang dapat dilakukan dengan menggunakan rumus:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2+hk+k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.13)$$

Seperti halnya sistem kristal yang diuraikan di atas, sistem kristal yang lain pun memiliki rumus tersendiri untuk menghitung jarak antara bidang kristalnya (Cullity, 1956).

Sinar-X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembaki dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-X yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg (Callister, 2003). Peristiwa pembentukan sinar-X dapat dijelaskan yaitu pada saat menumbuk logam, elektron yang berasal dari katoda (elektron datang) menembus kulit atom dan mendekati kulit inti atom. Pada waktu mendekati inti atom, elektron ditarik mendekati inti atom yang bermuatan positif, sehingga lintasan elektron berbelok dan kecepatan elektron berkurang atau diperlambat. Karena perlambatan ini, maka energi elektron berkurang. Energi yang hilang ini dipancarkan dalam bentuk sinar-X (Beiser, 1992).

Sinar-X tersebut kemudian menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor

bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.14)$$

dengan: d = jarak antar bidang dalam kristal

θ = sudut difraksi

n = orde difraksi (0,1,2,3,.....)

λ = panjang gelombang (Cullity, 1956).

Hukum Bragg merupakan perumusan matematik mengenai proses difraksi yang terjadi sebagai hasil interaksi antara sinar-X yang dipantulkan oleh material. Pantulan tersebut terjadi tanpa mengalami kehilangan energi sehingga menghasilkan pantulan elastis atau *elastic scattering*. Bragg menunjukkan bahwa bidang yang berisi atom-atom di dalam kristal akan memantulkan radiasi dengan cara yang sama persis dengan peristiwa pemantulan cahaya di bidang cermin (Setiabudi, *et. al.* 2012).

2.10 SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM-EDX didesain dalam memudahkan operasi SEM untuk mengobservasi gambar dengan baik, serta memudahkan operasi EDX untuk melakukan analisa komposisi di dalam komponen material. Agar dapat menghasilkan hasil yang akurat, analisis yang cepat, dan fungsi yang sesuai, maka perlu sistem harus diatur

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Desember sampai dengan Januari 2018 di Laboratorium Uji Kimia Balai Penelitian Teknologi Mineral-LIPI yang bertempat di Jl. Ir. Sutami Km. 15 Tanjung Bintang, Lampung Selatan. Sedangkan karakterisasi SEM-EDS dilakukan di Balai Penelitian Teknologi Bahan Alam LIPI Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan *mesh* -100, kuas, *ball mill*, toples, sendok, piring kecil, krusibel grafit, *furnace*, mortar, *shaker mill*, spatula, timbangan digital, plastic, gelas beker, batang pengaduk, labu ukur, kertas saring, magnet, gauss meter, mikroskop optik, XRF, XRD dan SEM-EDS.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bijih nikel laterit jenis limonit yang berasal dari Torobulu Sulawesi Tenggara, batubara antrasit yang berasal dari Padang sebagai reduktor, magnesium Sulfat sebagai bahan aditif dan air.

3.3 Metode Penelitian

Metode penelitian dalam penelitian ini terdiri dari empat tahap yaitu preparasi sampel, proses reduksi, proses magnetisasi dan karakterisasi sampel yang akan dijelaskan masing-masing seperti di bawah ini:

3.3.1 Preparasi Sampel

Penelitian dimulai dengan melakukan preparasi sampel terlebih dahulu dengan menggerus reduktor antrasit dengan menggunakan *ball mill*, menggerus aditif MgSO_4 dengan menggunakan mortar, mengayak semua bahan dengan menggunakan *shieve shaker* yang berukuran 100 *mesh*, melakukan analisa awal komposisi senyawa dan kadar dengan menggunakan XRD dan XRF, menimbang bubuk bijih dengan berat 100 gram pada masing-masing sampel serta mencampurkan bahan aditif MgSO_4 (10% wt.), reduktor antrasit dengan variasi konsentrasi masing-masing 5, 10 dan 15% wt. dan air, membuat pellet secara manual untuk masing-masing variasi sampel, mengeringkan dengan oven pada temperatur 120°C selama 4 jam yang bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang masih terdapat di dalam sampel.

