

SKRIPSI

**STUDI EKSTRAKSI NIKEL DARI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN
ASAM OKSALAT**

Disusun dan diajukan oleh

YUNITA SRI SUTARNI DAPO

D62116009



PROGRAM STUDI TEKNIK PERTAMBANGAN

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

STUDI EKSTRAKSI NIKEL DARI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN ASAM OKSALAT

Disusun dan diajukan oleh

YUNITA SRI SUTARNI DAPO

D62116009

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian yang dibentuk dalam rangka Penyelesaian Studi Program Sarjana Program Studi Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin pada tanggal 10 Mei 2021 dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan.

Menyetujui,

Pembimbing Utama,



Dr. Sufriadin, ST., MT.

NIP. 196608172000121001

Pembimbing Pendamping,



Dr. phil.nat. Sri Widodo, ST., MT.

NIP. 197101012012121001

Ketua Program Studi,



Dr. Eng. Ir. Purwanto, S.T., M.T.

NIP. 197111282005011002

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Yunita Sri Sutarni Dapo
NIM : D62116009
Program Studi : Teknik Pertambangan
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa karya tulisan saya berjudul:

STUDI EKSTRAKSI NIKEL DARI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN ASAM OKSALAT

adalah karya tulisan saya sendiri dan bukan merupakan pengambilan alihan tulisan orang lain dan bahwa Skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri.

Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan Skripsi ini hasil karya orang lain maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Makassar, Mei 2021

Yang menyatakan



Yunita Sri Sutarni Dapo

ABSTRAK

Nikel laterit adalah bijih hasil dari proses pelapukan dan pengkayaan mineral dari batuan ultramafik. Pelindian dengan menggunakan asam dapat bekerja pada suhu rendah. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi mineral sebelum proses pelindian, perubahan mineral yang terbentuk sesudah proses pelindian, serta laju pelindian nikel dari bijih limonit setelah proses pelindian dengan menggunakan asam oksalat. Analisis yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) serta pengamatan mikroskop. Hasil pengujian mikroskop dan XRD diketahui bahwa mineral-mineral penyusun bijih nikel laterit yaitu mineral goetit, magnetit, talk, dan kuarsa. Hasil pengujian AAS pada konsentrasi pelarutan 10% dengan waktu pelindian 1 hari, 2 hari, 3 hari diperoleh Ni sebesar 11,98%, 13,72%, 13,14%; pada konsentrasi pelarutan 20% dengan waktu pelindian 1 hari, 2 hari, 3 hari diperoleh Ni sebesar 20,52%, 20,69%, 19,18%; pada konsentrasi pelarutan 30% dengan waktu pelindian 1 hari, 2 hari, 3 hari diperoleh Ni sebesar 25,65%, 24,96%, 23,10%. Perolehan Ni tertinggi diperoleh pada konsentrasi 30% dalam waktu pelindian 1 hari.

Kata kunci: nikel laterit, goetit, kuarsa, asam oksalat, perolehan

ABSTRACT

Laterite nickel is an ore resulting from weathering and mineral enrichment from ultramafic rocks. Acid leaching can operate at low temperatures. This study was conducted to determine the mineral composition prior to the leaching process, the changes in minerals formed after the leaching process, and the leaching rate of nickel from limonite ore after the leaching process using oxalic acid. The analysis carried out in this study were X-Ray Diffraction (XRD) and Atomic Absorption Spectrometry (AAS) as well as microscopic observation. Microscopic and XRD test results show that the minerals that formed the laterite nickel ore are goethite, magnetite, talc and quartz. The AAS test results at a concentration of 10% with a leaching time of 1 day, 2 days, 3 days obtained Ni grade of 11.98%, 13.72%, 13.14%; at a concentration of 20% with a leaching time of 1 day, 2 days, 3 days, the Ni obtained was 20.52%, 20.69%, 19.18%; at a concentration of 30% with a leaching time of 1 day, 2 days, 3 days the Ni obtained was 25.65%, 24.96%, 23.10%. The highest Ni recovery was obtained at a concentration of 30% within 1 day of leaching.

Keywords: nickel laterite, goethite, quartz, oxalic acid, recovery

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena berkat dan kasih setia-Nya yang begitu besar kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Studi Ekstraksi Nikel Dari Bijih Limonit Menggunakan Asam Oksalat" ini dengan baik meskipun masih banyak kekurangan didalamnya.

Penyelesaian penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada Bapak Muh.Ikhsan, ST., M.T., selaku Kepala Teknik Tambang (KTT) PT Sinar Jaya Sultra Utama Site Waturambaha yang telah memberikan kesempatan bagi penulis untuk melaksanakan pengambilan sampel pada penelitian ini serta Kak Muh. Zulfikar A., ST., Algiyul Belo Patiung, ST., Kak Asep, dan Kak Baskoro yang telah membantu penulis dalam proses pengambilan sampel penelitian dan pengurusan berkas perizinan sampel.

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada pembimbing pertama yaitu Bapak Dr. Sufriadin, ST., MT. atas kesabarannya dalam membimbing penulis selama proses penulisan serta kepada Bapak Dr. Phil. Nat. Sri Widodo, ST., MT. sebagai pembimbing kedua atas masukan dan sarannya untuk menyelesaikan skripsi penulis.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang khusus kepada orang tua tercinta (Alm.Yakobus Ata dan Parsini), kakak tersayang (Mariska Dwi Anggelina Satinah Ngole, S.Si., dan Kak Tese), om tercinta (Ambrosius Sari, SPd.), teman spesial (Yohanes Leonardi Kurniawan Senda, ST.), sahabat (Christin Refiensi Lintin dan Febrina Yonathan), Halilintar Rangga Swara, ST., Wahyuni, ST., Nur Hikmah, ST., Resky Fausi Amanda, ST., Muhammad Safaruddin Iqbal, ROCKBOLT 2016, Kanda Akmal Saputno, ST., Anggota Lab LBE Pengolahan Bahan Galian.

Akhir kata, penulis mengucapkan rasa terima kasih kepada semua pihak dengan harapan semoga skripsi ini dapat bermanfaat dalam rangka menambah wawasan serta pengetahuan kita mengenai tentang pengolahan bijih limonit. Kami juga menyadari sepenuhnya bahwa di dalam skripsi ini terdapat kekurangan dan jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, kami

berharap adanya kritik, saran dan usulan demi perbaikan skripsi yang telah kami buat di masa yang akan datang, mengingat tidak ada sesuatu yang sempurna tanpa saran yang membangun.

Makassar, Mei 2021

Yunita Sri Sutarni Dapo

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
PERNYATAAN KEASLIAN	iii
ABSTRAK	iv
<i>ABSTRACT</i>	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	2
1.5 Batasan Masalah.....	3
1.6 Lokasi dan Kesampaian Daerah Penelitian	3
1.7 Tahapan Penelitian	4
BAB II BIJIH NIKEL LATERIT	7
2.1 Nikel.....	7
2.2 Genesis Endapan Nikel Laterit	9
2.3 Hidrometalurgi.....	16

2.4	Asam Oksalat	17
2.5	<i>Atmospheric Leaching</i>	18
2.6	<i>Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)</i>	22
2.7	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	23
BAB III METODE PENELITIAN.....		27
3.1	Alat dan Bahan	27
3.2	Variabel Penelitian	28
3.3	Prosedur Penelitian	28
3.4	Analisis Awal	33
3.5	Pelindian atau <i>Leaching</i>	35
3.6	Alur Penelitian	37
BAB IV KARAKTERISTIK DAN PELINDIAN BIJIH LIMONIT		39
4.1	Karakteristik Awal Bijih Limonit	39
4.2	Karakteristik Ni Bijih Limonit Hasil Pelindian	45
BAB V PENUTUP.....		58
5.1	Kesimpulan	58
5.2	Saran	58
DAFTAR PUSTAKA		60
LAMPIRAN.....		63

