

SKRIPSI
STUDI BENEFISIASI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN
METODE FLOTASI KOLOM

Disusun dan diajukan oleh

SATRIA UMAR DANI

D111181023



PROGRAM STUDI TEKNIK PERTAMBANGAN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI BENEFISIASI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN METODE
FLOTASI KOLOM**

Disusun dan diajukan oleh

SATRIA UMAR DANI

D111181023

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian yang dibentuk dalam rangka Penyelesaian Studi Program Sarjana Program Studi Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin pada tanggal 16 Februari 2023 dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan.

Menyetujui,

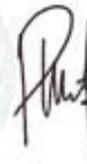
Pembimbing Utama,



Dr. Sufriadin, S.T., M.T.

NIP.196608172000121001

Pembimbing Pendamping,



Rizki Amalia, S.T., M.T.

NIDK. 8889211019

Plt. Ketua Program Studi,



Dr. Amil Ahmad Ilham, S.T., M.T.

NIP.197310101998021001

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Satria Umar Dani
NIM : D111181023
Program Studi : Teknik Pertambangan
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa karya tulisan saya berjudul:

STUDI BENEFISIASI BIJIH LIMONIT MENGGUNAKAN METODE FLOTASI KOLOM

Adalah karya Tulisan saya sendiri dan bukan merupakan pengambil 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, Maret 2023
Yang menyatakan

Satria Umar Dani



ABSTRAK

Flotasi merupakan proses pemisahan mineral berharga dari pengotornya berdasarkan sifat permukaan mineral yaitu sifat tidak terbasahi (hidrofobik) dan sifat terbasahi (hidrofilik) dengan cara mengapungkan mineral konsentrat ke permukaan melalui pengikatan buih dengan menggunakan reagen kimia tertentu dan udara. Flotasi bijih limonit menggunakan reagen berupa minyak pinus sebagai pembuih dan asam oleik sebagai kolektor. Percobaan flotasi bertujuan untuk mengetahui efisiensi dari reagen asam oleik dan minyak pinus, mengetahui pengaruh fraksi ukuran butir dan waktu flotasi serta untuk mengetahui perolehan yang dihasilkan dari proses flotasi. Karakterisasi mineralogi secara mikroskopis dan XRD sampel bijih limonit diketahui mineral goetit ($\text{FeO}(\text{OH})$) hadir dalam jumlah yang banyak sedangkan mineral talk ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), kuarsa (SiO_2) dan maghemit (Fe_2O_3) hadir dalam jumlah yang sedikit. Komposisi kimia bijih limonit meliputi Ni: 1,311% dan Fe: 27,81%. Hasil penelitian menggunakan metode flotasi kolom menunjukkan peningkatan kadar Ni tertinggi pada ukuran butir 106 mikron yaitu peningkatan kadar Ni dari sampel awal 1,311% menjadi 1,390% dengan perolehan 61,54%. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin halus fraksi ukuran butir sampel yang digunakan maka semakin tinggi perolehan kadar Ni yang didapatkan. Peningkatan kadar Ni tertinggi pada perbandingan *frother* 6ml dan *collector* 3ml yaitu dari sampel awal Ni 1,311% menjadi 1,399% dengan *recovery* 66,30%. Hal ini menunjukkan bahwa variasi dosis *frother* yang baik dalam benefisiasi bijih limonit menggunakan metode flotasi kolom yaitu rasio 2:1 terhadap *collector* sehingga semakin besar rasio variasi dosis *frother* yang digunakan yaitu 3:1 dan 4:1 maka semakin buruk hasil benefisiasi yang terjadi. Namun terjadi penurunan kadar Fe pada rasio 2:1 dari sampel awal 27,810% menjadi 26,010%.

Kata kunci: Bijih limonit, Flotasi, Asam oleik, Minyak Pinus, Perolehan.

ABSTRACT

Flotation is the process of separating valuable minerals from gangue based on the surface properties of the mineral, namely the non-wetted (hydrophobic) and wetted (hydrophilic) properties by floating the concentrated mineral to the surface through the binding of foam using certain chemical reagents and air. Limonite ore flotation uses reagents in the form of pine oil as foam and oleic acid as collector. The flotation experiment aims to determine the efficiency of oleic acid and pine oil reagents, to determine the effect of grain size fraction and flotation time and to determine the yield resulting from the flotation process. Microscopic and XRD characterization of limonite ore samples revealed that the mineral goethite ($\text{FeO}(\text{OH})$), Mineral talc ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), quartz (SiO_2) and maghemite (Fe_2O_3) are present in small amounts. Chemical composition limonite ores include Ni: 1.311% and Fe: 27.81%. The results of the study using the column flotation method showed the highest increase in Ni grade at the grain size of 106 microns, namely the increase in Ni grade from the initial sample 1.311% to 1.390 with a gain of 61.54%. This indicates that the finer the grain size fraction of the sample used, the higher the Ni grade obtained. The highest increase in Ni grade was at 15 minutes flotation time, namely the increase in Ni grade from the initial sample 1.311% to 1.393% with a gain of 68.44%. The longer the flotation time, the better the beneficiation that occurs. The highest increase in Ni grade was in the ratio of 6ml frother and 3ml collector, from the initial sample of Ni 1.311% to 1.399% with a recovery of 66.30%. This shows that the variation of frother doses is good in the beneficiation of limonite ore using the column flotation method, namely the ratio of 2:1 to the collector so that the greater the ratio of frother dose variations used, namely 3:1 and 4:1, the worse the beneficiation results will be. However, there was a decrease in Fe grade at a ratio of 2:1 from the initial sample of 27.810% to 26.010%.

Keywords: Limonite ore, Flotation, Oleic acid, Pine Oil, Recovery.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kita panjatkan atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, penyusunan laporan penelitian tugas akhir dengan judul "Studi Benefisiasi Bijih Limonit Menggunakan Metode Flotasi Kolom" dapat diselesaikan dengan toleransi waktu yang diberikan dan guna menjadi salah satu syarat lulus dan mendapatkan gelar Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin. Tidak lupa kita haturkan salam serta shalawat kepada junjungan besar Baginda Rasulullah yang telah membawa kita dari zaman kebodohan menuju zaman yang terang benderang.

Banyak lika-liku yang dihadapi dalam proses pembuatan laporan ini. Masukan serta saran banyak penulis terima dari beberapa pihak dengan tujuan membantu menyelesaikan tugas akhir ini, maka daripada itu penulis mengucapkan banyak terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dr. Aryanti Virtanti Anas, S.T., M.T. selaku Ketua Departemen Teknik Pertambangan FT-UH yang telah membantu baik dari administrasi dan lain sebagainya, Bapak Dr. Sufriadin S.T., M.T. selaku Pembimbing 1 Tugas Akhir yang telah membimbing dan mengarahkan agar hasil penelitian tugas akhir dapat berjalan dengan maksimal, Ibu Rizki Amalia S.T., M.T. selaku Pembimbing 2 Tugas Akhir yang telah membimbing dan mengarahkan agar hasil penelitian tugas akhir dapat berjalan dengan maksimal, seluruh Bapak/Ibu dosen Departemen Teknik Pertambangan Universitas Hasanuddin yang telah memberikan pengetahuan yang sangat bermanfaat selama berkuliah di Departemen Teknik Pertambangan FT-UH, Keluarga Besar Teknik Pertambangan Universitas Hasanuddin Angkatan 2018 (TUNNEL 2018) dan seluruh mahasiswa Teknik Pertambangan Universitas Hasanuddin yang senantiasa memberikan motivasi, dukungan, dan semangat kepada penulis. Serta saya ucapkan kepada kedua orang tua tercinta saya yakni, Bapak H Muh. Umar dan Ibu Hj Nahria, serta dua saudara

kakak dan adik, Kurnia Sandi Umar S.Pd dan Aqila Salsabila Umar yang telah mendukung, memberikan semangat.

Kritik serta saran yang membangun sangat diharapkan penulis sebagai bentuk pembelajaran tersendiri dalam penyempurnaan baik terhadap laporan ini maupun laporan–laporan berikutnya. Atas perhatian dari semua pihak terkait yang membantu dalam penyelesaian laporan ini, sekali lagi penulis mengucapkan terima kasih. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat untuk kedepannya nanti.

Makassar, Maret 2023

Satria Umar Dani

DAFTAR ISI

| | |
|--------------------------------------|------|
| SAMPUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| PERNYATAAN KEASLIAN | iii |
| ABSTRAK..... | iv |
| <i>ABSTRACT</i> | v |
| KATA PENGANTAR..... | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 2 |
| 1.3 Tujuan Penelitian..... | 3 |
| 1.4 Manfaat Penelitian | 3 |
| 1.5 Tahapan Kegiatan Penelitian..... | 3 |
| 1.6 Lokasi Pengambilan Sampel..... | 5 |
| BAB II FLOTASI BIJIH LIMONIT..... | 7 |
| 2.1 Nikel Laterit | 7 |
| 2.2 Bijih Limonit..... | 14 |

| | | |
|---|--|----|
| 2.3 | Flotasi | 15 |
| 2.4 | Reagen Flotasi | 20 |
| 2.5 | Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Flotasi..... | 24 |
| 2.6 | Mikroskop Polarisasi..... | 26 |
| 2.7 | Analisis XRF | 30 |
| 2.7 | Analisis XRD..... | 32 |
| BAB III METODE PENELITIAN..... | | 40 |
| 3.1 | Persiapan | 40 |
| 3.2 | Preparasi Sampel..... | 41 |
| 3.3 | Percobaan Flotasi Kolom | 44 |
| 3.4 | Penimbangan Sampel | 46 |
| 3.5 | Penamaan Sampel..... | 46 |
| 3.6 | Karakterisasi dan Analisis sampel | 47 |
| 3.7 | Perhitungan <i>Recovery</i> | 51 |
| 3.8 | Diagram Alir Penelitian..... | 52 |
| BAB IV FLOTASI KOLOM BIJIH LIMONIT..... | | 54 |
| 4.1 | Karakterisasi Bijih Limonit..... | 54 |
| 4.2 | Perolehan Ni dan Fe dari Proses Flotasi Kolom Berdasarkan Variabel Fraksi Ukuran Butir..... | 58 |
| 4.3 | Perolehan Ni dan Fe dari Proses Flotasi Kolom Berdasarkan Variabel Waktu Flotasi..... | 66 |

| | |
|--|----|
| 4.4 Perolehan Ni dan Fe dari Proses Flotasi Kolom Berdasarkan Variabel Dosis Pembuih (<i>Frother</i>) | 74 |
| BAB V KESIMPULAN..... | 82 |
| 5.1 Kesimpulan..... | 82 |
| 5.2 Saran | 83 |
| DAFTAR PUSTAKA | 84 |
| LAMPIRAN | 87 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|---|---------|
| 1.1 Peta lokasi pengambilan sampel | 6 |
| 2.1 Profil laterit daerah tropis | 9 |
| 2.2 Lapisan penyusun laterit..... | 12 |
| 2.3 Penyebaran nikel <i>laterites</i> dan nikel <i>sulphides</i> di dunia | 13 |
| 2.4 Perbandingan cadangan nikel laterit dan sulfida di dunia (a) dan perbandingan produksi nikel dari nikel laterit dan sulfida (b) | 13 |
| 2.5 Contoh bijih limonit..... | 14 |
| 2.6 Prinsip flotasi..... | 17 |
| 2.7 Mekanisme <i>frother</i> | 24 |
| 2.8 Mikroskop Polarisasi Modern | 27 |
| 2.9 Spektrum hubungan energi dan intensitas | 31 |
| 2.10 Ilustrasi hukum bragg..... | 35 |
| 2.11 Metode difraksi. | 36 |
| 2.12 Pola difraksi sinar-x serbuk..... | 37 |
| 2.13 Difraksi sinar x..... | 39 |
| 3.1 Proses pengeringan sampel | 41 |
| 3.2 Pengeringan sampel menggunakan <i>oven</i> | 42 |
| 3.3 Proses mereduksi ukuran sampel..... | 42 |
| 3.4 Proses pengayakan sampel | 43 |
| 3.5 Proses memasukkan reagen-reagen dan pengadukan sampel dengan reagen sebelum dilakukan flotasi | 45 |
| 3.3 Memasukkan sampel hasil <i>conditioning</i> ke dalam alat flotasi kolom | 45 |
| 3.7 Timbangan digital | 46 |

| | |
|---|----|
| 3.8 Penamaan sampel hasil flotasi..... | 47 |
| 3.9 Analisis menggunakan mikroskop Nikon Eclipse LV-100 POL..... | 48 |
| 3.10 XRD tipe shimadzu maximan-X XRD 7000..... | 49 |
| 3.11 XRF tipe epsilon 4..... | 50 |
| 3.12 Bagan alir penelitian..... | 53 |
| 4.1 Kenampakan mineral sampel hasil analisis mikroskopis | 55 |
| 4.2 Hasil analisis XRD sampel awal bijih limonit | 57 |
| 4.3 Grafik persentase produk flotasi kolom berdasarkan variabel fraksi ukuran butir | 60 |
| 4.4 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap fraksi ukuran butir | 62 |
| 4.5 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap fraksi ukuran butir | 62 |
| 4.6 Grafik <i>recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan fraksi ukuran butir..... | 66 |
| 4.7 Grafik persentase produk flotasi kolom berdasarkan variabel waktu flotasi | 68 |
| 4.8 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap waktu flotasi | 70 |
| 4.9 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap waktu flotasi | 70 |
| 4.10 Grafik <i>recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan waktu flotasi | 73 |
| 4.11 Grafik persentase produk flotasi kolom berdasarkan variabel dosis <i>frother</i> | 75 |
| 4.12 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap variabel dosis <i>frother</i> | 77 |
| 4.13 Grafik hubungan kadar konsentrat terhadap variabel dosis <i>frother</i> | 78 |
| 4.14 Grafik <i>recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan dosis <i>frother</i> | 81 |