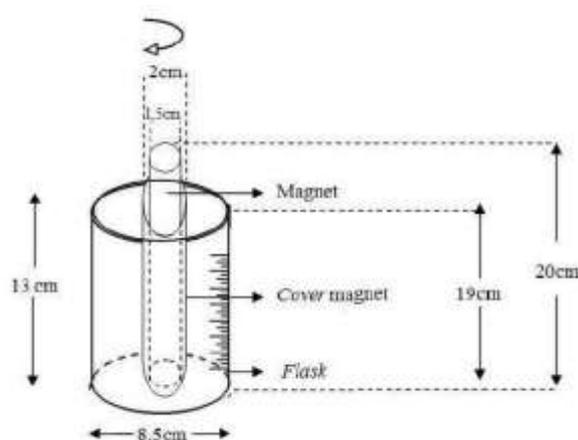
3.3.2 Proses Reduksi

Proses reduksi, dilakukan langkah-langkah menimbang berat awal dari pellet yang sudah dikeringkan dengan menggunakan neraca digital, pellet yang sudah ditimbang ditempatkan pada krusibel dengan bagian atas tertutupi agar terhindar dari oksidasi, mereduksi bijih nikel dalam *muffle furnace* dengan variasi temperatur 950°C , 1050°C dan 1150°C serta variasi waktu tahan selama 60 menit, 90 menit dan 120 menit, mengeluarkan sampel hasil reduksi dan melakukan

pendinginan cepat menggunakan air agar bijih nikel yang telah direduksi tidak teroksidasi kembali dengan oksigen di udara, melakukan proses pengeringan pada temperatur 120°C selama 4 jam dalam oven yang bertujuan untuk menghilangkan air setelah dilakukannya pendinginan cepat, menimbang kembali berat akhir dari pellet yang sudah melalui proses reduksi dengan menggunakan neraca digital.

3.3.3 Proses Magnetisasi

Adapun langkah-langkah proses magnetisasi adalah dengan menggerus pellet yang sudah direduksi dengan menggunakan mortar, menghaluskan pellet yang sudah digerus dengan menggunakan *shaker mill*, melakukan analisa awal pada sampel dengan menggunakan XRF dan XRD, menyiapkan 4 buah gelas beker yang sudah diisi dengan air, 1 buah magnet yang sudah diukur gaussnya dan 1 buah batang pengaduk, memasukkan sampel ke dalam gelas beker dan mengaduknya dengan batang pengaduk, melakukan proses pemisahan konsentrat dan *tailing* menggunakan magnet 500 *gauss* secara manual dengan metode *wet* magnetisasi, melakukan magnetisasi secara seri dan dihasilkan konsentrat pada beker ke empat sedangkan yang lain merupakan *tailing*



Gambar 3.1 Skema alat pemisahan magnetisasi (Wahyu dan Prasetyo, 2016).

3.3.4 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan tiga alat yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS).

3.3.4.1 Karakterisasi XRF

Karakterisasi XRF dilakukan dengan tahapan melakukan preparasi sampel bijih laterit sebelum dan sesudah direduksi serta hasil magnetisasi. Sampel diharuskan dalam keadaan kering dan bersih, menyalakan XRF *Portable* dan melakukan kalibrasi awal agar hasil yang didapatkan lebih akurat, melakukan kalibrasi, setelah itu masuk ke menu *home* lalu pilih mode *minning plus*, meletakkan sampel diatas meja, kemudian menempelkan ujung XRF pada sampel, menekan tombol *trigger* dan tunggu selama 60 detik sampai pengukuran selesai, mengulang pengukuran sebanyak 2x pengulangan untuk mendapatkan data yang lebih akurat, mematikan XRF dengan menekan tombol *setup* dan *exit*.

3.3.4.2 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dikakukan dengan tahapan melakukan preparasi sampel bijih nikel laterit sebelum dan sesudah direduksi. Sampel diharuskan dalam keadaan kering dan bersih, meletakkan sampel di atas preparat dan kemudian meratakan permukaannya, menyusun pada *holder* untuk sampel yang sudah dicetak, melakukan analisis pola difraksi sinar-X.