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Peta lokasi pengambilan sampel	4
2.1 Profil endapan nikel laterit	15
2.2 Skematik prinsip kerja AAS	23
3.1 Pengambilan sampel di lokasi penelitian	29
3.2 Pemisahan ukuran	30
3.3 Proses <i>mixing</i>	31
3.4 Proses matriks.....	32
3.5 hasil pengeringan menggunakan oven listrik	32
3.6 Proses penghalusan sampel menggunakan <i>pullverizer</i>	33
3.7 (a) <i>Atomic Absorption Spectrophotometer</i> (AAS); (b) <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD); (c) Mikroskop	34
3.8 <i>Hot plate stirrer</i>	36
3.9 Proses penyaringan hasil pelindian	37
3.10 Alur penelitian	38
4.1 Kenampakan mineral di bawah mikroskop	40
4.2 Difraktogram sampel awal bijih limonit.....	42
4.3 Kurva kalibrasi nikel	44
4.4 Difraktogram residu hasil pelindian bijih limonit pada konsentrasi asam oksalat 10% dengan variabel waktu yang berbeda	46
4.4 Difraktogram residu hasil pelindian bijih limonit pada konsentrasi asam oksalat 20% dengan variabel waktu yang berbeda	46
4.5 Difraktogram residu hasil pelindian bijih limonit pada konsentrasi asam oksalat 30% dengan variabel waktu yang berbeda	47

4.6	Difraktogram hasil pelindian bijih limonit selama 1 hari pada konsentrasi yang berbeda	48
4.7	Difraktogram hasil pelindian bijih limonit selama 2 hari pada konsentrasi yang berbeda	48
4.8	Difraktogram hasil pelindian bijih limonit selama 3 hari pada konsentrasi yang berbeda	49
4.9	Grafik hubungan antara waktu pelindian dengan <i>recovery</i> terhadap konsentrasi $C_2H_2O_4$ yang berbeda-beda	53
4.10	Grafik hubungan antara <i>recovery</i> Ni terhadap konsentrasi asam dengan lama waktu pelindian 1 hari	56
4.11	Grafik hubungan antara <i>recovery</i> Ni terhadap konsentrasi asam dengan lama waktu pelindian 2 hari	56
4.12	Grafik hubungan antara <i>recovery</i> Ni terhadap konsentrasi asam dengan lama waktu pelindian 3 hari	57

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Mineral-mineral pembawa nikel	8
2.2 Informasi uji diperoleh dalam difraktogram.....	25
4.1 Larutan deret standar Ni.....	43
4.2 Hasil analisis AAS sampel awal bijih limonit.....	44
4.3 Hasil analisis AAS hasil pelindian dengan menggunakan $C_2H_2O_4$	50
4.4 Perbandingan perolehan Ni awal dengan Ni setelah pelindian serta laju pelindian dengan waktu pelindian sebagai parameter ujinya.....	52
4.5 Perbandingan perolehan Ni awal dengan Ni setelah pelindian serta <i>recovery</i> dengan konsentrasi asam sebagai parameter ujinya	54

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Hasil XRD.....	64
B. Hasil AAS	75
C. Perhitungan Kadar Nikel	78
D. <i>Recovery</i> Nikel.....	82
E. Kartu Konsultasi Tugas Akhir.....	86

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam nikel merupakan unsur yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi dalam dunia modern, penggunaan logam nikel diantaranya adalah sebagai unsur pemuat dalam baja tahan karat, baja paduan lain, paduan non-ferro, *elektroplating*, dan sebagai baterai. Sebagian besar produksi nikel dunia terserap oleh industri baja tahan karat (65%) dan paduan non-ferro (12,5%) (Barkas, 2011). Di masa mendatang kebutuhan nikel diprediksi akan semakin meningkat seiring dengan pertumbuhan pembangunan infrastruktur dan produksi barang yang memerlukan bahan baku nikel di berbagai negara.

Indonesia dikenal sebagai salah satu negara yang memiliki cadangan nikel terbesar di dunia. Cadangan sekitar 12 % cadangan nikel dunia terdapat di Indonesia dalam bentuk bijih nikel laterit (Xinfang, 2008). Nikel laterit umumnya digunakan pada zona saprolit sedangkan pada zona limonit belum dapat diproses secara langsung karena berkadar rendah dan tidak ekonomis. Umumnya bijih nikel dengan zona limonit banyak terdapat di Indonesia bagian Timur sekitar Pulau Sulawesi khususnya di Sulawesi Tenggara. Salah satu perusahaan di Sulawesi Tenggara yang mengolah bijih nikel yaitu PT Sinar Jaya Sultra Utama. Perusahaan ini terletak di Desa Waturambaha, Kecamatan Lasolo, Kabupaten Konawe Utara yang memiliki luas area sebesar 239,26 Ha.

Pengolahan bijih kadar rendah melalui proses temperatur tinggi hanya dapat menghasilkan *low grade* NPI (*Nickel Pig Iron*) yang memiliki nilai jual rendah. Opsi pengolahan bijih nikel kadar rendah adalah jalur proses temperatur rendah (hidrometalurgi). Salah satu tahapan yang penting dalam proses hidrometalurgi adalah

proses pelindian (Prasetyo, 2011). Pada dasarnya semua jenis asam dapat digunakan sebagai pelarut dalam prosedur pelindian bijih nikel laterit. Namun analisis pelarut asam anorganik seperti H_2SO_4 , HCl , HNO_3 menganalisis logam secara efektif dan limbah dari asam anorganik dapat mencemari lingkungan sedangkan pelarut asam organik seperti asam oksalat menganalisis logam secara lambat dan limbah dari asam organik tidak mencemari lingkungan. Salah satu pelarut organik yang dapat digunakan dalam proses pelindian Ni adalah asam oksalat. Hasil penelitian menurut Kursunoglu (2016) menghasilkan *recovery* Ni sebesar 82,89% dengan menggunakan asam oksalat. Oleh karena itu, penelitian ini tentang ekstraksi nikel dari bijih laterit kadar rendah menggunakan asam oksalat. Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu alternatif pengolahan nikel laterit dalam industri pertambangan dan juga memberikan basis data untuk pengoperasian *plant* pelindian bijih nikel laterit jenis limonit.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana komposisi mineral bijih limonit?
2. Bagaimana pengaruh mineral bijih limonit terhadap proses pelindian menggunakan pelarut asam oksalat?
3. Berapa *recovery* Ni dari bijih limonit menggunakan larutan asam oksalat?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini, yaitu:

1. Mengetahui komposisi mineral bijih limonit.
2. Menganalisis pengaruh mineral bijih limonit terhadap proses pelindian menggunakan pelarut asam oksalat.
3. Menghitung *recovery* Ni dari bijih limonit menggunakan pelarut asam oksalat.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai salah satu referensi dalam pengolahan nikel laterit untuk perusahaan tambang dan memberikan informasi tentang pengaruh pengolahan dan ekstraksi nikel laterit kadar rendah terutama yang berada pada lapisan limonit sehingga dapat diolah dan diekstraksi secara efektif.