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|---|---------|
| 2.1 Dosis reagen flotasi..... | 25 |
| 2.2 Waktu flotasi | 26 |
| 4.1 Nama mineral hasil XRD | 56 |
| 4.2 Komposisi kimia sampel awal | 58 |
| 4.3 Jumlah produk benefisiasi dengan metode flotasi berdasarkan variabel fraksi ukuran butir | 59 |
| 4.4 Komposisi kimia konsentrat hasil flotasi berdasarkan fraksi ukuran butir | 61 |
| 4.5 Komposisi kimia tailing flotasi berdasarkan variabel fraksi ukuran butir | 64 |
| 4.6 <i>Recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan variabel fraksi ukuran butir | 65 |
| 4.7 Jumlah produk benefisiasi dengan metode flotasi berdasarkan variabel waktu flotasi | 67 |
| 4.8 Komposisi kimia konsentrat hasil flotasi berdasarkan variabel waktu flotasi | 69 |
| 4.9 Komposisi kimia tailing flotasi berdasarkan variabel waktu flotasi | 72 |
| 4.10 <i>Recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan variabel waktu flotasi | 73 |
| 4.11 Jumlah produk benefisiasi dengan metode flotasi berdasarkan variabel dosis <i>frother</i> | 74 |
| 4.12 Komposisi kimia konsentrat hasil flotasi berdasarkan dosis <i>frother</i> | 76 |
| 4.13 Komposisi kimia tailing flotasi berdasarkan variabel dosis <i>frother</i> | 79 |
| 4.13 <i>Recovery</i> Ni dan Fe berdasarkan variabel dosis <i>frother</i> | 80 |

DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran | Halaman |
|--------------------------------------|---------|
| A. HASIL ANALISIS MIKROSKOP | 88 |
| B. HASIL ANALISIS XRF | 91 |
| C. HASIL ANALISIS XRD..... | 93 |
| D. PERHITUNGAN <i>RECOVERY</i> | 95 |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nikel Merupakan salah satu logam penting dan sering digunakan dalam kehidupan sehari-hari. 60% penggunaan nikel digunakan sebagai bahan baku *stainless steel*, 14% digunakan sebagai paduan nikel (*superalloy*), sisanya digunakan sebagai material *electroplating*, bahan pengecoran, baterai dan katalis. Penggunaan nikel yang sangat luas dikarenakan sifat nikel yang tahan korosi dan tahan terhadap temperatur tinggi (Ahmad, 2006).

Bijih limonit merupakan hasil pelapukan lanjutan dari batuan beku ultramafik. Proses pelapukan ini menyebabkan terjadinya perubahan mineral-mineral utama dan pelepasan beberapa komponen kimiawi ke dalam tanah sehingga nikel laterit memiliki karakteristik kimia dan mineralogi yang kompleks. Bijih limonit biasanya berada di bawah bagian zona tanah penutup dan di atas zona saprolit pada nikel laterit. Bijih limonit pada penambangan nikel laterit biasanya dianggap sebagai *waste* karena memiliki kadar nikel yang rendah yaitu <1,5% (Dalvi, et al., 2004).

Sesuai dengan Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2009 tentang Pertambangan Mineral dan Batubara yang selanjutnya terjadi perubahan menjadi Undang-Undang Nomor 3 Tahun 2020 menjelaskan bahwa semua hasil tambang tidak dapat langsung diekspor ke luar negeri dan harus mengalami proses pengolahan di dalam negeri untuk meningkatkan nilai ekonomisnya. Metode peleburan bijih nikel yang umum dipakai adalah metode pirometalurgi. Namun karena kadar nikel dalam bijih limonit yang relatif kecil hanya berkisar antara 0,8-1,5% dan jumlah bijih limonit yang sangat banyak namun tidak dapat digunakan karena memiliki kadar yang cenderung

rendah menjadikan proses ini tidak mempunyai nilai ekonomis. Oleh karena itu, kadar nikel dalam bijih limonit perlu ditingkatkan agar pada saat proses peleburan menggunakan pirometalurgi menjadi lebih ekonomis. Hal tersebut merupakan alasan dipilihnya proses flotasi untuk meningkatkan kadar nikel dari bijih limonit sehingga proses pirometalurgi yang akan dilakukan menjadi lebih efisien dengan kadar yang lebih tinggi.

Flotasi merupakan salah satu proses pengolahan mineral yang cukup sederhana dan murah untuk diaplikasikan dalam proses peningkatan nilai ekonomis dari barang tambang yang akan dijual ke luar negeri terutama bijih limonit yang memiliki kadar rendah. Flotasi adalah proses pengonsentrasian berdasarkan pelekatan partikel ke udara didalam *pulp* dan bersamaan terjadi pelekatan dari partikel lain ke air. Selain itu, flotasi dapat didefinisikan sebagai proses konsentrasi untuk memisahkan butiran-butiran mineral yang sangat halus dengan memanfaatkan perbedaan sifat fisika-kimia dari permukaan butiran mineral-mineral tersebut (Gaudin, 1939). Terdapat beberapa faktor yang berperan penting dalam proses flotasi bijih limonit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bagaimana pengaruh beberapa variabel dalam proses flotasi diantaranya ukuran butir, waktu flotasi dan variasi dosis *frother* sehingga kita dapat melihat seberapa besar pengaruh dari variabel tersebut terhadap peningkatan kadar dari bijih limonit.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah yang akan dibahas pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana komposisi mineralogi dan kimia bijih limonit?
2. Bagaimana pengaruh ukuran butir terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom?

3. Bagaimana pengaruh waktu flotasi terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom?
4. Bagaimana pengaruh variasi dosis *frother* terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui komposisi mineralogi dan kimia bijih limonit.
2. Menganalisis pengaruh ukuran butir terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom.
3. Menganalisis pengaruh waktu flotasi terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom.
4. Menganalisis pengaruh variasi dosis *frother* terhadap peningkatan kadar nikel bijih limonit dengan metode flotasi kolom.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan nilai ekonomis dari bijih limonit yang memiliki kadar rendah serta memudahkan untuk proses pirometalurgi sehingga pemanfaatan bijih nikel laterit kadar rendah dapat lebih meningkat di Indonesia.

1.5 Tahapan Kegiatan Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama kurun waktu 3 bulan selama bulan Juli sampai bulan September 2022 yang dilaksanakan di Departemen Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin. Adapun tahapan kegiatan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Persiapan

Persiapan merupakan tahapan yang berisi kegiatan pendahuluan sebelum dilakukan penelitian. Tahapan ini terdiri dari perumusan masalah yang akan diangkat dalam kegiatan penelitian dan persiapan administrasi yang terkait dalam penelitian, pengumpulan referensi atau literatur mengenai masalah yang diteliti agar dapat menunjang penelitian, serta persiapan bahan-bahan yang digunakan saat penelitian

2. Studi literatur

Tahapan ini merupakan tahapan yang dilakukan selama berjalannya penelitian dari awal hingga selesainya penelitian. Tahapan ini berupa kajian kepustakaan untuk memahami dan menunjang kegiatan penelitian yang dilakukan. Studi literatur juga sebagai petunjuk dalam menentukan rancangan penelitian serta persiapan yang dibutuhkan dalam penyusunan tugas akhir. Studi literatur dapat dilakukan melalui dari jurnal, buku, artikel ilmiah dan referensi lainnya yang berkaitan dengan topik penelitian.

3. Penelitian di laboratorium

Kegiatan pada tahap ini meliputi preparasi sampel, flotasi sampel, karakterisasi sampel awal serta karakterisasi sampel yang telah dilakukan flotasi pada sampel. Preparasi sampel adalah kegiatan mempersiapkan sampel sebelum dilakukan analisis lebih lanjut, preparasi sampel dilakukan dengan cara mereduksi ukuran butir sampel. Proses flotasi sampel dilakukan dengan menggunakan reagen. Karakterisasi sampel dilakukan dengan analisis XRD dan analisis XRF. Analisis XRD digunakan untuk mengkarakterisasi sampel awal struktur kristal material. Analisis XRF digunakan untuk mengetahui kadar nikel dan besi sebelum dan setelah dilakukan proses flotasi sehingga dapat diketahui *recovery* dari hasil flotasi.

4. Pengolahan data

Tahapan pengolahan data ini meliputi pengumpulan data-data hasil analisis dan dilanjutkan dengan mengolah data tersebut sehingga diperoleh hasil pemecahan masalah dalam penelitian ini. Data dari hasil analisis XRF dibandingkan dan dikaji sehingga didapatkan nilai *recovery* dari sampel yang telah dilakukan flotasi yang disajikan dalam bentuk tabel dan grafik

5. Penyusunan laporan tugas akhir

Tahapan akhir dari penelitian adalah penyusunan laporan tugas akhir. Seluruh hasil penelitian dilaporkan secara sistematis mengikuti format yang telah ditentukan oleh Departemen Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin yang tertuang dalam buku putih skripsi.

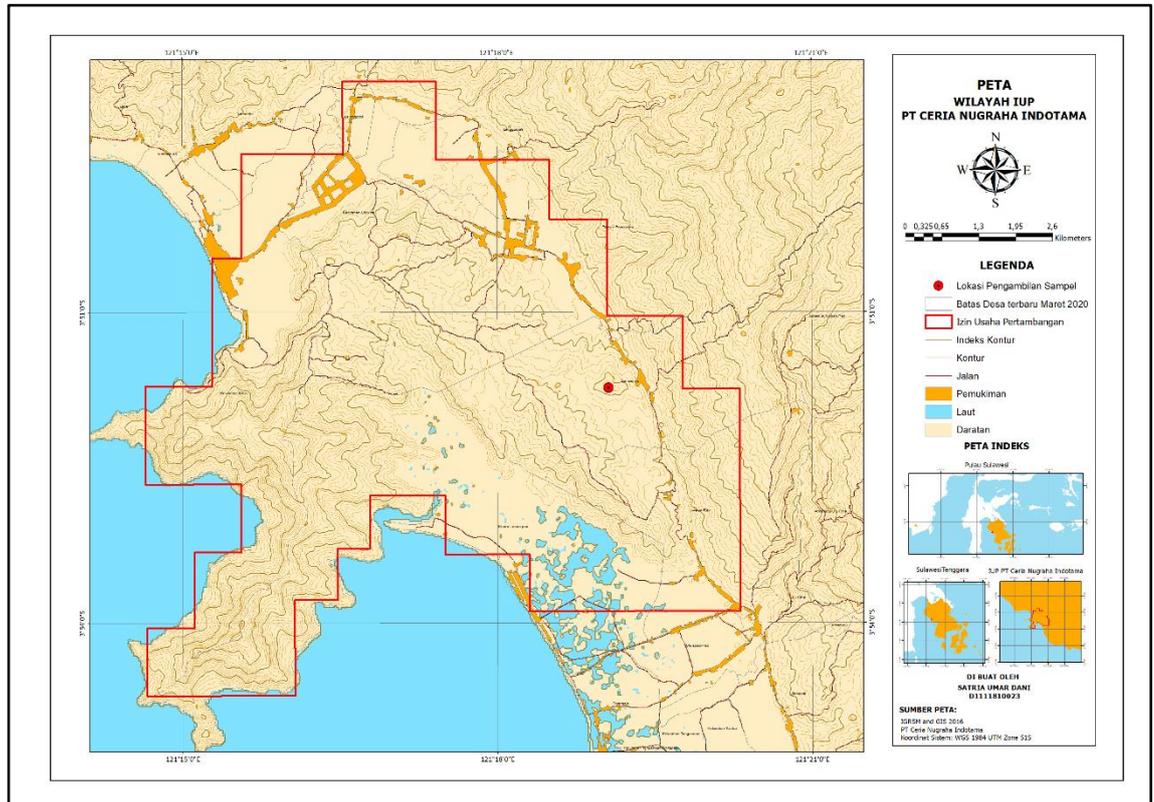
6. Seminar dan penyerahan laporan

Laporan tugas akhir kemudian dipresentasikan dalam seminar hasil dan ujian sidang. Kerangka dan hasil penelitian dipaparkan di hadapan dosen pembimbing, dosen penguji dan mahasiswa. Melalui tahapan ini akan didapatkan saran dan masukan dari audiensi untuk perbaikan dan menyempurnakan laporan tugas akhir. Laporan tugas akhir yang telah direvisi selanjutnya diserahkan ke Departemen Teknik Pertambangan Universitas Hasanuddin.