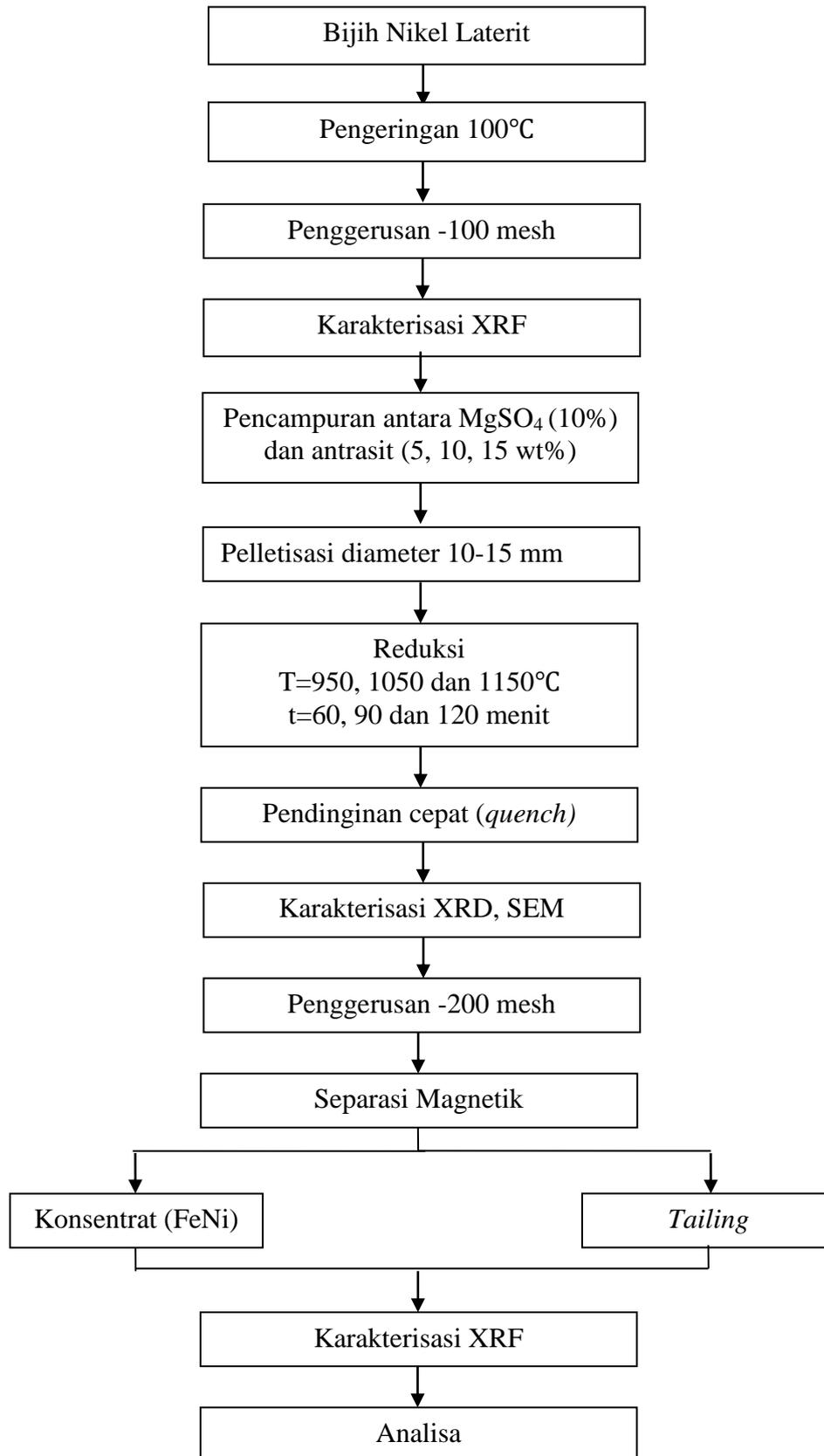
3.3.4.3 Karakterisasi SEM-EDS

Karakterisasi SEM-EDS dilakukan dengan tahapan melakukan preparasi sampel yang telah direduksi untuk melakukan proses *mounting*, melakukan proses *mounting* dengan memasukkan sampel ke dalam paralon dengan diameter 2 cm dan tinggi 3 cm, memasukan resin yang sudah dicampur dengan *hardener* ke dalam paralon yang sudah diisi dengan sampel, menunggu hingga resin mengeras dan melepaskan dari paralon, melakukan *polishing* dengan ukuran amplas 120, 400, 800, 1000 dan 1200 mesh, menyalakan UPS kemudian menyalakan PC komputer beserta monitor, menyalakan *microscop* dan digital kamera, meletakkan sampel diatas *microscop*, melihat mikrostuktur pada sampel dengan perbesaran 100x, 200x dan 500x, menaruh sampel pada *specimen holder* dengan menggunakan *double sticky tip* dan mengatur posisi sampel pada alat SEM-EDS, memberikan lapisan tipis (*coating*) dengan emas (Au) menggunakan mesin ion *sputter*, memasukkan sampel ke dalam *specimen chamber* untuk melakukan observasi pada spesimen uji sebelum dilakukan pemotretan.