1.5 Batasan Masalah

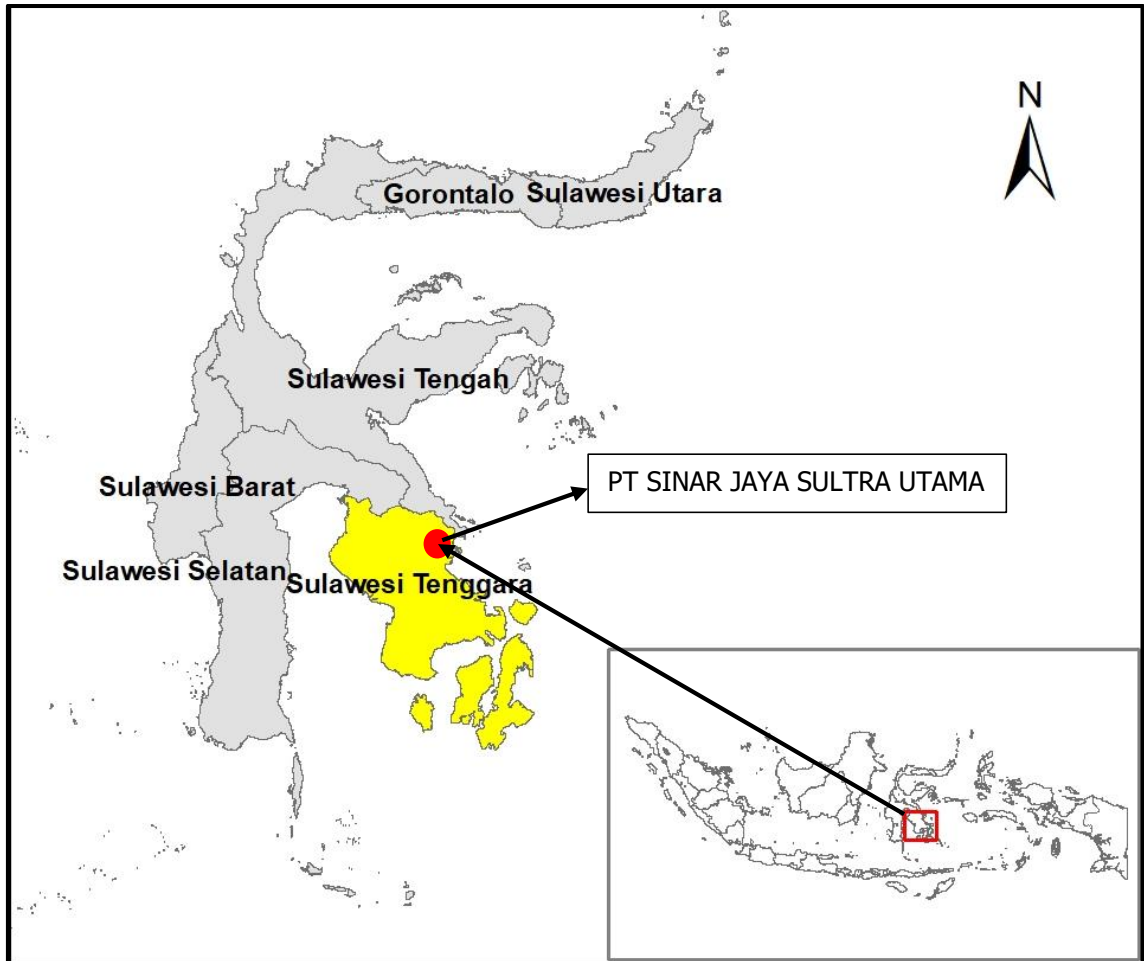
Penelitian ini memiliki batasan masalah yakni:

1. Analisis perolehan hanya dilakukan pada logam nikel sehingga keberadaan unsur-unsur lain tidak diperhitungkan atau diabaikan.
2. Kondisi suhu yang digunakan dalam proses pelindian adalah 80°C.
3. Variasi Waktu yang digunakan dalam proses pelindian adalah 1 hari, 2 hari, dan 3 hari.
4. Proses pelindian dilakukan dengan menggunakan larutan asam oksalat dengan variasi konsentrasi, yaitu: 10%, 20%, dan 30%.

1.6 Lokasi dan Kesampaian Daerah Penelitian

Lokasi pengambilan sampel nikel laterit kadar rendah berasal dari perusahaan PT Sinar Jaya Sultra Utama yang berlokasi di Desa Waturambaha, Kecamatan Lasolo Kepulauan, Kabupaten Konawe Utara, Provinsi Sulawesi Tenggara. Lokasi penelitian dapat ditempuh dengan transportasi udara. Perjalanan dilakukan melalui Bandara Sultan Hasanuddin Makassar dengan waktu tempuh 50 menit untuk sampai di Bandara Halu Oleo Kendari. Kemudian, perjalanan dilanjutkan dengan menggunakan kendaraan roda

empat dalam waktu 3 jam. Peta lokasi pengambilan sampel dapat dilihat pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Peta lokasi pengambilan sampel

1.7 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan yang dimulai dengan persiapan, pengambilan sampel bijih nikel laterit kadar rendah, studi literatur, penelitian di laboratorium, pengolahan data dan penyusunan laporan tugas akhir. Tahapan-tahapan penelitian dapat dijelaskan seperti berikut:

1. Persiapan

Persiapan merupakan tahapan yang paling awal dilakukan sebelum melakukan penelitian, meliputi persiapan administrasi dan persuratan berkaitan dalam

penelitian, pengumpulan berbagai literatur mengenai penelitian yang akan dilakukan agar dapat menunjang penelitian, persiapan bahan-bahan yang digunakan.

2. Pengambilan Sampel Bijih Nikel Laterit Kadar Rendah

Sampel bijih nikel laterit diambil dari lokasi tambang Sinar Jaya Sultra Utama di Kabupaten Konawe Utara, Provinsi Sulawesi Tenggara pada tanggal 24 Desember 2019. Sampel diambil dengan menggunakan skop dan karung. Pengambilan sampel juga disertai dengan pengambilan titik kordinat dan dokumentasi yang menunjang penulisan tugas akhir.

3. Studi Literatur

Studi literatur dilakukan sebelum penelitian, selama penelitian berlangsung hingga penyusunan tugas akhir. Studi literatur dikumpulkan dari informasi berupa buku, jurnal, dan referensi lainnya yang berhubungan dengan objek penelitian yang dilakukan.

4. Penelitian di Laboratorium

Tahapan penelitian di laboratorium meliputi preparasi sampel yang telah diambil di lokasi penelitian, proses pelindian, karakterisasi awal dan karakterisasi akhir hasil pelindian. Proses pelindian dilakukan dengan menggunakan asam oksalat ($C_2H_2O_4$) pada tekanan atmosferik yang kemudian disaring sehingga menghasilkan *pregnant solution* dan residu. Analisis XRD digunakan untuk karakterisasi awal bijih dan karakterisasi residu hasil *leaching*. Analisis AAS digunakan untuk mengetahui kadar nikel sebelum dan sesudah pelindian sehingga bisa diketahui besar laju pelindiannya.

5. Pengolahan Data

Tahapan pengolahan data dilakukan pada data-data yang telah dikumpulkan dan dianalisis sehingga diperoleh pemecahan dari permasalahan yang dikaji dalam

penelitian ini. Data dari hasil XRD (*X-Ray Diffraction*) dan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) sebelum maupun sesudah dilakukan proses pelindian dibandingkan hasil penelitian tersebut dikaji untuk mengetahui perolehan Ni dan karakteristik mineralogi sampel yang diteliti.

6. Penyusunan Laporan Tugas Akhir

Tahapan penyusunan laporan tugas akhir merupakan tahapan terakhir dalam rangkaian kegiatan penelitian. Seluruh hasil penelitian ini disusun dan dilaporkan secara sistematis sesuai dengan aturan penulisan yang digunakan di Departemen Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin.