1.6 Lokasi Pengambilan Sampel

Secara administratif lokasi pengambilan sampel di Wilayah operasional penambangan PT Ceria Nugraha Indotama yang merupakan salah satu perusahaan pertambangan nikel laterit yang terletak di Kecamatan Wolo, Kabupaten Kolaka, Provinsi Sulawesi Tenggara. Lokasi ini berjarak ± 207 km dari Kota Kendari ibukota Provinsi Sulawesi Tenggara. Lokasi ini dapat ditempuh dengan perjalanan darat menggunakan sepeda motor ataupun mobil selama ± 5 jam dari Kota Kendari. Titik Pengambilan sampel

dilakukan pada pit Lola di titik X 313205,42 dan titik Y 9572913,47. Lokasi pengambilan sampel ditunjukkan pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Peta lokasi pengambilan sampel.

BAB II

FLOTASI BIJIH LIMONIT

2.1 Nikel Laterit

Endapan nikel laterit merupakan hasil pelapukan lanjutan dari batuan ultramafik pembawa Ni-Silikat. Endapan nikel laterit umumnya terdapat pada daerah dengan iklim tropis sampai dengan subtropis. Pengaruh iklim tropis di Indonesia mengakibatkan proses pelapukan yang intensif, sehingga beberapa daerah di Indonesia memiliki profil laterit (produk pelapukan) yang tebal dan menjadikan Indonesia sebagai salah satu negara penghasil nikel laterit yang utama. Proses konsentrasi nikel pada endapan nikel laterit dikendalikan oleh beberapa faktor yaitu, batuan dasar, iklim, topografi, air tanah, stabilitas mineral, mobilitas unsur, dan kondisi lingkungan yang berpengaruh terhadap tingkat kelarutan mineral. Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan bijih nikel laterit ini adalah (Al-khribash, 2015):

1. Batuan asal

Batuan asal merupakan syarat utama untuk terbentuknya endapan nikel laterit yang batuan asalnya adalah batuan ultrabasa. Dalam hal ini pada batuan ultrabasa tersebut terdapat elemen Ni yang paling banyak diantara batuan lainnya, mempunyai mineral-mineral yang paling mudah lapuk atau tidak stabil, seperti olivin dan piroksin, mempunyai komponen-komponen yang mudah larut dan memberikan lingkungan pengendapan yang baik untuk nikel.

2. Iklim

Adanya pergantian musim kemarau dan musim penghujan dimana terjadi kenaikan dan penurunan permukaan air tanah juga dapat menyebabkan terjadinya proses pemisahan dan akumulasi unsur-unsur. Perbedaan temperatur

yang cukup besar akan membantu terjadinya pelapukan mekanis, dimana akan terjadi rekahan-rekahan dalam batuan yang akan mempermudah proses atau reaksi kimia pada batuan.

3. Reagen-reagen kimia dan vegetasi

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

4. Struktur

Struktur yang sangat dominan yang terdapat di daerah Pomalaa ini adalah struktur kekar (*joint*) dibandingkan terhadap struktur patahannya. Seperti diketahui, batuan beku mempunyai porositas dan permeabilitas yang kecil sekali sehingga penetrasi air sangat sulit, maka dengan adanya rekahan-rekahan tersebut akan lebih memudahkan masuknya air dan berarti proses pelapukan akan lebih intensif.

5. Topografi

Keadaan topografi setempat akan sangat mempengaruhi sirkulasi air beserta reagen-reagen lain. Untuk daerah yang landai, maka air akan bergerak perlahan-lahan sehingga akan mempunyai kesempatan untuk mengadakan penetrasi lebih dalam melalui rekahan-rekahan atau pori-pori batuan. Akumulasi endapan

umumnya terdapat pada daerah-daerah yang landai sampai kemiringan sedang, hal ini menerangkan bahwa ketebalan pelapukan mengikuti bentuk topografi. Secara teoritis, pada daerah yang curam, jumlah air yang meluncur (*run off*) lebih banyak daripada air yang meresap ini dapat menyebabkan pelapukan kurang intensif.

6. Waktu

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

Laterit itu sendiri merupakan bijih yang tersusun atas beberapa lapisan, seperti

Gambar 2.1 berikut.

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

Gambar 2.1 Profil laterit daerah tropis (Elias, 2002).

Profil nikel laterit secara keseluruhan terdiri dari beberapa lapisan sebagai berikut (Elias, 2002):

1. *Iron Capping*

Lapisan yang berwarna merah tua dan merupakan massa *goethite* dan *limonite*. *Iron capping* mempunyai kadar besi yang tinggi tapi kadar nikel yang rendah. Terkadang terdapat mineral-mineral *hematite, chromiferous*.

2. *Limonite Layer*

Lapisan yang berwarna merah coklat atau kuning, lapisan kaya besi dari limonit *soil* menyelimuti seluruh area. Lapisan ini tipis pada daerah yang terjal dan sempat hilang karena erosi. Sebagian dari nikel pada zona ini hadir di dalam mineral *manganese oxide, lithiophorite*. Terkadang terdapat mineral *talca, tremolite, chromiferous, quartz, gibbsite, maghemite*. Merupakan hasil pelapukan lanjut dari batuan beku ultrabasa. Komposisinya meliputi oksida besi yang dominan, goethit, dan magnetit. Ketebalan lapisan ini rata-rata 8-15 m. Dalam limonit dapat dijumpai adanya akar tumbuhan, meskipun dalam persentase yang sangat kecil. Kemunculan bongkah-bongkah batuan beku ultrabasa pada zona ini tidak dominan atau hampir tidak ada, umumnya mineral-mineral di batuan beku basa-ultrabasa telah berubah menjadi serpentin akibat hasil dari pelapukan yang belum tuntas.

3. *Silika Boxwork*

Lapisan berwarna putih – *orange chert, quartz*, mengisi sepanjang *fractured* dan sebagian menggantikan zona terluar dari *unserpentine* fragmen *peridotite*, sebagian mengawetkan struktur dan tekstur dari batuan asal. Terkadang terdapat mineral opal, *magnesite*. Akumulasi dari *garnierite - pimelite* di dalam *boxwork* mungkin berasal dari nikel *ore* yang kaya silika. Zona *boxwork* jarang terdapat pada *bedrock* yang *serpentinized*.

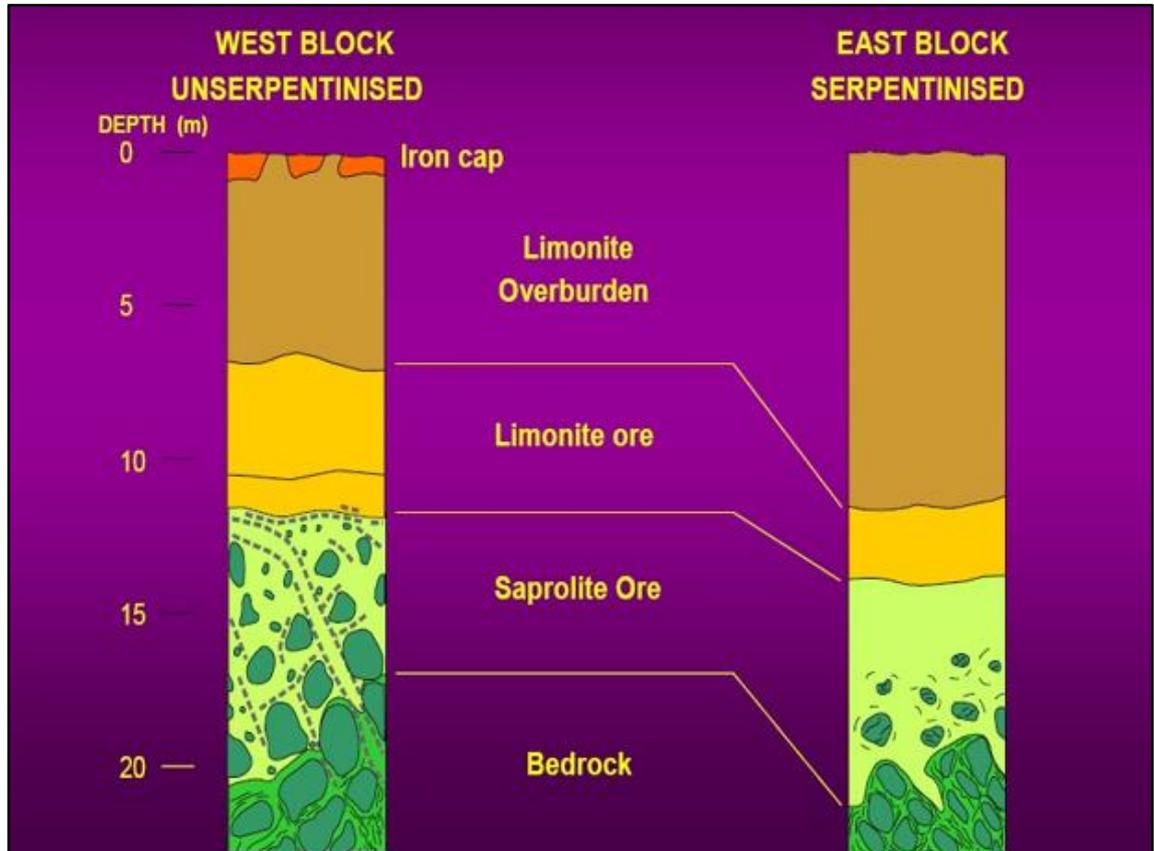
4. *Saprolite*

Lapisan *saprolite* merupakan campuran dari sisa-sisa batuan, butiran halus *limonite*, *saprolite rims*, *vein* dari endapan *garnierite*, *nickeliferous quartz*, mangan dan pada beberapa kasus terdapat silika *boxwork*, bentukan dari suatu zona transisi dari *limonite* ke *bedrock*. Terkadang terdapat mineral *quartz* yang mengisi rekahan, mineral-mineral primer yang terlapukkan, *chlorite*. *Garnierite* di lapangan biasanya diidentifikasi sebagai koloidal *talc* dengan lebih atau kurang *nickeliferous* serpentin. Struktur dan tekstur batuan asal masih terlihat. Zona ini merupakan zona pengayaan unsur Ni. Komposisinya berupa oksida besi, serpentin sekitar <0,4% kuarsa magnetit dan tekstur batuan asal yang masih terlihat. Ketebalan lapisan ini berkisar 5-18 m. Kemunculan bongkah-bongkah sangat sering dan pada rekahan- rekahan batuan asal dijumpai magnetit, serpentin, krisopras dan garnierit. Bongkah batuan asal yang muncul pada umumnya memiliki kadar SiO₂ dan MgO yang tinggi serta Ni dan Fe yang rendah.