Pemotretan dilakukan dengan perbesaran 5.000x dan diperoleh hasil pemotretan berupa gambar SEM yang kemudian dianalisis struktur mikronya. Menentukan pengambilan titik yang akan ditembak EDS dengan hasil gambar SEM yang diperoleh. Hasil dari EDS yaitu tampilan grafik presentase berupa (*mass%*) dan (*atom%*) dari unsur yang terkandung didalam bahan. Memilih unsur yang ingin ditampilkan pada grafik seperti yang dikehendaki.

3.4 Diagram Alir Penelitian

Secara garis besar, langkah kerja penelitian ini terbagi menjadi tiga bagian yaitu preparasi sampel dari bijih nikel laterit dengan variasi reduktor, proses reduksi dengan variasi suhu dan waktu tahan dan karakterisasi sampel.



Gambar 3.2. Diagram alir penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Produk dari reduksi karbotermik bijih nikel laterit berdasarkan karakterisasi XRF diperoleh unsur yang terdapat pada bijih adalah sebagai berikut: kadar Ni 1,4%, Fe 50,5%, Si 16,5%, Mg 1,81%, Al 4,86%, Ca 0,177%, Cr 2,68%, Mn 0,847% dan Co 0,0662%.
2. Berdasarkan karakterisasi XRD menunjukkan fasa yang dominan adalah *Magnesioferrite* (Fe_2MgO_4), *Magnetite* (Fe_3O_4), *Fayalite* (Fe_2SiO_4), *Iron Nickel* (FeNi), *Iron Sulfide* (FeS) dan *Wuestite* (FeO).
3. Berdasarkan karakterisasi XRF menunjukkan bahwa kadar nikel optimum didapatkan pada temperatur reduksi 1150°C selama 90 menit dengan penambahan reduktor 5% diperoleh nilai 2,086% dan *recovery* 80,68%.
4. Berdasarkan karakterisasi SEM-EDS menunjukkan bahwa ukuran butir terbesar adalah 10,31 μm .

5.2 Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Penggunaan jenis aditif lainnya seperti K_2SO_4 sebagai perbandingan untuk mencari kadar dan *recovery* nikel yang lebih optimum.
2. Penggunaan magnetik separator yang berbeda untuk mempelajari efisiensi proses pemisahan magnetik.

DAFTAR PUSTAKA

- Adams, Brent L. 1986. *ASM Handbook Volume 10: Materials Characterization*. United States of America: ASM International. pp. 713. ISBN 0-87170-007.
- Astuti, W., Zulfiani, Z., Shofi, A. dan Fajar, N. 2012. Pembuatan Nickel Pig Iron (NPI) dari Bijih Nikel Laterit Indonesia menggunakan Mini Blast Furnace. *Seminar Insinas*.
- Barkas, J. 2010. *Drivers and Risk for Nickel Demand*. 7th China Nickel Conference. Shanghai.
- Beiser, A. 1992. *Konsep Fisika Modern*. Erlangga. Jakarta.
- Bergman, R. A. 2003. Nickel production from low-iron laterite ores: process descriptions. *CIM Bulletin*. Vol. 96 (1072). Pp. 127–138.
- Callister, W. D. 2003. *Material Science and Engineering An Introduction*. New York. John Wiley and Sons, Inc.
- Cempel, M., and Nickel, G, Nickel. 2006. A Review Of Its Sources And Environmental Toxicology. *Polish Journal Of Environmental Studies*. Vol. 15 (3). Pp. 375-382.
- Cullity, B.D. 1956. *Element of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. United States of America.
- Dalvi, A.D., Bacon, W.G., Osborne, R.C. 2004. The Past and The Future of Nickel Laterites. *PDAC International Convention. Trade Show & Investors Exchange. North Carolina, USA*. Pp. 1–27.
- Diaz, C. M., Vahed, A., Shi, D., Doyle, C. D., Warner, A. E. M., MacVicar, DJ. 1988. Pyrometallurgical Operations. *Journal of Metals*. Pp. 28–33.
- Donghua, H., Jianliang, Z., Rui, M., Mingming, C. 2011. Thermal Behaviors and Growth of Reduced Ferronickel Particles in Carbon-Laterite Composites. *Rare Metals*. Vol. 30 (6). Pp. 681–687.