BAB II

BIJIH NIKEL LATERIT

2.1 Nikel

Nikel merupakan unsur kimia logam dengan nomor atom 28 dan berat atom 58,6934. Nikel merupakan logam fasa padat dengan massa jenis sekitar $8,902 \text{ g/cm}^3$ pada suhu $19,85^\circ\text{C}$ serta konduktivitas elektrik sebesar 22%. Titik lebur nikel berada pada suhu 1453°C dan setelah melebur akan berubah menjadi fasa cair dengan titik didih sebesar 2732°C . Struktur kristal dari mineral nikel adalah kubus berpusat muka dengan kekerasan 3,8 Mohs (Hannis, 2009).

Nikel sangat baik menyerap hidrogen, penyerapan hidrogen meningkat seiring dengan meningkatnya suhu. Bahkan pada suhu kamar oklusi yang cukup besar pada hidrogen dapat diamati ketika ion hidrogen dibuang pada elektroda nikel berpori. Ikatan nikel dapat diputus dengan tekanan dan suhu dengan pembentukan oksida dan hidrogen. Nikel bersifat elektropositif sama halnya dengan kobal. Nikel dapat larut pada asam yang memiliki konsentrasi rendah dan relatif lebih lambat dibandingkan dengan besi. Sifat nikel yang terkenal adalah daya tahannya terhadap alkali pekat (Nicholls, 1973).

Nikel merupakan salah satu unsur yang tersebar dalam jumlah kecil pada kerak bumi. Kadar nikel pada kerak bumi sekitar 10-100 ppm. Proses geologi membuat nikel berikatan dengan mineral dan kemudian terkayakan dan membentuk endapan bijih (Anyadike, 2002). Nikel terbentuk pada kedalaman 10 mil dari kerak bumi, peringkat dua puluh empat dalam urutan kelimpahan unsur-unsur dalam kerak bumi. Jumlah total nikel lebih besar daripada tembaga, seng dan timbal, tetapi relatif sedikit deposit nikel yang ekonomis (Nicholls, 1973).

Nikel merupakan logam yang penting dalam infrastruktur dan teknologi, dengan penggunaan utama adalah untuk pembuatan stainless steel sebanyak 58%. *Stainless steel* merupakan bahan berbasis besi yang mengandung kromium sekitar 10,5% dan dilapisi dengan nikel. Penggunaan *stainless steel* digunakan untuk berbagai macam kebutuhan seperti peralatan proses industri, peralatan pembangkit listrik, peralatan transportasi, peralatan dapur dan masih banyak lagi pemanfaatannya pada peralatan yang membutuhkan kekuatan dan ketahanan korosi (Anyadike, 2002). Nikel juga dimanfaatkan untuk *nickle alloy* sebesar 14%, *casting* dan *alloy steel* sebesar 9%, *electroplating* sebesar 9% dan baterai yang dapat diisi ulang sebesar 5% (Mudd, 2010).

Ada banyak mineral yang berikatan dengan nikel, meskipun beberapa di antaranya sangat langka. Nikel dapat menggantikan elemen lain, terutama besi dan kobalt, dalam banyak mineral. Mineral yang berikatan dengan nikel dan memiliki nilai ekonomis terdiri dari dua jenis endapan yaitu endapan sulfida dan laterit. Penlandit adalah mineral sulfida pembawa nikel yang paling umum di endapan sulfida. Mineral utama yang mengandung nikel di laterit adalah garnierit (Bide, 2008).

Tabel 2.1 Mineral-mineral pembawa nikel (Bide, 2008)

No	Nama Mineral	Kelompok Mineral	Rumus Kimia	Keterdapatan
1	Penlandit	Sulfida	$(\text{Fe,Ni})_9\text{S}_8$	Dalam intrusi mafik atau fase remobilisasi setelah metamorfisme.
2	Garnierit	Hidro-silikat (serpentin)	(Ni,Mg) $3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	Terdapat di laterit dari pelapukan batuan ultrabasa.
3	Millerit	Sulfida	NiS	Intrusi mafik di mana metasomatisme telah

				meremobilisasi Ni dan S dari penlandit; juga dari metamorphosis pada olivin.
4	Goetit	Oksida terhidrasi	(Fe,Ni)O(OH)	Terdapat di laterit dari pelapukan batuan ultrabasa.
5	Siegenit	Sulfida	(Ni,Co) ₃ S ₄	Vein pada hidrotermal

2.2 Genesis Endapan Nikel Laterit

Bijih nikel terdiri atas Ni-sulfida (*nickel sulphides*) dan Ni-laterit (*nickel laterites*). Mineral Ni-Sulfida umumnya terbentuk secara primer dan berasosiasi dengan batuan mafik dan ultramafik (piroksenit, harzburgit, dan dunit). Endapan bijih nikel ini juga terjadi bersama-sama bijih kromit (Cr) dan *Platinum Group Metals* (PGM), sedangkan Ni-laterit merupakan bentuk sekunder endapan Ni-sulfida. Laterisasi adalah proses pelapukan batuan secara kimiawi yang berlangsung dalam waktu lama pada kondisi iklim basah. Prosesnya melibatkan penguraian mineral induk atau primer yang tidak stabil pada kondisi lingkungan basah dan pelepasan unsur-unsur kimianya ke dalam air tanah. Komponen yang tidak terurai membentuk mineral baru yang stabil pada kondisi lingkungan tersebut.

Ni-laterit adalah hasil laterisasi batuan ultramafik yang mengandung nikel seperti peridotit dan serpentinit. Hal ini dapat berlangsung karena adanya air permukaan yang bersifat asam sehingga dapat melarutkan nikel, magnesium dan silikon yang terkandung dalam batuan dasar. Berbeda dengan Ni-sulfida yang ditemukan pada kedalaman ratusan meter di bawah permukaan tanah, Ni-laterit terdapat pada kedalaman yang relatif lebih dangkal, yaitu sekitar 15–20 meter di bawah permukaan tanah. Endapan Ni-laterit cenderung berkadar rendah dengan jumlah yang melimpah.

Pembentukan endapan nikel dipengaruhi oleh (Sutisna, 2006):

1. Iklim

Curah hujan menentukan jumlah air hujan yang masuk ke tanah sehingga mempengaruhi intensitas pencucian dan pemisahan komponen yang larut.

2. Topografi

Relief dan geometri lereng akan mempengaruhi pengaliran air, jumlah air yang masuk ke dalam tanah dan level muka air tanah.

3. Penyaliran

Penyaliran mempengaruhi pasokan jumlah air untuk pelindian seluruh area di sekitarnya.

4. Tektonik

Pengangkatan muka tanah akibat gaya tektonik akan meningkatkan erosi pada bagian atas profil, meningkatkan relief topografi dan menurunkan muka air tanah. Kestabilan tektonik mendukung pendataran topografi dan memperlambat gerakan air tanah.

5. Tipe batuan induk

Komposisi mineral menentukan tingkat kerentanan batuan terhadap pelapukan dan ketersediaan unsur untuk kombinasi ulang pembentukan mineral baru.

6. Struktur

Patahan dan kekar memungkinkan bagi peningkatan permeabilitas batuan dasar sehingga meningkatkan potensi terjadinya alterasi.

Faktor-faktor tersebut sangat terkait satu sama lain. Saat batuan keluar ke permukaan, maka secara bertahap akan mengalami dekomposisi. Proses kimia dan mekanik yang disebabkan oleh udara, air dan temperatur akan menghancurkan batuan tersebut menjadi tanah dan lempung (Sutisna, 2006).

Secara horizontal penyebaran nikel tergantung kepada arah aliran air tanah dan bentang alam. Air tanah di zona pelindian mengalir dari pegunungan ke arah lereng sambil membawa unsur Ni, Mg, dan Si. Berdasarkan cara terjadinya, endapan nikel dapat digolongkan menjadi dua macam, yaitu endapan bijih Ni-sulfida (primer) dan Ni-laterit (sekunder). Proses pembentukan Ni-laterit merupakan proses dekomposisi sekunder endapan Ni-sulfida yang diawali dari pelapukan batuan ultrabasa seperti harzburgit, dunit, dan piroksenit. Dalam deret Bowen, batuan ini banyak mengandung olivin, piroksen, magnesium silikat dan besi.