5. *Bedrock*

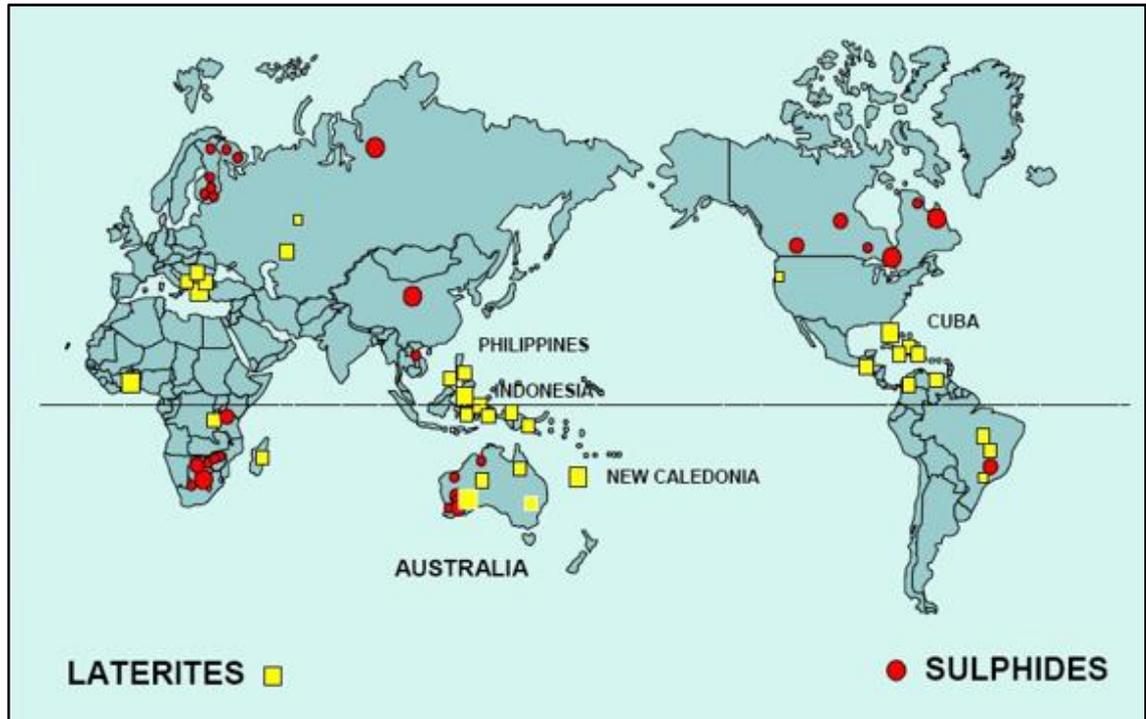
Bedrock merupakan lapisan bagian terbawah dari profil laterit. Batuan dasar merupakan batuan asal dari nikel laterit yang umumnya merupakan batuan beku ultrabasa yaitu harzburgit dan dunit yang pada rekahannya telah terisi oleh oksida besi 5-10%, garnierit minor dan silika > 35%. Permeabilitas batuan dasar meningkat sebanding dengan intensitas serpentinisasi. Tersusun atas bongkah yang lebih besar dari 75 cm dan blok peridotit (batuan dasar) dan secara umum sudah tidak mengandung mineral ekonomis (kadar logam sudah mendekati atau sama dengan batuan dasar). Zona ini terfrakturisasi kuat, kadang membuka, terisi oleh mineral garnierit dan silika. Frakturisasi ini diperkirakan menjadi penyebab adanya *root zone* yaitu zona *high grade* Ni, akan tetapi posisinya tersembunyi. Berdasarkan uraian di atas, dapat diketahui bahwa limonit adalah

salah satu lapisan penyusun dari laterit. Contoh keberadaan limonit di Indonesia, khususnya daerah Sulawesi, dapat dilihat pada Gambar 2.2.



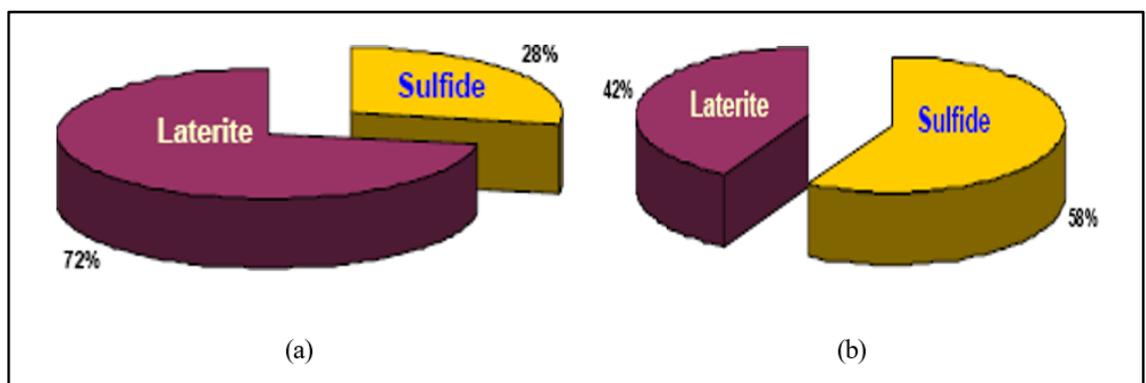
Gambar 2.2 Lapisan penyusun laterit (Elias, 2002).

Nikel adalah logam putih keperakan dengan sifat-sifatnya tipe metalik. Nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lunak, tetapi jika dipadukan besi, krom dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras. Perpaduan nikel, krom dan besi menghasilkan baja tahan karat (*stainlesssteel*) yang banyak diaplikasikan pada peralatan dapur (sendok, dan peralatan memasak), ornamen-ornamen rumah dan gedung, serta komponen industri. Nikel tidak terbentuk dalam bentuk *native* metal. Nikel diperoleh dari endapan atau bijih nikel secara ekonomis, bijih nikel dapat dibedakan menjadi dua, yaitu nikel laterit dan nikel sulfida. Penyebarannya di dunia dapat dilihat pada Gambar 2.3 (Elias, 2002).



Gambar 2.3 Penyebaran Nikel *laterites* dan Nikel *sulphides* di dunia (Elias, 2002).

Cadangan nikel laterit di dunia lebih banyak dibandingkan nikel sulfida, akan tetapi produksi nikel lebih besar diperoleh dari nikel sulfida (gambar 2.4). Dengan adanya hal ini, maka diharapkan dapat meningkatkan produksi nikel laterit terutama bijih limonit (Brand, et al., 1998).



Gambar 2.4 Perbandingan cadangan nikel laterit dan sulfida di dunia (a) dan perbandingan produksi nikel dari nikel laterit dan sulfida (b) (Brand, et al., 1998).

2.2 Bijih Limonit

Limonit adalah salah penyusun laterit dengan bentuk *fine grained*, merah coklat atau kuning seperti terlihat pada Gambar 2.5. Ketebalan rata-rata 12,21 meter. Kandungan kadar nikel dari 0,8% - 1,5% dan kandungan besi 40% - 50% (Dalvi, et al., 2004).



Gambar 2.5. Contoh bijih limonit (Dalvi, et al., 2004).

Batuan induk bijih nikel adalah batuan peridotit. Unsur nikel tersebut terdapat dalam kisi-kisi kristal mineral olivin $[(Mg,Fe,Ni)_2SiO_4]$ dan piroksin $[XY(Si,Al)_2O_6]$ (dimana X mewakili ion-ion dari Ca, Na, Fe_{2+} , Mg dan dalam jumlah kecil Zn, Mn, Li, sedangkan Y mewakili ion-ion yang berukuran lebih kecil seperti Cr, Al, Mn, Sc, Ti, dan Va), sebagai hasil substitusi terhadap atom Fe dan Mg. Proses serpentinisasi yang terjadi pada batuan peridotit akibat pengaruh larutan hidrotermal, akan merubah batuan peridotit menjadi batuan serpentininit atau batuan serpentininit peridotit. Sedangkan proses kimia dan fisika

dari udara, air serta pergantian panas dingin yang bekerja kontinu, menyebabkan disintegrasi dan dekomposisi pada batuan induk (Mcrae, 2019).

Pada pelapukan kimia khususnya, air tanah yang kaya akan CO₂ berasal dari udara dan pembusukan tumbuh-tumbuhan menguraikan mineral-mineral yang tidak stabil (olivin dan piroksin) pada batuan ultrabasa, menghasilkan Mg, Fe, Ni yang larut; Si cenderung membentuk koloid dari partikel-partikel silika yang sangat halus. Di dalam larutan, Fe teroksidasi dan mengendap sebagai ferri- hidroksida, akhirnya membentuk mineral-mineral seperti goethit, limonit, dan hematit dekat permukaan. Bersama mineral-mineral ini selalu ikut serta unsur *cobalt* dalam jumlah kecil (Mcrae, 2019).

Larutan yang mengandung Mg, Ni, dan Si terus menerus ke bawah selama larutannya bersifat asam, hingga pada suatu kondisi dimana suasana cukup netral akibat adanya kontak dengan tanah dan batuan, maka ada kecenderungan untuk membentuk endapan hidrosilikat. Nikel yang terkandung dalam rantai silikat atau hidro silikat dengan komposisi yang mungkin bervariasi tersebut akan mengendap pada celah-celah atau rekahan-rekahan yang dikenal dengan urat-urat garnierit dan krisopras. Sedangkan larutan residunya akan membentuk suatu senyawa yang disebut saprolit yang berwarna coklat kuning kemerahan. Unsur-unsur lainnya seperti Ca dan Mg yang terlarut sebagai bikarbonat akan terbawa ke bawah sampai batas pelapukan dan akan diendapkan sebagai dolomit, magnesit yang biasa mengisi celah-celah atau rekahan-rekahan pada batuan induk. Di Lapangan urat- urat ini dikenal sebagai batas petunjuk antara zona pelapukan dengan zona batuan segar yang disebut dengan akar pelapukan (*root of weathering*) (Hannis & Bide, 2009).

2.3 Flotasi

Flotasi merupakan proses pemisahan mineral berharga dari pengotornya berdasarkan sifat permukaan mineral yaitu sifat tidak terbasahi (hidrofobik) dan sifat

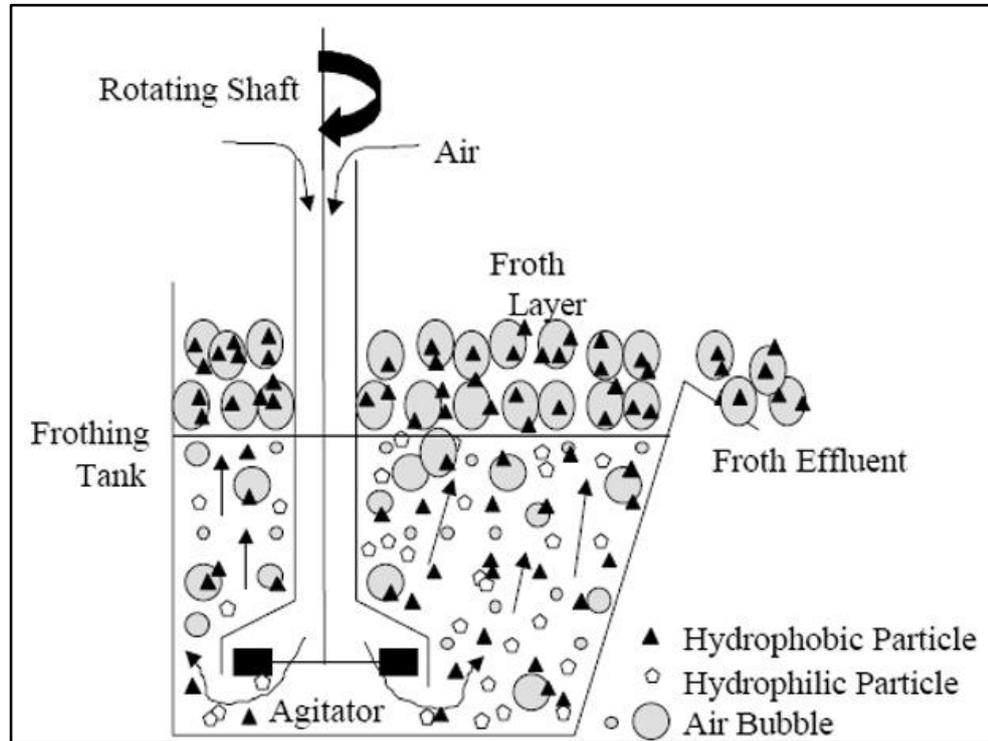
terbasahi (hidrofilik) dengan cara mengapungkan mineral konsentrat ke permukaan melalui pengikatan dengan buih dengan menggunakan bahan kimia tertentu dan udara. Prinsip pemisahannya memanfaatkan prinsip perbedaan sifat kimia-fisika permukaan mineral yang akan dipisah. Sifat permukaan ini didasarkan pada respon permukaan mineral ketika berada dalam air, sifat permukaan ini disebut *Hydrophobicity*. *Hydrophobicity* menunjukkan kecenderungan permukaan mineral untuk dibasahi air. Menurut sifat permukaannya, mineral dapat dibedakan menjadi dua golongan, yaitu (Gaudin, 1939):

1. Hidrofilik merupakan mineral yang permukaannya mempunyai lapisan polar, sehingga sukar dibasahi air, tetapi mudah melekat pada gelembung udara.
2. Hidrofobik merupakan mineral yang permukaannya mempunyai lapisan non-polar, sehingga mudah untuk dibasahi air, tetapi sukar untuk melekat pada gelembung udara.

Pada proses flotasi yang menjadi media pemisahan adalah air dan gelembung udara. Proses pengapungan mineral berharga dilakukan dengan menggunakan gelembung udara. Pemisahan terjadi ketika mineral berharga yang bersifat hidrofobik menempel pada gelembung dan mengapung ke permukaan air. Sedangkan mineral pengotor (*gangue*) yang bersifat hidrofilik tidak menempel dan tetap di dalam fasa air.

Flotasi tidak diragukan lagi sebagai teknik pengolahan mineral yang sangat penting. Banyak peneliti yang telah mendefinisikan arti flotasi. Salah satunya adalah A. M. Gaudin yang mendefinisikan flotasi sebagai proses pengonsentrasian berdasarkan pelekatan partikel ke udara didalam *pulp* dan bersamaan terjadi pelekatan dari partikel lain ke air. Selain itu, flotasi dapat didefinisikan sebagai proses konsentrasi untuk memisahkan butiran-butiran mineral yang sangat halus dengan memanfaatkan perbedaan sifat fisika-kimia dari permukaan butiran mineral-mineral tersebut. Pemisahan tersebut dapat terjadi karena permukaan mineral tertentu menempel pada gelembung

udara yang ditambahkan sehingga mengapung, sedangkan mineral yang lain tetap tinggal dalam cairan *pulp* seperti terlihat pada Gambar 2.6 (Gaudin, 1939) .