- Elias, M., 2002. Nickel Laterite Deposits-Geological Overview, Resources and Exploitation. Pongratz, CODES Special Publication 4. Centre for Ore Deposit Research. University of Tasmania. pp. 205-220.
- Ellingham, H.J.T. 1994. Reducibility of Oxide and Sulphide In Metallurgical Process. *Journal of The Society of Chemical Industry*.
- Elliott, R., Pickles, C. A. dan Peacey, J. 2016. Ferronickel Particle Formation During the Carbothermic Reduction of a Limonitic Laterite Ore. *Minerals Engineering*. Pp. 166–176.
- Foster, J. H., 2015. Microwave Vacuum Carbothermic Reduction and Sulphidation of a Low Grade Nickeliferous Silicate Laterite Ore. *Thesis, Queen's University Kingston*. Ontario. Canada.
- Hernandes, F., Medina, O., Escuarda, R., Acas, B., Ventanilla, K dan Sanchez. 2008. *NPI Production in Small Blast Furnace*. PGMC. Mindanao Philipines.
- Jiang, M., Sun, T., Liu, Z., Kou, J., Liu, N., Zhang, S. 2013. Mechanism Of Sodium Sulfate In Promoting Selective Reduction Of Nickel Laterite Ore During Reduction Roasting Process. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 123. Pp. 32-38.
- Jenkin, Ron. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. John Wiley dan Sons.
- Jenkin, Ron., Gould, R.W., Gedke, Dale. 1999. *Quantitative X-Ray Spectrometry Second Edition*. Marcel Dekker, Inc.
- Jenkins, R. 1999. *X-ray Fluorescence Spectrometry*. Canada. John Wiley & Sons, Inc.
- Jozwiak, W.K., Kaczmarek, E., Maniecki, T.P., Ignaczak, W., Maniukiewicz, W. 2007. Reduction Behaviour of Iron Oxides in Hydrogen and Carbon Monoxide Atmospheres. *Applied Catalysis A. General*. Vol. 326, pp. 17-27.
- Johnson, J. A., Cashmore, B. C. and Hockridge, R. J. 2005. Optimisation of Nickel Extraction from Laterite Ores by High Pressure Acid Leaching with Addition of Sodium Sulphate. *Minerals Engineering*. Vol. 18. Pp. 1297 - 1303.
- Kalnicky, D.J. and Singhvi, R. 2001. Field Portable XRF Analysis of Enviromental Samples. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 83. Pp. 93-122.

- Kim, J., Dodbiba, G., Tanno, H., Okaya, K., Matsuo, S., Fujita T. 2010. Calcination of Low-Grade Laterite for Concentration of Ni by Magnetic Separation. *Minerals Engineering*. Vol. 23. Pp. 282–288.
- Kock, A. J. H. M., Fortuin, H. M dan Geus, J.W. 1985. The Reduction Behaviour of Supported Iron Catalysis in Hydrogen or Carbon Monoxide Atmosphere. *Journal of Catalysis*. Vol. 96 (1).
- Kruger, P.V., Silva, C. A., Vieira, C. B., Araujo, F. G. S., Seshadri, V., 2010. Relevant Aspect Related To Production of Iron Nickel Alloys (Pig Iron Containing Nickel) in Mini Blast furnace. *The Twelfth International Ferroalloys Congress Sustainable Future*. Finland.
- Kyle, J. 2010. *Nickel Laterite Processing Technologies-Where to Next*. Murdoch University Repository.
- Li, G., Shi, T., Rao, M., Jiang T. and Zhang, Y. 2012. Beneficiation of nickeliferous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate. *Minerals Engineering*. Vol. 32. Pp. 19-26.
- Li, S. 1999. *Study of Nickeliferous Laterite Reduction*. Mc Master University. Hamilton.
- Liu, H., Gillaspie, J., Lewis, C., Neudorf, D. dan Barnett, S. 2004. Atmospheric Leaching of Laterites with Iron Precipitation as Goethite. In Imrie, P.W., Lane, D.M. (Eds). *International Laterite Nickel Symposium*. Charlotte, Nort Carolina. TMS, 347-348.
- Mcdonald, RG, and Whittington BI. 2008. Atmospheric Acid Leaching of Nickel Laterites Review. Part I. Sulfuric Acid Technologies. *Hydrometallurgy*. Vol. 91. Pp. 35-55.
- Mohanty, S., Roy, S.K dan Sen, P.K. 2008. Thermodynamic Considerations in Reduction of Nickeliferous Laterite by Methane. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*. Vol. 39b, 639.
- Moskalyk, R.R., Alfantazi, A.M. 2002. Nickel laterite processing and electrowinning practice. *Miner. Eng.*, Vol. 20 (15), pp. 593–595.
- Mudd, G. 2010. Global trends and issues in nickel mining: sulfides versus laterites. *Ore Geol. Rev.* 38, 9–26. dan literature Eckelman, M., 2010. Facility-level energy and green house gas life-cycle assessment of the global nickel industry. *Resour. Conserv. Recycl.* 54, 256–266.
- Norgate, T. And Jahanshahi, S. 2011. Assessing The Energy and Greenhouse Gas Footprints Of Nickel laterite Processing. *Minerals Engineering*. Vol. 24. Pp. 698-707.