Mineral-mineral tersebut tidak stabil dan mudah mengalami pelapukan. Media transportasi nikel yang terpenting adalah air. Air tanah kaya CO₂ berasal dari udara dan tumbuhan akan menguraikan mineral yang terkandung dalam batuan ultrabasa tersebut. Kandungan olivin, piroksin, magnesium silikat, besi, nikel dan silika akan terurai dan membentuk suatu larutan.

Endapan ini akan terakumulasi dekat ke permukaan tanah, sedangkan magnesium, nikel dan silikon akan tetap tertinggal di dalam larutan dan bergerak turun selama suplai air yang masuk ke dalam tanah terus berlangsung. Rangkaian proses ini merupakan proses pelapukan dan pelindian. Unsur Ni merupakan unsur tambahan di dalam batuan ultrabasa. Sebelum proses pelindian berlangsung, unsur Ni berada dalam ikatan kelompok silikat terutama olivin dan serpentin. Rumus kimia kelompok silikat adalah $M_2-3SiO_2O_5(OH)_4$, dengan variabel M merupakan unsur-unsur seperti Cr, Mg, Fe, Ni, Al, Zn atau Mn atau dapat juga merupakan kombinasinya.

Adanya suplai air yang mengalir melalui kekar akan membawa nikel turun ke bawah dan lambat laun akan terkumpul di zona permeabel yang tidak dapat menembus batuan induk. Apabila proses ini berlangsung terus menerus, maka akan terjadi proses pengayaan supergen yang berada di zona saprolit. Dalam satu penampang vertikal profil

laterit dapat terbentuk zona pengayaan lebih dari satu karena muka air tanah yang selalu berubah-ubah akibat perubahan musim.

Di bawah zona pengayaan supergen terdapat zona mineralisasi primer yang tidak terpengaruh oleh proses oksidasi maupun pelindian, yang sering disebut sebagai zona hipogen. Zona pelapukan kimiawi yang kaya akan bijih nikel berada pada zona saprolit. Bijih nikel tidak hanya berasosiasi dengan garnierit, tapi Ni juga dapat mensubstitusi Fe dan Mg pada mineral silikat, khususnya serpentinit. Komposisi kimia dari mineral-mineral mafik (olivin) dalam Iherzolit yang mengandung Ni dan Cr misalnya pada endapan Ni-laterit Soroako, Sulawesi Selatan.

Pembentukan nikel laterit dipengaruhi oleh banyak faktor, diantaranya adalah (Sutisna, 2006):

a. Batuan asal

Adanya batuan asal merupakan syarat utama untuk terbentuknya endapan nikel laterit. Batuan asal yang berperan penting dalam pembentukan nikel laterit berupa batuan ultrabasa seperti harzburgit. Batuan ultrabasa mengandung mineral-mineral yang kurang stabil dan mudah melapuk seperti olivin dan piroksin. Oleh karena itu, batuan ultrabasa mempunyai komponen-komponen yang mudah larut dan memberikan lingkungan pengendapan yang baik untuk nikel.

b. Iklim

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

c. Senyawa kimia dan vegetasi

Senyawa kimia merupakan faktor yang mempercepat proses pelapukan, seperti air tanah mengandung CO₂ yang bersifat asam berperan penting dalam proses pelapukan kimia. Terkait dengan faktor vegetasi terdapat asam humus yang menyebabkan dekomposisi batuan serta mengubah pH larutan. Jenis vegetasi suatu daerah erat hubungannya dengan terbentuknya asam humus di daerah tersebut. Dalam hal ini, vegetasi yang rapat dan bervariasi mempengaruhi penetrasi air lebih dalam sehingga air tanah yang terkumpul akan lebih banyak dan untuk terbentuknya lebih tebal. Kondisi ini merupakan lingkungan yang baik untuk terbentuknya endapan nikel berkadar tinggi.

d. Struktur geologi

Batuan beku mempunyai porositas dan permeabilitas yang kecil sehingga penetrasi air sangat sulit, dengan adanya rekahan batuan akan lebih memudahkan masuknya air sehingga proses pelapukan akan lebih intensif. Sebagai contoh, di daerah Pomalaa terdapat struktur kekar yang lebih dominan dibandingkan dengan struktur patahannya. Daerah ini disusun oleh batuan ultrabasa sebagai saluran tempat naiknya magma yang mengandung unsur nikel, sehingga struktur ini menjadi salah satu faktor dalam pembentukan cebakan bijih nikel.

e. Topografi

Topografi setempat sangat berpengaruh terhadap sirkulasi air dan senyawa lain; untuk daerah landai, air akan bergerak perlahan sehingga dapat menembus batuan lebih dalam melalui rekahan atau pori batuan. Endapan mengandung nikel akan terakumulasi pada daerah landai sampai kemiringan sedang. Hal ini menunjukkan ketebalan pelapukan tergantung kepada bentuk topografi. Pada

daerah yang curam, air limpasan (*run off*) lebih banyak daripada air yang meresap sehingga pelapukannya kurang intensif.

f. Waktu

Semakin lama waktu pelapukan semakin besar endapan nikel yang terbentuk.

Pembentukan nikel laterit yang terdiri atas empat horizon yaitu (Kadarusman, 2004):

1) Tudung besi (*iron cap*)

Tudung besi merupakan material lapisan berukuran lempung, berwarna coklat kemerahan, dan biasanya terdapat juga sisa-sisa tumbuhan. Lapisan dengan konsentrasi besi yang cukup tinggi sekitar >50% dan kandungan nikel yang rendah <0,6%, atau merupakan laterit residu yang dapat terbentuk pada bagian atas dari profil dan melindungi lapisan endapan nikel laterit dibawahnya. Lapisan ini kadang-kadang ditemukan hematit dan kromiferus.

2) Lapisan limonit

Lapisan limonit merupakan lapisan yang kaya besi sekitar 40-50% Fe, berukuran halus dan berwarna merah coklat atau kekuningan. Dalam limonit, sebagian besar nikel berada dalam gutit sebagai larutan padat, sebagian lagi berada dalam oksida mangan dan litioforit. Dalam lapisan ini juga kadang-kadang ditemukan talk, tremolit, kromiferus, kuarsa, gipsit dan magemit.