Gambar 2.6 Prinsip flotasi (Gupta, 2003).

Umpan yang akan diolah berupa *pulp* atau lumpur dimasukkan ke dalam tangki atau sel flotasi. Tangki dilengkapi dengan agitator atau pengaduk yang terintegrasi dengan pipa untuk menginjeksikan udara, sehingga timbul gelembung udara di dalam *pulp*. Mineral yang bersifat hidrofobik akan menempel pada gelembung udara kemudian terangkat menuju permukaan menjadi buih sedangkan mineral hidrofilik tetap tinggal di dalam *pulp* (Gupta, 2003).

Beberapa jenis partikel yang tercampur dapat dipisahkan salah satu jenisnya dari campurannya atau bila memungkinkan dan dapat terpisah keseluruhan jenis sehingga dapat terkonsentrasi dari tiap-tiap jenis. Pemisahan dari partikel-partikel dalam flotasi ini ditunjukkan oleh penentuan kontak antara tiga fasa yaitu fasa partikel padat yang akan diapungkan, larutan aqua elektrolit dan gas (biasanya dipakai udara)

hampir semua zat anorganik dapat dibasahi oleh fasa aqua. Oleh karena itu, langkah pertama dalam flotasi adalah menggantikan sebagian dari antar fasa padat-cair menjadi antara fasa padat-gas. Sebagian hasilnya didapat bahwa permukaan partikel akan menjadi hidrofobik (Gupta, 2003).

Kelebihan dari proses pengapungan (flotasi) adalah pada umumnya cukup efektif pada bijih dengan ukuran yang cukup kasar (28 *mesh*) yang berarti bahwa biaya penggilingan bijih dapat diminimalkan. *Froth flotation* sering digunakan mengkonsentrasi emas bersama-sama dengan logam lain seperti tembaga, timah dan seng. Partikel emas dari batuan oksida biasanya tidak merespon dengan baik namun efektif terutama bila dikaitkan dengan emas sulfide seperti pyrite, metode flotasi mampu memecahkan bijih yang tidak dapat diolah dengan menggunakan metode pengolahan mineral konvensional (Gupta, 2003).

Kekurangan dari metode flotasi ini adalah tingginya biaya investasi infrastruktur, biaya produksi juga lebih tinggi. Perkiraan bahwa hukum segregasi investasi dalam infrastruktur adalah sekitar dua kali pabrik flotasi dari kapasitas yang sama, biaya produksi akan menjadi 2 sampai 3 kali lebih tinggi. Segregasi dalam pengobatan bijih tembaga oksida tahan api, tembaga kelas dalam bijih harus lebih besar dari 2% untuk mendapatkan hasil yang lebih baik ekonomi (Gupta, 2003).

Sekarang ini proses flotasi mulai banyak digunakan dan dikembangkan oleh perusahaan yang bergerak dibidang pertambangan. Hal ini dikarenakan banyak mineral berharga yang ingin diperoleh tetapi kandungannya hanya sedikit dari bijih yang diperoleh. Dengan dilakukan proses flotasi, maka akan diperoleh peningkatan yang lebih tinggi dari kandungan mineral yang ingin kita dapatkan (Bulatovic, 2007).

Proses flotasi yang dilakukan dapat dibedakan menjadi dua, yaitu *directional flotation* dan *reverse flotation*. *Directional flotation* yaitu proses flotasi dimana mineral berharga akan terangkat ke atas membentuk buih yang mengapung di permukaan *pulp*.

Sedangkan *reverse flotation* adalah proses flotasi dimana partikel mineral yang diapungkan merupakan mineral pengotor (*gangue*) (Bulatovic, 2007).

Secara sederhana urutan kerja dari flotasi buih adalah sebagai berikut. Bijih yang akan di flotasi dihancurkan atau digerus sampai sesuai ukuran yang diinginkan, lalu dicampur dengan air sampai diperoleh *pulp* dengan ukuran yang sesuai. Setelah *pulp* siap, maka ditambahkan reagen-reagen yang akan digunakan. *Collector* ditambahkan sesuai ukuran yang dipakai sambil diaduk agar merata. Lalu ditambahkan *frother* sesuai ukuran sambil diaduk juga. Setelah itu dilakukan penyesuaian pH dengan menambahkan pH regulator. Setelah semua reagen tercampur, maka dilakukan proses flotasi dalam mesin flotasi. Setelah selesai, maka akan diperoleh buih dan endapan yang nantinya akan di siapkan untuk di uji (Bulatovic, 2007).

Saat ini, telah ada beberapa penelitian untuk meningkatkan kadar besi dan Nikel dari limonit diantaranya adalah penelitian yang dilakukan oleh Pramusanto, Yuhelda dan Nuryadi Saleh dari Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara. Percobaan dalam skala laboratorium telah dilakukan untuk meningkatkan baik kadar besi maupun nikel. Metode flotasi buih, flotasi terbalik, kombinasi pemanggangan magnetisasi dan pemisahan magnetik, serta pemanggangan magnetisasi diikuti dengan flotasi terbalik telah dilakukan dalam upaya peningkatan kadar besi ataupun nikel (Pramusanto, et al., 2007).

Melalui metoda flotasi buih diperoleh konsentrat dari tudung besi berkadar 57,9% Fe, 0,3% Ni, 2,06% Al_2O_3 dan 6,3% SiO_2 , dengan perolehan besi 78,29% dan nikel 34,05%, sedangkan dengan flotasi terbalik dihasilkan kadar konsentrat 39,08% Fe. Dengan kombinasi metode pemanggangan magnetisasi dan pemisahan magnetik dihasilkan konsentrat berkadar 66% Fe dengan perolehan 65,66%. Sedangkan melalui kombinasi metode pemanggangan magnetisasi dan flotasi terbalik diperoleh konsentrat berkadar 70,44% Fe dan 0,72% Ni dengan perolehan besi 68,16% dan nikel 63,39%.

Sedangkan terhadap bijih nikel kadar rendah telah dilakukan metoda flotasi terbalik, menghasilkan kadar konsentrat 2,33% Ni; 5,25% Fe dan 25,34% Si dengan perolehan nikel 75,90% (Pramusanto, et al., 2007).

Selain itu, Pramusanto dkk juga melakukan *reverse flotation* terhadap bijih *iron-rich laterite* dari Indonesia tepatnya dari daerah Pomalaa untuk memisahkan mineral silika dari mineral besi. Mereka menggunakan amine complex, ARMAC C, sebagai collector. Hasilnya menunjukkan pada konsentrat paling optimal terdapat 1,72% Ni dan 30,1% Fe dengan nilai *recovery* 92,36% Ni dan 41.24% Fe (Pramusanto, et al., 2007).

2.4 Reagen Flotasi

Keberhasilan proses flotasi sangat ditentukan oleh ketepatan penggunaan reagent, baik jumlah maupun jenisnya. Reagen flotasi yang ditambahkan pada tahap conditioning dengan tujuan menciptakan suatu *pulp* yang kondisinya sesuai agar dapat dilakukan flotasi dan mineral yang diinginkan dapat terapungkan sebagai konsentrat

Reagen-reagen adalah bagian yang sangat penting dalam proses flotasi. Proses flotasi dapat berlangsung optimal bergantung dari reagen-reagen yang digunakan. Reagen-reagen yang digunakan juga beragam tergantung dari mineral yang ingin kita peroleh. Klasifikasi reagen dapat dibagi menjadi 3, yaitu : *collector*, *frother*, dan *modifier*. Reagen-reagen tersebut memiliki masing- masing kegunaan ataupun saling melengkapi antar reagen. Berikut kegunaan masing-masing reagen yang digunakan (Taggart, 1954):

1. *Collector*

Collector adalah suatu reagen yang memberikan sifat menempel pada udara sehingga mineral tersebut senang pada udara. *Collector* merupakan zat organik dalam bentuk asam, basa atau garam yang berbentuk heteropolar, yaitu satu ujungnya senang pada air dan ujung lainnya senang pada udara. Molekul kolektor berupa senyawa yang dapat terionisasi menjadi ion-ion dalam air (*ionizing*

collector) atau berupa senyawa yang tidak dapat terionisasi dalam air (*non ionizing collector*). *Non ionizing collector* umumnya merupakan hidrokarbon cair yang dihasilkan dari minyak maupun batubara (*heptane*= C_7H_{12} , *toluen*= $C_6H_5CH_3$). Sedangkan *ionizing collector* merupakan jenis kolektor yang molekulnya memiliki struktur heteropolar, yaitu salah satu kutubnya bersifat polar (dapat dibasahi air), sedangkan kutub lainnya bersifat *non* polar (tidak dapat dibasahi air). Berdasarkan sifat, *ionizing collector* diklasifikasikan menjadi dua, yaitu *anionic collector* dan *cationic collector*. Macam kolektor antara lain:

- a. *Xanthate*, hasil reaksi alkohol, alkali dan sulfida karbon.
- b. *Aerofloat*, reaksi fenol dengan penta sulfida phosphor.
- c. *Thio carbonalit (urae)*, sebagai serbuk halus.
- d. *Fatty acid* (asam lemak), untuk flotasi non logam.
- e. *Oleik acid*.
- f. *Palmatic acid*.

2. *Conditioner/Modifier*

Modifier merupakan suatu reagen, bila ditambahkan ke dalam *pulp* akan memberikan pengaruh tertentu terhadap air atau mineral agar dapat membantu atau menghalangi kerja dari *collector*. Pengaruh umum yang dihasilkan adalah memperkuat atau memperlemah hydrophobisitas dari suatu permukaan mineral tertentu. Modifier ini biasanya anorganik. Macam-macam *modifier*, yaitu:

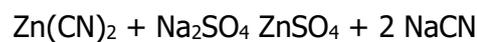
- a. Reagen pengontrol pH

Berfungsi untuk membuat suasana larutan menjadi asam atau basa. Pengaruh pH dalam flotasi sangat penting sebab pH dapat mempengaruhi aksi dari reagen lain terutama kolektor. Reagen kolektor akan bekerja dengan baik pada permukaan mineral tertentu bila mencapai harga pH kritis. pH kritis adalah ambang batas pH dimana kolektor dapat bekerja dengan

baik pada mineral tertentu. Harga pH kritis akan naik bersama naiknya kolektor yang dipakai. Tinggi rendahnya pH ditentukan oleh konsentrasi ion-ion hidrogen dan ion-ion hidroksil (OH). Pengaruh ion-ion hidrogen hidroksil adalah terhadap hidrasi permukaan bila tanpa kolektor dan adsorpsi kolektor pada permukaan mineral. Kapur biasanya digunakan dalam flotasi sebagai Ca(OH)_2 padat dan biasanya kapur yang dimasukkan sebanyak 1,4 gram CaO per liter (tergantung pada mineral yang dipisahkan). Kapur ini dapat dipakai sebagai reagen pengendap dalam timbal sulfida dan emas. Bahan yang digunakan sebagai pengontrol pH adalah soda abu (NaCO_3) dan *Caustic Soda*.

b. *Depressing Agent* (reagen pengendap)

Berfungsi untuk mencegah dan menghalangi mineral yang mempunyai flotabilitas sama supaya tidak menempel pada gelembung udara. Biasanya yang digunakan adalah seng sulfat (ZnSO_4) untuk menekan mineral sfalerit dan sodium sianida (NaCN) untuk menekan mineral *pyrite*.