- Rao, M., Li, G., Zhang, X., Luo, J., Peng, Z., Jiang, T., 2106. Reductive Roasting of Nickel Laterite Ore with Sodium Sulfate for Fe-Ni Production. *Part I: Reduction/Sulphidation Characteristics*. Separation Science and Technology.
- Rao, M., Li, G., Zhang, X., Luo, J., Peng, Z., Jiang, T., 2106. Reductive Roasting of Nickel Laterite Ore with Sodium Sulfate for Fe-Ni Production. *Part II : Phase Transformation and Grain Growth*. Separation Science and Technology.
- Rhamdhani, M.A., Hayes, P.C., Jak, E. 2009. Nickel laterite Part 1 – Microstructure and Phase Characterizations During Reduction Roasting and Leaching. *Miner. Process Extr. Metall. Rev.* 3. Vol. (118), pp. 129–145.
- Setiabudi, A., Hardian, R., Muzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung. Upi Press. Pp. 37-39.
- Shofi, A. *et. al.* 2013. Pembuatan Nickel Pig Iron (NPI) dari Bijih Nikel Laterit Indonesia Menggunakan Blast Furnace LIPI di UPT. Balai Pengolahan Mineral Lampung-LIPI. *Laporan Akhir Insentif Riset SiNas*.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R. J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Meterial*. Jakarta. Erlangga.
- Suwandana, R. F. dan Astuti, D. 2015. Analisis Pengaruh Massa Reduktor Zinc terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene. *Jurnal Teknik ITS*, Vol 4. No. 1. ISSN: 2337-3539.
- O'Connor, F., Cheung, W.H. dan Valix, M. 2006. Reduction Roasting Of Limonite Ores: Effect Of Dehydroxylation. *Int. J. Miner. Process.* Nomor 80. Pp. 88– 99.
- Oxley, A., Barcza, N., 2013. Hydro-pyro Integration in the Processing of Nickel Laterites. *Minerals Engineering*. Vol. 54, pp. 2-13.
- Valix, M. dan Cheung, W. H. 2002. Effect of Sulfur on the Mineral Phases of Laterite Ores at High Temperature Reduction. *Minerals Engineering*. Vol. 15. Pp. 523–530.
- Valix, M., O'Connor, F., dan Cheung, W.H. 2006. Reduction Roasting of Limonite Ores: Effect of Dehydroxylation. *Int. J. Miner. Process*, Nomor 80. Pp. 88– 99.
- Watanabe, T., Ono, S., Arai, H., Matsumori, T., 1987. Direct Reduction of Garnierite Ore for Production of Ferro-Nickel with a Rotary Kiln at Nippon Yakin Kogyo Co. Ltd., Oheyama Works. *International Journal of Mineral Processing*. Pp. 173-1187.

- Yildirim, H., Turen, A dan Yucel, O. 2012. Nickel Pig Iron (NPI) Production from Domestic Lateritic Nickel Ores Using Induction Furnace. *International Iron & Steel Symposium*. Pp. 337-338.
- Yurugi, T., Ito, S., Numata, Y., Sykes, K. 2001. *SEM/EDX-Integrated Analysis System SEMEDX Series*. Hitachi Science Systems. Ltd. 22, pp. 14-18.
- Zhu, D. Q., Cui, Y., Vining, K., Hapugoda, S., Douglas, J., Pan, J., and Zheng, G. L. 2012. Upgrading Low Nickel Content Laterite Ores Using Selective Reduction Followed by Magnetic Separation. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 106-109. Pp. 1-7