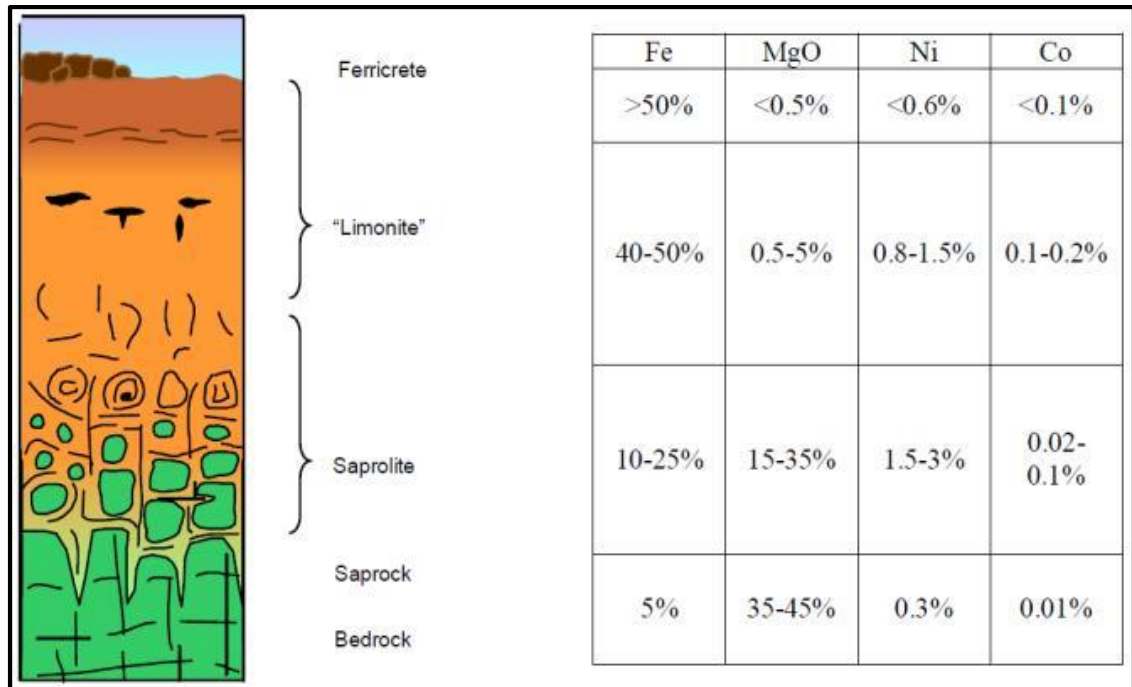
3) Lapisan saprolit

Dalam lapisan ini, mineral utamanya adalah serpentin ($Mg_3Si_2O_5(OH)_4$); nikel mensubstitusi Mg. Bijih saprolit memiliki kandungan nikel lebih tinggi daripada yang terdapat pada lapisan limonit, yaitu sekitar 1,5-3% Ni. Kandungan magnesia dan silikanya juga lebih tinggi, namun kadar besinya rendah.

4) Batuan dasar (*bedrock*)

Bagian ini berbentuk bongkah berukuran >75 cm. Secara umum kadar nikelnya kecil, sekitar 0,2 - 0,4% nikel. Zona ini mengalami perengkahan kuat dan kadang-

kadang bersifat terbuka dan terisi oleh garnierit dan silika. Perengkahan ini diperkirakan menjadi *root zone* yaitu suatu zona dengan kandungan nikel tinggi berupa urat dalam batuan dasar. Profil endapan nikel laterit secara detail diperlihatkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Profil endapan nikel laterit (Elias, 2002)

Berdasarkan tipe mineral yang dominan, bijih nikel laterit di dunia dapat diklasifikasikan menjadi 3 (tiga) tipe, yaitu (Mubarok, 2013):

a) Laterit oksida (*oxide laterites*)

Laterit oksida merupakan produk yang paling umum proses laterisasi. Sebagian besar terdiri atas Fe-hidroksida di bagian atas lapisan bijih;

b) Laterit lempung (*clay laterite*)

Laterit lempung sebagian besar terdiri atas lempung semektit pada bagian atas lapisan bijih;

c) Laterit silikat

Laterit silikat terbentuk pada bagian yang lebih dalam dan mungkin dilapisi oleh laterit oksida. Sebagian besar terdiri atas Mg-Ni silikat (serpentin, garnierit).

2.3 Hidrometalurgi

Hidrometalurgi adalah proses pemurnian logam dengan menggunakan pelarut kimia untuk melarutkan bahan logam tertentu sehingga kemurnian logam yang diinginkan meningkat (*leaching*). Hidrometalurgi merupakan metode yang cukup menjanjikan karena mampu menghasilkan nikel dengan kemurnian yang tinggi. Selain itu, pelarut dapat diregenerasi dan digunakan kembali sehingga dapat mengurangi biaya produksi.

Jenis-jenis proses *hydrometallurgy* antara lain:

1. Proses *caron*

Pada proses ini, bijih terlebih dahulu direduksi sebelum dilakukan proses *roasting* menggunakan amonium karbonat dalam tekanan atmosferik. Kemudian *Laju Pelindian* nikel dari larutan *leaching* diperoleh dengan cara menguapkan larutan tersebut sehingga terbentuk endapan nikel 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 Fe(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).

2. *High Pressure Acid Leaching* (HPAL)

Teknologi ini telah menjadi metode utama dalam proses *hydrometallurgy*. 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 (Fe₂O₃) dan jarosit (H₃O)Fe₃(SO₄)₂(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 (Kyle, 2010).

3. *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.*, 2014).

2.4 Asam Oksalat

Asam Oksalat adalah asam dikarboksilat yang hanya terdiri dari dua atom C pada masing-masing molekul, sehingga dua gugus karboksilat berada berdampingan. Karena letak gugus karboksilat yang berdekatan, asam oksalat mempunyai konstanta disosiasi yang lebih besar daripada asam-asam organik lain. Asam oksalat dengan rumus molekul $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ salah satu zat baku primer dan juga asam oksalat ini murni berupa serbuk putih dan juga memiliki ciri sangat mudah larut. Senyawa asam oksalat ini juga termasuk senyawa asam yang lemah karena dia hanya melepaskan ion H^+ dan juga tidak dapat terionisasi. Asam oksalat memiliki banyak kegunaan, yaitu:

1. Senyawa ini sensitif pada cahaya "detektor, kamera".
2. Salah satu bahan campuran produk barang detergent dan pembersih lainnya.
3. Sebagai pelarut senyawa organik.
4. Sebagai bahan pelapis yang melindungi logam dari kerak.
5. Menetralkan kelebihan alkali pada pencucian dan sebagai *bleaching*.

6. Bahan pencampur zat warna dalam industri tekstil dan cat.
7. Senyawa asam oksalat dapat digunakan secara luas sebagai zat penetral atau zat pengasam, bahan peledak, pemurni gliserol, stearin.
8. Penggunaan asam oksalat dapat mengurangi pencemaran lingkungan.

2.5 Atmospheric Leaching

Pelindian dengan metode *atmospheric leaching* dilakukan dalam reaktor pada tekanan 1 atm dan suhu 100°C untuk mempercepat reaksi, dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Selama pelindian, Fe dan Al tidak mengalami pengendapan. Namun dapat diendapkan pada suasana sulfat rendah dalam bentuk oksida atau hidroksida. Jika terdapat ion Na dan Ca dalam larutan, maka Fe didapatkan dalam bentuk jarosit (mineral potassium besi sulfat yang berwarna kuning pucat dengan komposisi $KFe_3(OH)_6(SO_4)_2$). Akan tetapi residu ini memiliki nilai positif karena dapat bertindak sebagai pupuk dalam membantu proses pemindahan padatan dan cairan dalam proses *atmospheric leaching*. Kristal ammonium jarosit lebih murah disaring dan diendapkan sehingga memaksimalkan proses pengolahan logam (Kyle, 2010).

Konsumsi asam pada proses *atmospheric leaching* lebih tinggi dibandingkan HPAL karena tidak selektif terhadap Fe dan Al. Berbagai upaya untuk mengatasi hal ini yaitu penambahan garam untuk mengendapkan besi terlarut. Proses ini dikenal dengan *enhanced Pressure Acid Leaching* (EPAL) yakni penggabungan proses *atmospheric leaching* dan *High Pressure Atmospheric Leaching*. Proses *leaching* dapat dilakukan dengan menggunakan tekanan atmosfer atau dikenal dengan sebutan *Atmospheric Pressure Acid Leaching* (APAL). Proses ini melibatkan kontak antara bijih (*ore*) dengan larutan asam berkonsentrasi dan kemudian terjadi proses pelarutan mineral secara parsial atau total. Pada tekanan atmosfer, suhu operasi yang digunakan berada

di bawah titik didih larutan *slurry* (biasanya 100°C). selama proses ini, penambahan reduktor atau oksidator yang sesuai, misalnya sulfur dioksida atau hidrogen peroksida, pada larutan *slurry* dapat membantu proses *leaching* (Kyle, 2010).