Hasil reaksi tersebut dapat menekan sfalerit sehingga menjadi hidrofilik dan mencegah *adsorpsi colector*. Macam yang lain antara lain: *lime* (kapur), NaCN atau KCN dan Na sulfida.

c. *Activating Agent* (reagen pengaktif)

Activating Agent berfungsi mengembalikan sifat flotabilit mineral sehingga tidak terpengaruh oleh aksi reagen kolektor yang telah diberikan sebelumnya. Contohnya tembaga sulfat (CuSO_4) terhadap mineral sfalerit. Mineral sfalerit tidak dapat diapungkan dengan baik oleh kolektor *xanthate*. Proses pengaktifan tembaga sulfat pada sfalerit akibat terbentuknya molekul tembaga sulfida (CuS) pada permukaan mineral dengan reaksi ion.

d. *Sulfidizing Agent*

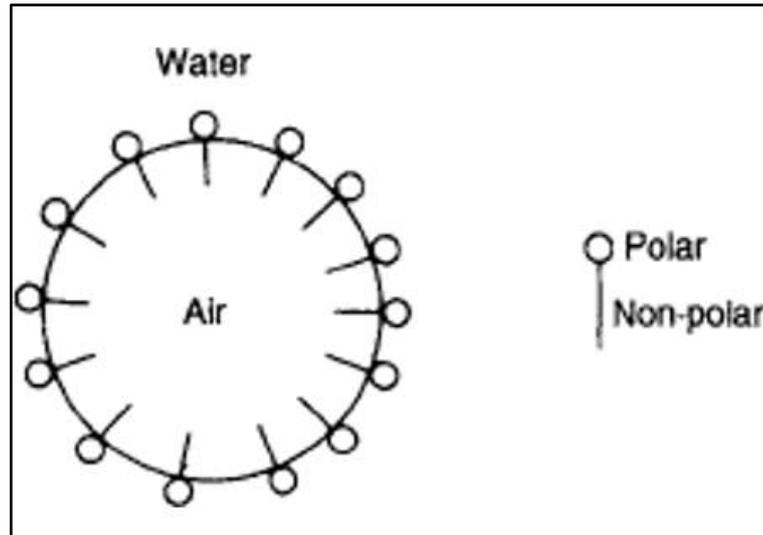
Penambahan Na_2S akan mengakibatkan endapan yang berupa selaput sulfida pada mineral tersebut sehingga logam oksida dapat terselimuti sulfida. Pemakaian sulfida yang berlebihan akan membuat sulfida itu mengendap

e. Reagen Dispersi (*dispersant, defloculator*)

Reagen Dispersi berfungsi menjaga agar partikel-partikel mineral tidak membentuk gumpalan tetapi tetap berada dalam suspensi. Fraksi mineral yang bersifat *non* polar mempunyai kecenderungan untuk membentuk gumpalan, sedangkan mineral-mineral yang polar tidak berkecenderungan demikian tetapi tetap melayang. Reagen yang biasa digunakan adalah *waterglass*. Kedudukan sebaran dapat dipertahankan oleh *reagent waterglass* akibat adsorpsi ion-ionnya terhadap permukaan mineral. Reagen ini disebut juga *deflocculating agent*. Mineral yang senang pada udara itu biasanya menggumpal, sedang yang senang terhadap air akan melayang dalam air, oleh karena itu penambahan reagen ini bertujuan agar mineral tersebut menyebar. Reagen yang sering dipakai adalah NaSiO_2 (*waterglass*) dan Na_3PO_4 (*trinatrium phosphate*) untuk butir yang halus.

3. *Frother*

Frother merupakan suatu zat organik *hidrokarbon* yang terdiri dari polar dan *non* polar. Fungsi reagen ini untuk menstabilkan gelembung udara agar dapat sampai ke permukaan. Zat tersebut menyelimuti gelembung udara sehingga tegangan permukaan air akan menjadi lebih rendah, sehingga akan timbul gelembung udara. Jadi, *frother* adalah zat organik yang memiliki struktur heteropolar seperti pada Gambar 2.7 yang mana bagian polar adalah grup yang suka pada air dan bagian non polar (*hydrocarbon*) adalah grup yang menolak air.



Gambar 2.7 Mekanisme *frother* (Crozier, 1992).

Molekul *frother* adalah heteropolar, terdiri dari gugusan *hydroxyl* bersifat polar yang menarik air dan rantai hidrokarbon sebagai gugusan non polar. Macam- macam *frother*, yaitu:

- a. *Methyl amil alcohol*
- b. *Methyl iso butil carbinol*
- c. *Cresitic acid*
- d. *Pine oil*
- e. *Polypropylene glycol ether*
- f. *Thricthoxy butane*

2.5 Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Flotasi

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi proses flotasi, yaitu (Wills & Finch, 2015):

1. Ukuran partikel

Setiap partikel yang memiliki ukuran berbeda maka mempunyai kemampuan mengapung yang berbeda beda pula. Semakin kecil ukuran partikel umpan maka semakin baik proses flotasi. Namun, terdapat batas optimal ukuran partikel agar

terjadi proses flotasi secara maksimal. Ukuran partikel umpan yang terlalu besar akan sulit diapungkan dalam proses flotasi, sedang ukuran umpan yang terlalu kecil akan sulit diflotasikan karena akan mudah diselimuti pengotor dan sulit diabsorpsi oleh kolektor. Batas atas ukuran partikel sekitar 5 μm . *Recovery* biasanya optimal pada ukuran partikel 100-10 μm (Wills & Finch, 2015).

2. Densitas *pulp*

Densitas *pulp* ditentukan oleh perbandingan berat mineral (*solid*) dengan berat *pulp* secara keseluruhan. Proses pemisahan akan semakin bersih bila *pulp* semakin rendah densitasnya yang berarti semakin encer. Hal itu dikarenakan bila *pulp* encer maka gelembung udara akan mampu bergerak lebih cepat di dalam *pulp* untuk mampu bergerak lebih cepat di dalam *pulp* untuk mencapai permukaan. Kebanyakan proses flotasi menggunakan *pulp* sekitar 25-40% padatan dari berat (Wills & Finch, 2015).

3. Dosis reagen

Dosis dari reagen-reagen flotasi yang dimasukkan kedalam proses flotasi harus tepat agar dapat terjadi proses flotasi maksimal dan terjadi pemisahan secara selektif. Batasan mengenai dosis reagen-reagen flotasi yang dapat digunakan pada proses flotasi salah satunya dijabarkan oleh Gaudin. Panduan tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.1 di bawah ini (Gaudin, 1939).

Tabel 2.1 Dosis reagen flotasi (Gaudin, 1939).

| Reagen Flotasi | Dosis (Pounds/Ton) |
|---------------------|--------------------|
| <i>Frother</i> | 0,05 – 2,5 |
| <i>Collector</i> | 0,025 – 0,25 |
| <i>pH regulator</i> | 0,5 – 10 |
| <i>Activator</i> | 0,5 – 2 |
| <i>Depressant</i> | 0,05 – 1 |
| <i>Deactivator</i> | 0,05 – 0,5 |

4. Waktu *conditioning*

Conditioning merupakan salah satu faktor yang turut menentukan keefektifan dari proses flotasi. *Conditioning* mungkin merupakan cara paling ekonomis untuk meningkatkan kapasitas dari sirkuit flotasi (Wills & Finch, 2015). *Conditioning* dilakukan dengan mencampurkan umpan dan reagen flotasi. Hasil dari proses *conditioning* akan didapat mineral umpan yang siap untuk diflotasi sehingga diperoleh volume konsentrat yang lebih besar. Biasanya lama waktu *conditioning* berkisar 10-20 menit, tergantung dari jenis umpan dan reagen yang digunakan (Taggart, 1954).

5. Waktu flotasi

Waktu flotasi tergantung dari ukuran partikel serta reagen yang digunakan. Dalam penentuan waktu flotasi yang optimal maka perlu dilakukan pengujian terlebih dahulu. Dibawah ini diberikan Tabel 2.2 tentang waktu flotasi untuk beberapa jenis mineral (Wills & Finch, 2015).

Tabel 2.2 Waktu flotasi (Wills & Finch, 2015).

| Mineral | Waktu Flotasi (Menit) |
|------------|-----------------------|
| Batubara | 4-6 |
| Timbal | 6-8 |
| Seng | 8-12 |
| Nikel | 10-14 |
| Tembaga | 13-16 |
| Molebdenum | 14– 20 |

2.6 Mikroskop Polarisasi

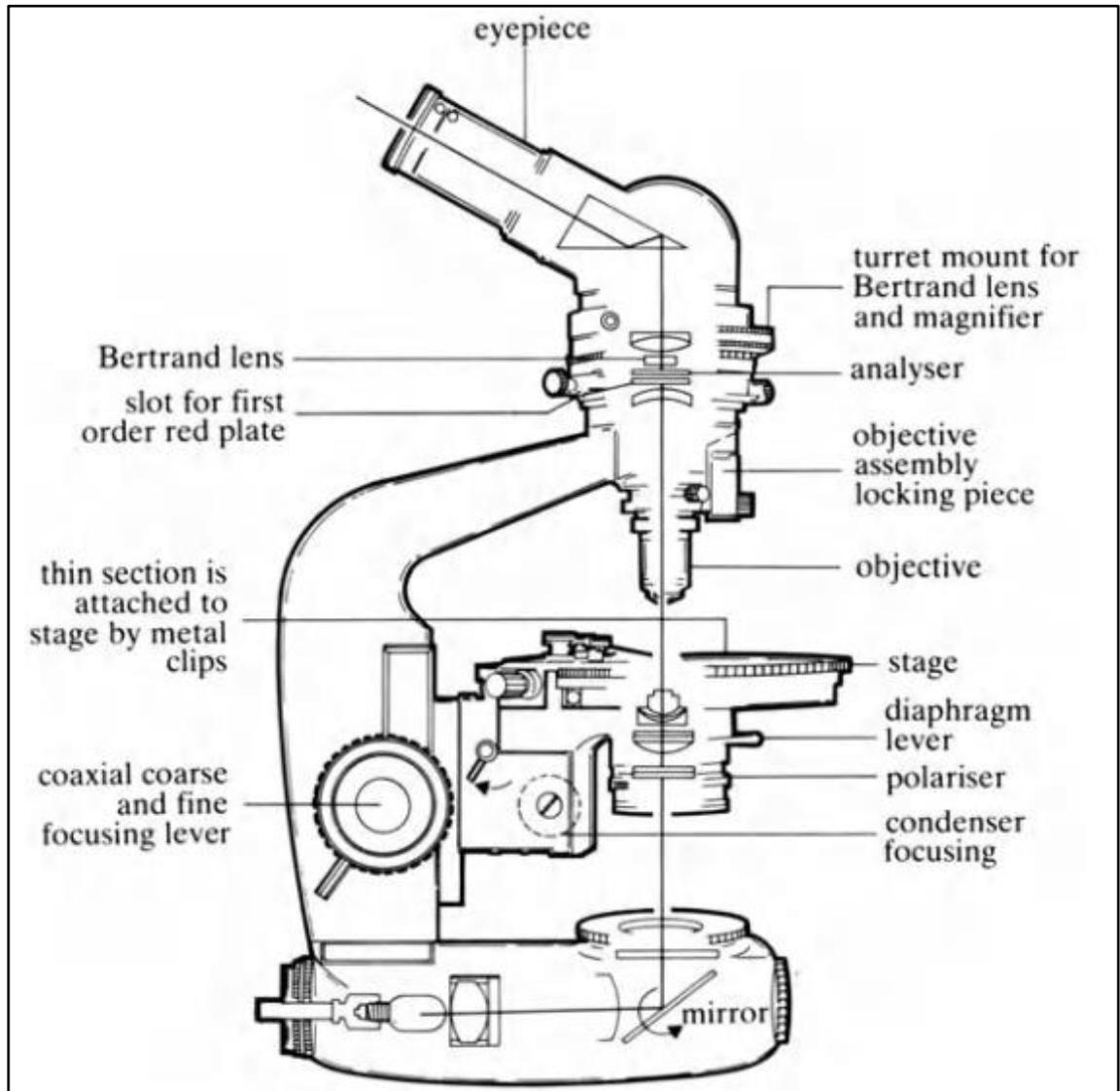
Mikroskop polarisasi adalah mikroskop yang cara kerjanya membiaskan cahaya, bukan memantulkan cahaya. Dasar yang membedakan mikroskop polarisasi dengan

mikroskop biasa yakni adanya beberapa komponen khusus yang hanya terdapat pada mikroskop ini, antara lain keping analisator, polarisator, kompensator, dan lensa amici bertrand. Jenis dari mikroskop ini cukup beragam, ada beberapa tipe mikroskop polarisasi yang biasa digunakan, yakni Nikon, Olympus dan Reetchet. Perbedaan tipe mikroskop tersebut hanya pada penempatan kedudukan bagian-bagiannya, tapi secara umum prinsip penggunaannya relatif sama (Gribble and Hall, 1985).

Mikroskop (bahasa Yunani: micron=kecil dan scopes=tujuan sehingga mikroskop adalah suatu peralatan yang didesain untuk memperbesar gambaran objek mikroskop adalah suatu peralatan yang didesain untuk memperbesar gambaran objek atau specimen yang berukuran kecil. Mikroskop membantu mikrobiologis dalam atau specimen yang berukuran kecil. Mikroskop membantu mikrobiologis dalam mempelajari dan mendapatkan informasi tentang ciri-ciri organisme. Mikroskop mempelajari dan mendapatkan informasi tentang ciri-ciri organisme. Mikroskop pertama kali dikembangkan pada abad ke-16 yang menggunakan lensa sederhana pertama kali dikembangkan pada abad ke-16 yang menggunakan lensa sederhana untuk mengatur cahaya biasa. Ilmu yang mempelajari benda kecil dengan menggunakan mikroskop disebut mikroskopi menggunakan mikroskop disebut mikroskopi. Perbesaran mikroskop bisa mencapai 270 sebenarnya (Gribble and Hall, 1985).