Jika dibandingkan dengan proses HPAL, proses ini lebih menguntungkan karena kebutuhan energi tidak setinggi proses HPAL, sehingga biaya operasional proses ini jauh lebih rendah (Kusuma, 2012). Proses *leaching* dipengaruhi oleh beberapa faktor yang dapat dilakukan untuk meningkatkan hasil *recovery* mineral, yaitu (McDonald, 2008; Kusuma, 2012):

1. Suhu operasi

Suhu yang digunakan dalam proses *leaching* akan mempengaruhi kinetika reaksi. Hal ini dapat dilihat dari persamaan Arrhenius. Penggunaan suhu operasi yang semakin tinggi menyebabkan terjadinya peningkatan *recovery* mineral yang terlindi.

2. Ukuran partikel

Ukuran partikel bijih akan mempengaruhi seberapa besar luas permukaan yang akan terkontak dengan *leachant*. Pada berat sampel yang sama, penurunan ukuran partikel bijih akan menghasilkan luas permukaan total yang lebih besar. Hal ini akan mengakibatkan *recovery* mineral akan meningkat.

3. Densitas *pulp*

Densitas *pulp* dapat diartikan sebagai perbandingan massa partikel terhadap volume asam yang digunakan. Pada umumnya, densitas *pulp* yang semakin besaar juga akan meningkatkan luas permukaan total dan meningkatkan hasil *recovery* mineral.

4. Jenis asam dan konsentrasi asam

Jenis asam yang dapat digunakan pada proses *leaching* dapat berupa jenis asam inorganik (misalnya asam sulfat) maupun asan organik (misalnya asam sitrat).

Perbedaan jenis asam ini akan mempengaruhi hasil akhir proses *leaching*. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa penggunaan asam *inorganik* akan menghasilkan *recovery* mineral yang lebih tinggi dibandingkan dengan asam organik.

5. Penambahan senyawa lain

Untuk meningkatkan nilai *recovery* mineral, beberapa penelitian mengenai proses *leaching* mineral menambahkan beberapa senyawa lain yang berperan sebagai reduktor/oksidator dapat mempengaruhi proses redoks dalam proses *leaching*, sedangkan penambahan garam akan mengakibatkan terjadinya proses kompleksasi ion logam dengan ion negatif yang terkandung dalam asam.

6. Kecepatan pengadukan

Kandungan mineral dalam bijih akan mempengaruhi proses *leaching*, maka tumbukan antar molekul akan semakin besar. Akibatnya, laju proses *leaching* akan meningkat.

7. Komposisi mineral yang terkandung dalam bijih

Kandungan mineral dalam bijih akan mempengaruhi proses *leaching*. Sebagai contoh, nikel laterit jenis saprolit mengandung magnesium dan aluminium yang tinggi dibandingkan dengan jenis limonit. Apabila nikel laterit jenis saprolit dilakukan proses *leaching*, maka akan dibutuhkan jumlah asam yang tinggi. Hal ini akan menyebabkan proses *leaching* pada nikel laterit jenis saprolit tidak efektif.

8. Perlakuan bijih sebelum proses *leaching* (*pre-treatment*).

Pada beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, proses *pre-treatment* dilakukan untuk mengubah fasa mineral dengan cara proses pembakaran. Sebagai contoh, pada proses *leaching* nikel laterit jenis limonit, proses pemanasan nikel laterit dilakukan untuk mengubah fasa *goethite* menjadi

hematite. Penggunaan proses *pre-treatment* ini dilakukan untuk mengefisiensikan proses *leaching* dalam upaya untuk mempercepat proses *leaching* dan meminimalkan penggunaan jumlah asam. Namun dalam skala industry, proses *pre-treatment* ini tidak banyak dilakukan karena biaya operasional akan meningkat pada saat proses pemanasan bijih

9. Waktu

Semakin lama proses *leaching* dilakukan akan meningkatkan hasil *recovery* mineral. Hal ini dikarenakan proses kontak asam dan padatan akan semakin terus terjadi.

Kelebihan proses *atmospheric leaching* adalah (Kyle, 2010):

- a. Proses ini dapat diterapkan untuk laterites kelas yang relatif rendah ($\ll 1,5\%$ Ni) dan menggunakan bijih limonit dan saprolit
- b. Ekstraksi nikel dan kobalt tinggi dibandingkan dengan tumpukan pelindian (umumnya $> 90\%$ untuk nikel dan $> 80\%$ untuk kobalt)
- c. Kelebihan asam sulfat bebas dinetralisasi dengan bijih saprolit
- d. Pembakaran sulfur untuk menghasilkan asam sulfur menghasilkan keseimbangan energi positif secara keseluruhan.

Kekurangan proses *atmospheric leaching* adalah (Kyle, 2010):

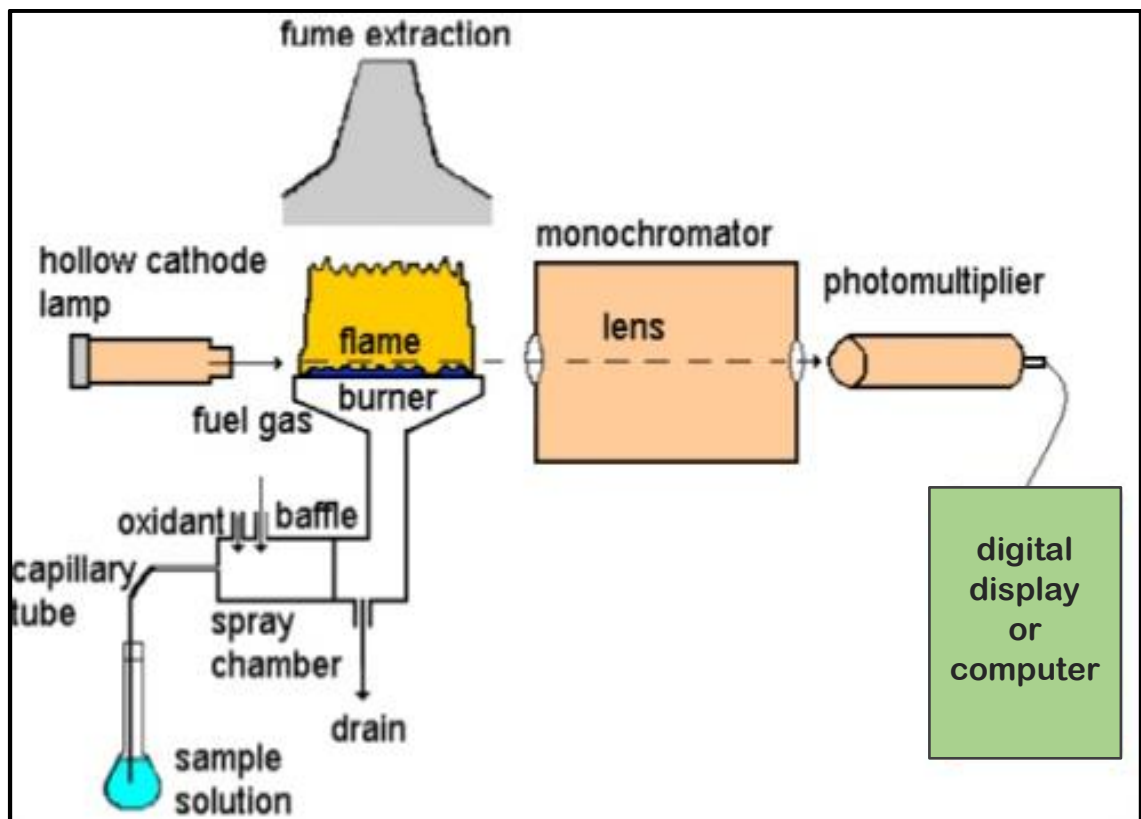
1. Waktu pencucian jauh lebih lama dan pemulihan logam lebih rendah
2. Konsumsi asam sulfat lebih tinggi (umumnya dari 500 hingga 700 kg per ton bijih)
3. Pemisahan padat-cair tidak efisien
4. Sejumlah besar cairan efluen magnesium sulfat diproduksi untuk dibuang.