Mikroskop polarisasi adalah mikroskop yang menggunakan cahaya terpolarisasi untuk mengamati objek yang salah satunya merupakan sayatan tipis (*thin section*) batuan. Mikroskop petrografis modern menggunakan pencahayaan dari lampu yang berada di bagian bawah mikroskop yang ditembakkan ke arah lensa objektif. Perbedaan mikroskop polarisasi dengan mikroskop lain adalah terdapat 2 metode pengamatan berupa pengamatan nikol sejajar (*plane polarized light*) dan pengamatan nikol bersilang

(*cross polarized light*). Bagian-bagian dan fungsi dari masing-masing bagian pada mikroskop petrografi secara umum adalah sebagai berikut (Gribble and Hall, 1985).



Gambar 2.8 Mikroskop Polarisasi Modern (Gribble and Hall, 1985).

Eyepiece atau lensa okuler adalah penghubung lensa objektif dengan mata sehingga dapat melihat bayangan sayatan ataupun preparat di mikroskop dengan perbesaran 4 sampai dengan 25 kali. Adapun bagian-bagian dari mikroskop polarisasi modern yaitu (Gribble and Hall, 1985):

1. *Coarse focus* berfungsi mengatur fokus secara cepat dengan menggerakkan tabung mikroskop naik dan turun secara cepat.
2. *Fine focus* berfungsi mengatur fokus secara perlahan dengan menggerakkan tabung mikroskop naik turun secara perlahan.
3. Tabung mikroskop berfungsi menghubungkan lensa objektif dan lensa okuler.
4. Meja preparasi (*stage*) digunakan untuk meletakkan sayatan atau preparasi yang akan diamati dibawah mikroskop serta memutar sayatan agar *pleokroisme* dan gelapan mineral dapat diamati dibawah mikroskop.
5. Penjepit preparasi yang terletak di meja preparasi berfungsi menjepit sayatan atau preparasi agar tidak goyang sehingga mudah diamati.
6. Analisator dan polarisator berfungsi untuk menyaring sinar baik dalam posisi sejajar ataupun bersilang sehingga dapat digunakan untuk mengatur gelap terang dari sayatan/preparat.
7. Lensa objektif digunakan untuk menentukan bayangan yang akan ditangkap oleh mata secara nyata terbalik dan diperbesar. Perbesaran dapat diatur 4x, 10x, dan bahkan 40x.
8. Ganggang mikroskop digunakan ketika mengangkat dan memindahkan mikroskop agar tidak terjatuh ataupun rusak.
9. Kondensor dan diagfragma berfungsi mengatur intensitas cahaya yang masuk menuju filter polarisasi yang akan diteruskan ke meja preparasi.
10. *Compensator pilled* berfungsi untuk menggerakkan analisator dan polarisator agar dapat membentuk sejajar atau bersilang.
11. *Clamp screw* digunakan untuk mengarahkan objek uji ketengah *cross line* pada saat melakukan *centering*.

2.7 Analisis XRF

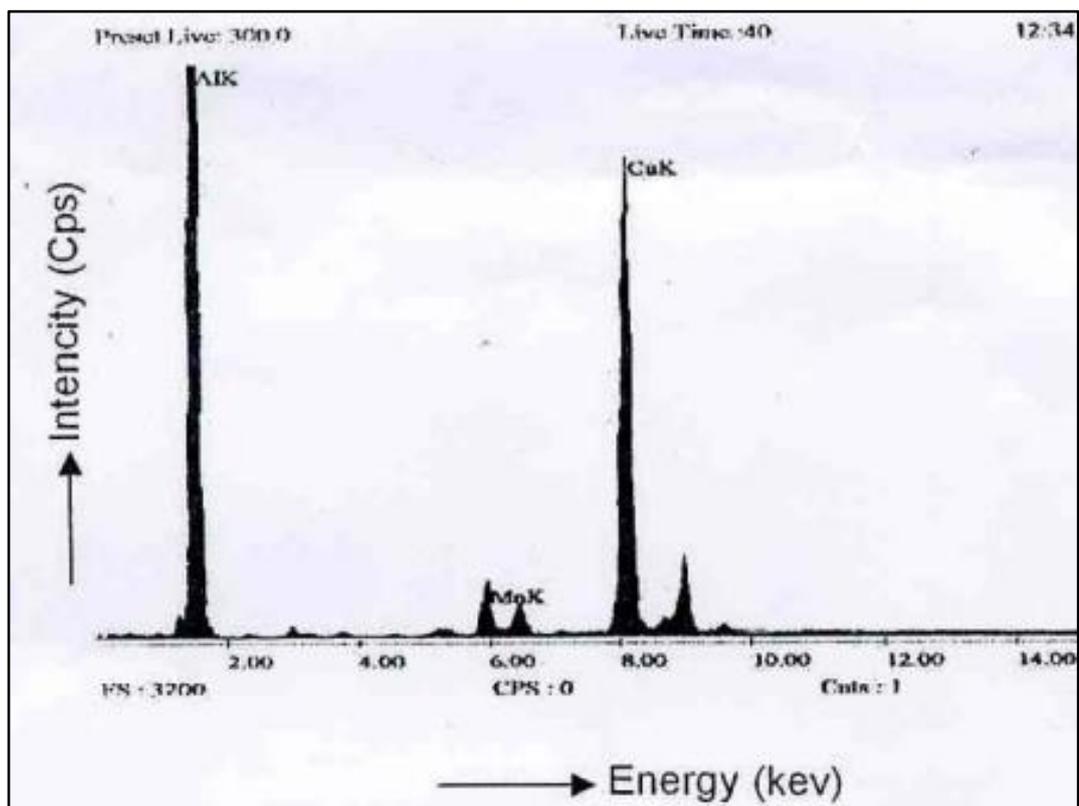
X-Ray Fluorescence (XRF) adalah salah satu metode estimasi rutin yang paling banyak digunakan untuk estimasi rutin komposisi geokimia batuan, sedimen dan sampel material tanah. Selama bertahun-tahun, *X-Ray Fluorescence (XRF)* digunakan dalam penentuan konsentrasi geokimia untuk berbagai elemen utama. *X-Ray Fluorescence (XRF)* juga telah digunakan dalam penyelidikan geologi, arkeologi dan sampel industri. Salah satu alasan mengapa teknik ini banyak digunakan yaitu karena kemampuannya menganalisis sampel padat melalui radiasi sinar x. Geokimia dari banyak material padat bumi dianggap sebagai produk dari batuan induk, kondisi iklim lingkungan, dan kemungkinan interaksi antropogenik dengan material. Oleh karena itu, kemampuan *X-Ray Fluorescence (XRF)* untuk menentukan komposisi oksida atau elemen utama dari banyak bahan tanah baik dalam cakram kaca, palet bubuk, atau sampel bubuk telah berguna dan dimanfaatkan dalam banyak pengaturan laboratorium (Jenkins, et al., 1995).

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan teknik analisis non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sampel cair. *X-Ray Fluorescence (XRF)* mampu mengukur elemen dari berilium hingga uranium pada level trace element. Secara umum, *X-Ray Fluorescence (XRF)* mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar x (Brouwer, 2009).

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada

penggunaannya, *X-Ray Fluorescence* (XRF) dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar x tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Viklund, 2008).

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan suatu teknik analisis yang dapat menganalisis unsur-unsur yang membangun suatu material. Teknik ini juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur berdasarkan pada panjang gelombang dan jumlah sinar x yang dipancarkan kembali setelah suatu material ditembaki sinar x berenergi tinggi. Metode *X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan metode analisis suatu bahan dengan peralatan tertentu yang hasil ujinya berupa spektrum (grafik) sumbu x dan y. Pengujian menggunakan alat *X-Ray Fluorescence* (XRF) akan diperoleh hubungan 2 parameter yaitu sumbu X (horisontal) berupa energi unsur (keV) dan sumbu Y (vertikal) berupa intensitas cacahan per detik (cps/count per second) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 (Jenkins, et al., 1995).



Gambar 2.9 Spektrum hubungan energi dan intensitas (Jenkins, et al., 1995).

Analisis dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dapat dilakukan dengan metode kualitatif maupun kuantitatif. Analisis unsur secara kualitatif hanya memberikan informasi kandungan unsur suatu bahan yang dinyatakan dalam intensitas dengan satuan cps (count per second). Semakin besar intensitas yang muncul, maka semakin banyak kandungan unsur tersebut dalam suatu bahan. Dalam analisis secara kuantitatif, setiap puncak dari unsur yang terkandung dalam bahan tersebut mempunyai kandungan unsur dalam jumlah yang berbeda-beda. Analisis kuantitatif dilakukan menggunakan standar pembanding yang bersertifikat dengan persyaratan untuk menentukan bahan non standar yang akan dianalisis. Analisis secara kuantitatif dilakukan dengan cara mengkonversi hasil yang diperoleh dalam analisis kualitatif yang berupa intensitas dalam satuan cps menjadi satuan persen (Jenkins, et al., 1995).

2.8 Analisis XRD

Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan metode untuk mencatat difraksi sampel pirokristal. Pada analisis struktur material berbasis bahan ala mini, digunakan alat *diffractometer*. Sampel serbuk dengan permukaan rata dan mempunyai ketebalan yang cukup untuk menyerap alur sinar-X yang menuju ke atasnya. Puncak puncak difraksi yang dihasilkan dengan menggunakan alat pencacah. Umumnya menggunakan pencacah Geiger dan sintilasi. Alat XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi dan untuk mendapatkan ukuran partikel. Senyawa yang terbentuk dapat diketahui dengan menggunakan alat XRD (Warren, 1969).

2.7.1 Difraksi Sinar X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 0.2 sampai 2.5 Å (panjang gelombang cahaya tampak adalah sekitar 6000 Å). Sinar ini dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Elektron itu

mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X. Teori tentang difraksi sinar-X dikemukakan pertama kali oleh Von Laue dan dikembangkan lebih lanjut oleh W.H. Bragg. Sifat-sifat sinar-X yang dihasilkan sangat tergantung dari tegangan dan arus dari tabung, makin tinggi tegangannya semakin besar daya tembus yang dihasilkan dari sinar-X yang dihasilkan. Spektrum sinar-X yang dihasilkan mampu mempunyai intensitas, dimana *spectra* dengan intensitas melonjak yang diberi tanda K_{α} dan K_{β} dinamakan radiasi monokromatik atau radiasi karakteristik. Sinar-X yang dihasilkan dengan tegangan rendah biasanya tidak mempunyai radiasi karakteristik dan disebut radiasi putih (Warren, 1969).

Jika suatu kristal terdiri dari atom-atom yang tersusun secara teratur dan periodik dalam ruang dan jarak antar atom hampir sama dengan panjang gelombang sinar-X, maka kristal tersebut dapat berfungsi sebagai kisi-kisi yang menghamburkan cahaya. Dengan konsep ini dan mengingat bahwa sinar-X mempunyai panjang gelombang yang mendekati jarak antar atom, maka difraksi dapat terjadi kalau kristal dikenai oleh sinar-X. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan inilah yang disebut sebagai berkas difraksi (Warren, 1969).

Difraksi Sinar-X merupakan teknik yang digunakan dalam karakteristik material untuk mendapatkan informasi tentang ukuran atom dari material kristal maupun non kristal. Difraksi tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombang jauh lebih besar dari pada ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi karena sinar akan dipantulkan sedangkan jika panjang gelombangnya mendekati atau lebih kecil dari ukuran atom atau kristal maka

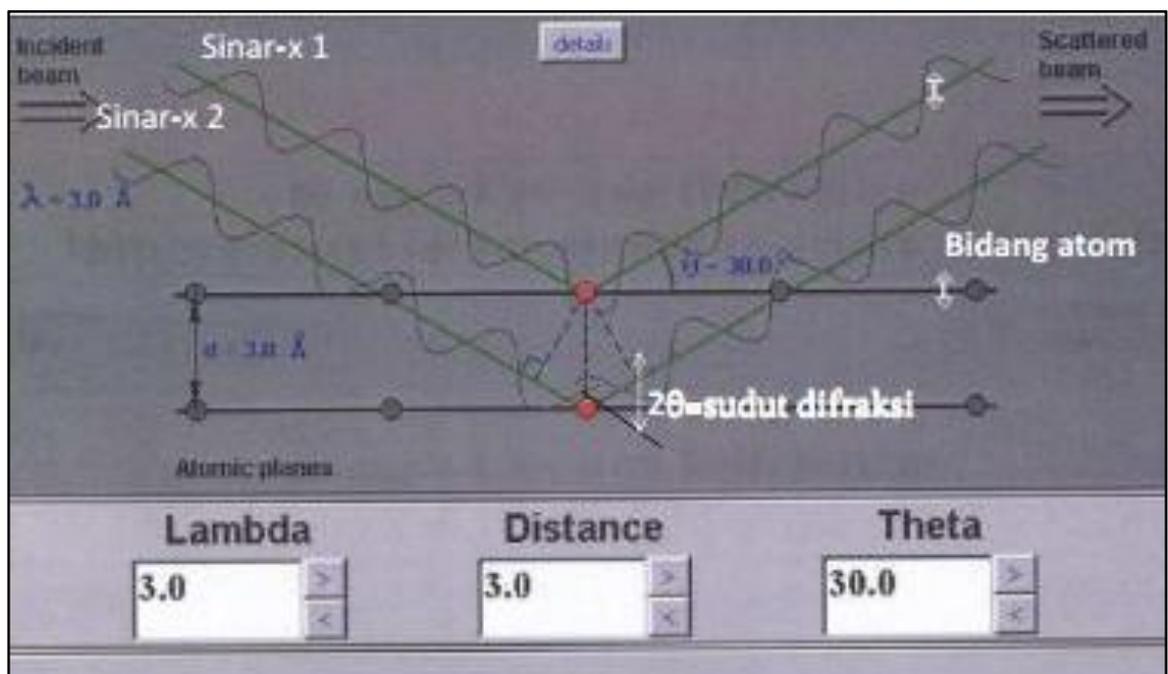
akan terjadi peristiwa difraksi. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa-fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasar persamaan Bragg (Warren, 1969).