2.6 *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas. Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Prinsip dasar spektrofotometri serapan atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel (Sari, 2010).

Prinsip kerja *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* berdasarkan hukum Beer-Lambert. Larutan dipanaskan sehingga elektron pada atomiser berpindah dari suatu atom yang lebih rendah ke tingkatan tertinggi dengan cara mengabsorpsi energi (cahaya dengan Panjang gelombang tertentu). Larutan dipanaskan pada suhu tertentu sehingga larutan mengalami penguapan. Penguapan ini mengandung elemen-elemen atau unsur-unsur didalamnya. ketika penguapan diberikan atau ditembak dengan Panjang gelombang dari unsur yang akan diambil datanya. Misalnya Cu ($\lambda = 324,7$) dengan Panjang gelombang 324,7 diberikan kepada penguapan larutan maka hanya unsur Cu yang terbaca. Hubungan antara jumlah cahaya yang diserap dan konsentrasi analit yang terdapat dalam bahan standar yang diketahui dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang tidak diketahui dengan mengukur jumlah cahaya yang diserap. Komponen utama dari suatu alat AAS terdiri dari sumber energi (cahaya), atomizer, monokromator dan detektor seperti yang diperlihatkan Gambar 2.2 sumber cahaya yang digunakan adalah sebuah lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*). Pada umumnya setiap lampu katoda hanya digunakan untuk mendeteksi satu element. Atomizer berfungsi untuk mengubah sampel menjadi *flame* atau menjadi panas dengan menggunakan *graphite furnace*. Berdasarkan system atomisasi yang digunakan, maka instrument AAS dibedakan menjadi *Flame AAS* dan *Graphite Furnace*. Monokromator berfungsi sebagai

penyeleksi spektrum cahaya yang dikirim oleh lampu katoda, selanjutnya spektrum tersebut diterima oleh detektor. Detektor yang terpasang pada alat merupakan sebuah foto-elektron multiplier dan dapat menghasilkan muatan listrik yang sebanding dengan intensitas cahaya yang dipancarkan. Spektrum yang dihasilkan kemudian dikalibrasi dengan nilai standar dan diproses dengan menggunakan program komputer.



Gambar 2.2 Skematik prinsip kerja AAS (Basset, 1994)

2.7 *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD merupakan alat difraktometer yang menggunakan prinsip difraksi. Analisis XRD adalah metode yang sangat penting untuk mengkarakterisasi struktur kristal material. Teknik ini biasanya dapat digunakan untuk analisis parameter kisi kristal tunggal, atau tahap tersebut, tekstur atau bahkan stres analisis bahan polikristalin (seperti serbuk) (Loye, 2013).

Metode Analisa *non* destruktif yang didasarkan pada pengukuran radiasi sinar-x yang terdifraksi oleh bidang kristal ketika terjadi interaksi antara suatu materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X. Suatu kristal memiliki kisi kristal tertentu dengan jarak antar bidang kristal (d) spesifik juga sehingga bidang kristal tersebut akan memantulkan radiasi sinar-X dengan sudut tertentu (Loye, 2013).

Proses analisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan pola difraktogram yang menghasilkan deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya nilai intensitas dari deretan puncak-puncak tersebut tergantung pada jumlah atom atau ion yang terkandung didalam sampel. Pola difraksi pada padatan tergantung pada kisi kristal dan Panjang gelombang yang digunakan atau dihasilkan (Munasir, 2012).

Hasil difraksi sinar-x dicetak pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu Ka dan dengan filter nikel. Data difraksi sinar-X dari sampel kemudian dibandingkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*). Dari nilai difraksi sinar-X yang menghasilkan intensitas dan sudut difraksi, dianalisis untuk menentukan jenis struktur kristalnya dengan mencocokkan pada data ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk semua sampel yang diuji. Informasi yang diperoleh dari data difraksi sinar X yaitu: (1) Posisi puncak difraksi memberikan gambaran terkait parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan; (2) intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan; (3) bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristal dan ketidak sempurnaan kisi (Munasir, 2012).

Keluaran utama dari pengukuran data difraksi serbuk dengan difraktometer adalah sudut 2θ dan intensitas pada sudut yang sesuai. Dalam hal ekstraksi informasi, terdapat 3 karakter dasar puncak difraksi yang memberikan gambaran mengenai kondisi pengukuran dan sifat-sifat kristal; yaitu, posisi, tinggi dan lebar serta bentuk

difraksi (Nayiroh, 2014). Tabel 2.2 memperlihatkan informasi uji yang diperoleh dalam difraktogram berdasarkan Nayiroh, 2014.

Tabel 2.2 Informasi uji diperoleh dalam difraktogram (Nayiroh, 2014)

Karakter	Informasi dari material	Informasi dari instrumen
	- Fasa kristal/ identifikasi	
	- Struktur kristal	- Kesalahan 2θ
Posisi puncak	- Parameter kisi	- Ketidaktepatan penempatan sampel
	- Regangan seragam (<i>uniform strain</i>)	
	- Identifikasi	
	- Komposisi	
Tinggi puncak	- Hamburan tak koheren	
	- Fasa-anti (<i>antiphase</i>)	
	- <i>Extinction</i>	
	- <i>Prefered-orientation</i>	
	- Dislokasi, cacat kristal, <i>stacking-fault</i>	

Ada 2 cara analisis data difraksi, yaitu: (1) analisis kualitatif yang sering disebut dengan proses identifikasi fasa, dengan melalui pencocokan puncak-puncak difraksi dengan kartu PDF (*Powder Diffraction File*). Langkah-langkah dalam mengidentifikasi fasa dengan menggunakan *software*, terdiri dari: *peak search* (menentukan posisi puncak) dan *search match* dapat dilakukan dengan cara manual maupun cara berbasis komputer. (2) Analisis kuantitatif digunakan untuk mengetahui informasi lebih lanjut mengenai material yang diuji, yaitu komposisi fasa. Pola difraksi yang diperoleh dari difraktometer menggambarkan status kristalinitas material yang diuji. Yang pertama

dapat dilihat dengan kasat mata dari sebuah pola difraksi adalah keberadaan fasa kristal dan fasa amorf. Keberadaan fasa kristal dapat segera dilihat dari adanya puncak-puncak difraksi, sedangkan material amorf memberikan pola berbentuk punuk difraksi atau intensitas latar yang tidak teratur. Komposisi fasa kristal dan material amorf pada material uji dapat dapat dihitung menggunakan metode analisis lanjut dari data difraksi yang telah terukur. Identifikasi berikutnya adalah menentukan fasa (kristal) apa saja yang terdapat di dalam materi uji. Pada dasarnya identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan basis data (database) fasa-fasa yang telah dikompilasi, misalnya dalam bentuk kartu PDF (*Powder Diffraction File*). Kartu PDF untuk sebuah fasa berisis informasi mengenai: (1) nama fasa (termasuk nama khas fasa tersebut, misalnya nama mineralnya), (2) sifat fisik dan kristalografi (cara memperoleh material tersebut, densitasnya, grup ruang dan sebagainya), (3) posisi puncak dan intensitas relative untuk Panjang gelombang radiasi tertentu (Nayiroh, 2014).