Ketika sinar X monokromatik datang pada permukaan kristal, sinar tersebut akan dipantulkan. Akan tetapi pemantulan terjadi hanya ketika sudut datang mempunyai harga tertentu. Besarnya sudut datang tersebut tergantung dari panjang gelombang dan konstanta kisi kristal. Sehingga peristiwa tersebut dapat digunakan sebagai salah satu model untuk menjelaskan pemantulan dan interferensi. Model tersebut ditunjukkan dalam gambar difraksi, ketika kristal digambarkan sebagai bidang parallel sesuai dengan bidang orientasi atomnya. Sinar datang dipantulkan sebagian pada masing-masing bidangnya, dimana bidang tersebut berfungsi seolah-olah sebagai cermin, dan pantulan sinar-sinar kemudian terkumpul pada detektor. Karena kumpulan pantulan sinar-sinar tersebut merupakan sinar-sinar yang koheren dan ada selisih lintasan dari masing-masing pantulan bidang kristal maka akan terjadi peristiwa interferensi ketika diterima oleh *detector* (Warren, 1969).

Difraksi sinar-X dapat memberikan informasi tentang struktur polimer, termasuk tentang keadaan amorf dan kristalin polimer. Polimer dapat mengandung daerah kristalin yang secara acak bercampur dengan daerah amorf. Difraktogram sinar-X polimer kristalin menghasilkan puncak-puncak yang tajam, sedangkan polimer amorf cenderung menghasilkan puncak yang melebar (Warren, 1969). Pola hamburan sinar-X juga dapat memberikan informasi tentang konfigurasi rantai dalam kristalit, perkiraan ukuran kristalit, dan perbandingan daerah kristalin dengan daerah amorf (derajat kristalinitas) dalam sampel polimer (Jenkins, et al., 1995).

Difraksi sinar-X dapat memberikan informasi tentang struktur polimer, termasuk

tentang keadaan amorf dan kristalin polimer. Polimer dapat mengandung daerah kristalin yang secara acak bercampur dengan daerah amorf. Difraktogram sinar-X polimer kristalin menghasilkan puncak-puncak yang tajam, sedangkan polimer amorf cenderung menghasilkan puncak yang melebar (Warren, 1969). Pola hamburan sinar-X juga dapat memberikan informasi tentang konfigurasi rantai dalam kristalit, perkiraan ukuran kristalit, dan perbandingan daerah kristalin dengan daerah amorf (derajat kristalinitas) dalam sampel polimer dapat di lihat pada Gambar 2.9 (Jenkins, et al., 1995).



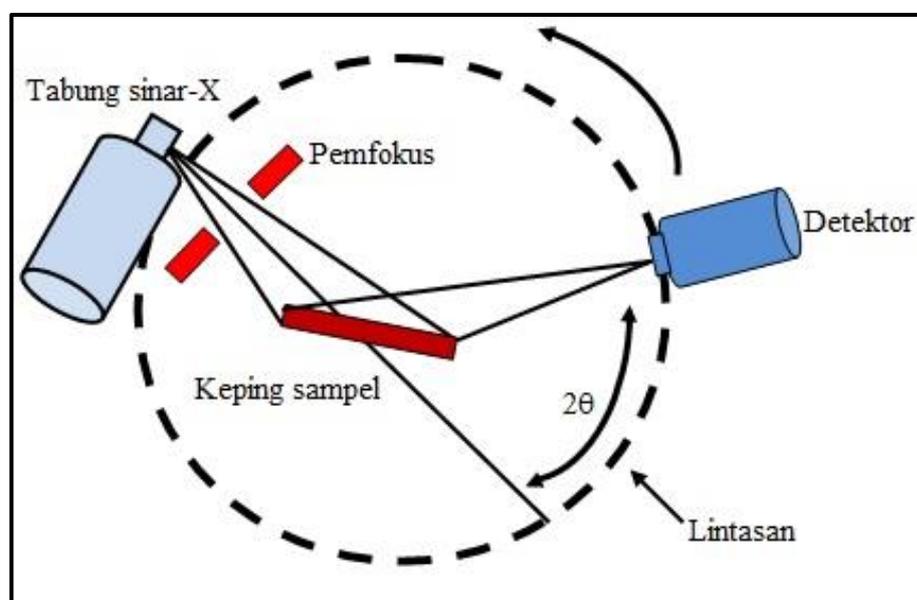
Gambar 2.10 ilustrasi hukum bragg (Guinier, 1963)

Difraksi hanya terjadi ketika Hukum Bragg memenuhi kondisi untuk interferensi konstruktif (sinar-x 1 & 2) dari bidang-bidang dengan jarak d . Keadaan ini membentuk pola interferensi yang saling menguatkan untuk sudut-sudut yang memenuhi hukum Bragg. Gejala ini dapat diamati pada grafik hubungan antara intensitas spektrum karakteristik sebagai fungsi sudut 2θ . Untuk menentukan sudut θ dalam kristal/anoda adalah sistem kristal/atom dan parameter atau arah difraksi ditentukan oleh bentuk dan ukuran sel satuannya (Guinier, 1963).

2.7.2 Skema dan Prinsip Kerja

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (X-ray powder diffraction). Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar $10^{-7} - 10^{-4}$ m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu) (Warren, 1969).

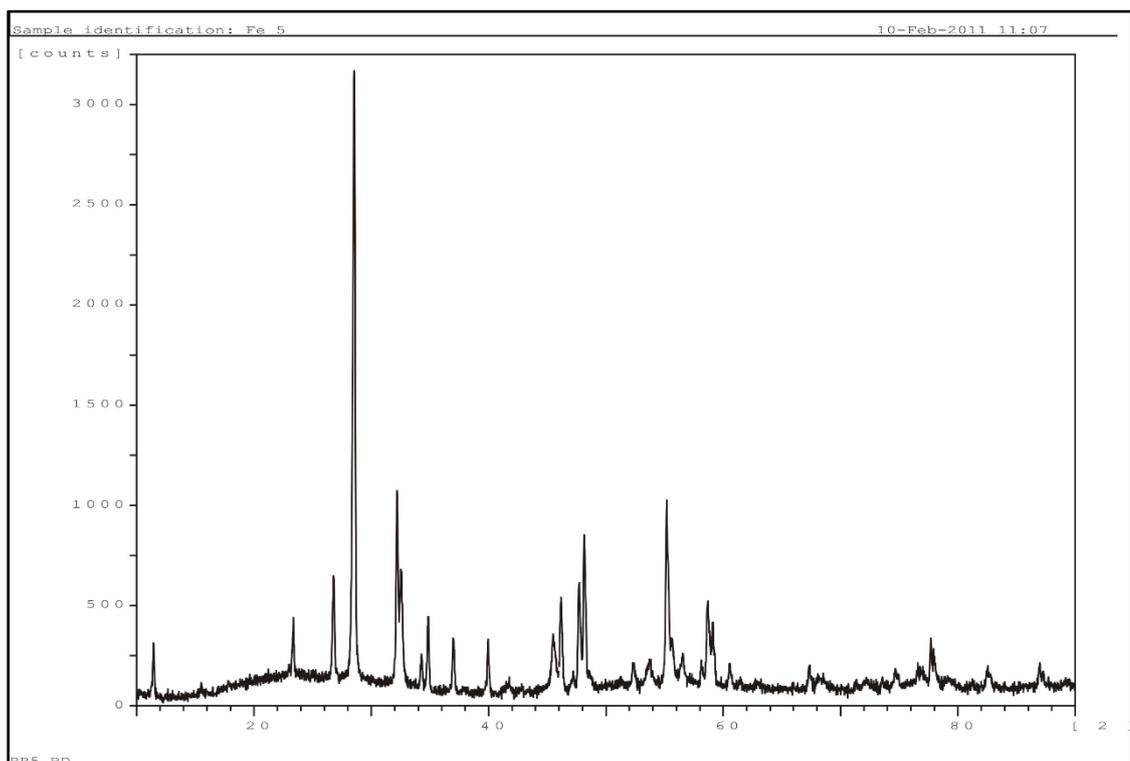
Jika sinar-X mengenai suatu bahan, maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dibandingkan dengan intensitas sinar yang datang, karena terjadi penyerapan oleh bahan dan penghamburan atom-atom dalam bahan tersebut. Berkas difraksi diperoleh dari berkas sinar-X yang saling menguatkan karena mempunyai fase yang sama. Untuk berkas sinar-X yang mempunyai fase berlawanan maka akan saling menghilangkan. Syarat yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi maka dapat dilakukan perhitungan secara matematis sesuai dengan hukum Bragg dapat dilihat pada Gambar 2.10 (Smallman & Bishop, 2000).



Gambar 2.11 Metode difraksi (Smallman & Bishop, 2000).

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam permenit sinkron, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut (Warren, 1969).

Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 2.11 (Warren, 1969).



Gambar 2.12 Pola difraksi sinar-X serbuk (Jamaluddin, 2010).

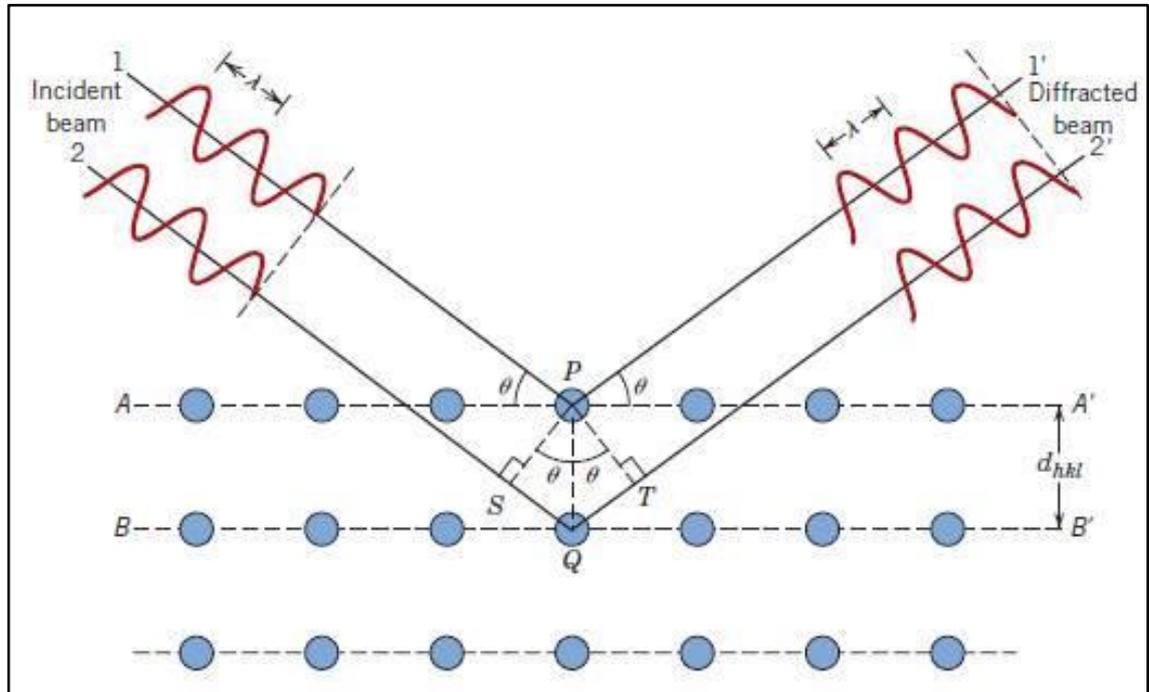
2.7.3 Metode Difraksi Sinar X

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (*X-ray powder diffraction*) seperti terlihat pada Gambar 6. Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar $10^{-7} - 10^{-4}$ m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu). Sinar-X tersebut 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 Brag (Sartono, 2006).

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik (Sartono, 2006).

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan

dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 (Warren, 1969).



Gambar 2.13 Difraksi sinar x (Warren, 1969).