

SKRIPSI

**STUDI PENINGKATAN KADAR BIJIH LIMONIT MELALUI
PROSES KALSINASI DENGAN MENGGUNAKAN BATUBARA
SEBAGAI REDUKTOR**

Disusun dan diajukan oleh

DANDY ARDIANUS

D111181324



**PROGRAM STUDI TEKNIK PERTAMBANGAN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PENINGKATAN KADAR BIJIH LIMONIT MELALUI PROSES
KALSINASI DENGAN MENGGUNAKAN BATUBARA SEBAGAI REDUKTOR**

Disusun dan diajukan oleh

DANDY ARDIANUS

D111181324

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian yang dibentuk dalam rangka Penyelesaian Studi Program Sarjana Program Studi Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin pada tanggal 7 Maret 2022 dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan.

Menyetujui,

Pembimbing Utama,



Dr. Ir. Sufriadin, S.T., M.T.
NIP. 196608172000121001

Ketua Program Studi,



Dr. Aryanti Virtanti Anas, ST.MT
NIP. 197010052008012026

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dandy Ardianus
NIM : D111181324
Program Studi : Teknik Pertambangan
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa karya tulisan saya berjudul:


STUDI PENINGKATAN KADAR BIJIH LIMONIT MELALUI PROSES KALSINASI DENGAN
MENGUNAKAN BATUBARA SEBAGAI REDUKTOR

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


Dandy Ardianus

ABSTRAK

Menurut data ESDM pada tahun 2020 sumberdaya nikel nasional Indonesia sebesar 11,7 milyar ton, sementara cadangan terkira sebesar 4,5 miliar ton. Namun, ketersediaan bijih nikel berkadar tinggi semakin berkurang, sehingga bijih nikel laterit dengan kadar rendah, yaitu limonit, berpotensi menjadi sumber bahan baku utama untuk memperoleh logam nikel di masa mendatang. Rendahnya kadar nikel pada bijih limonit menjadi kendala tersendiri dalam produksi nikel. Metode kalsinasi atau pemanasan dengan suhu tinggi merupakan proses *pre-treatment* pada sampel dengan jalur pirometalurgi. Pada penelitian ini, sampel dikalsinasi pada suhu 750 °C, 850 °C, 950 °C, 1050 °C selama 1 jam dengan penambahan batubara sebesar 5%, 10%, dan 15% sebagai reduktor. Hasil analisis menggunakan metode XRD menunjukkan komposisi mineral terdiri dari goetit, talk, kuarsa, lizardit, dan magnetit. Berdasarkan hasil analisis kimia menggunakan metode XRF menunjukkan bahwa sampel bijih limonit didominasi oleh Fe₂O₃ (56,74%) disusul SiO₂ (19,70%), Al₂O₃ (6,43%), MgO (4,05%), Cr₂O₃ (1,59%), Ni (1,43%) dan MnO (0,67%). Proses kalsinasi menyebabkan terbentuknya mineral-mineral baru pada sampel, mineral yang terbentuk pada kalsinasi suhu 750°C - 850°C yaitu hematit [Fe₂O₃], kromit [FeCr₂O₄], maghemit [Fe₂O₄], pada suhu 950°C terbentuk mineral magnetit [Fe₃O₄] dan forsterit [Mg₂SiO₄] dan pada suhu 1050°C terbentuk mineral fayalit [Fe₂SiO₄], spinel [MgAl₂O₄], dan tridymit [SiO₂]. Proses kalsinasi pada suhu 1050 °C dengan persentase batubara 15% merupakan variabel dengan peningkatan kadar Ni tertinggi dari sampel awal 1,43% menjadi 1,90% dengan persentase peningkatan 32,86%. Hal ini memungkinkan kadar Ni akan semakin meningkat pada suhu dan penambahan reduktor yang lebih tinggi.

Kata kunci : Kalsinasi, Bijih Limonit, Suhu, *X-Ray Diffraction*, *X-Ray Fluorescence*.

ABSTRACT

According to ESDM data in 2020, Indonesia's national nickel resources are 11.7 billion tons, while reserves are estimated at 4.5 billion tons. However, the availability of high grade nickel ore is decreasing, so that low grade lateritic nickel ore, namely limonite, has the potential to become the main raw material source for obtaining nickel metal in the future. The low grade of nickel limonite ore is a separate obstacle in nickel production. The calcination method or high temperature heating is a pre-treatment process for samples using the pyrometallurgical path. In this study, the samples were calcined at 750°C, 850°C, 950°C, 1050°C for 1 hour with the addition of 5%, 10% and 15% coal as a reducing agent. The results of the analysis using the XRD method showed that the mineral composition consisted of goethite, talc, quartz, lizardite, and magnetite. Based on the results of chemical analysis using the XRF method, it showed that the limonite ore sample was dominated by Fe₂O₃ (56.74%) followed by SiO₂ (19.70%), Al₂O₃ (6.43%), MgO (4.05%), Cr₂O₃ (1.59%), Ni (1.43%) and MnO (0.67%). The calcination process make the formation of new minerals in the sample, minerals formed at 750°C - 850°C calcination temperature is hematite [Fe₂O₃], chromite [FeCr₂O₄], maghemite [Fe₂O₄], at a temperature of 950°C the minerals is magnetite [Fe₃O₄] and forsterite [Mg₂SiO₄] are formed] and at 1050°C the minerals is fayalite [Fe₂SiO₄], spinel [MgAl₂O₄], and tridymite [SiO₂] are formed. The calcination process at 1050 °C with a coal percentage of 15% is variable with the highest increase in grade of nickel from the initial sample of 1.43% to 1.90% with percentage increase of 32,86%. This allows the grade of Ni increase at higher temperatures and more addition of reducing agent.

Keywords: Calcination, Limonite ore, Temperature, X-Ray Diffraction, X-Ray Fluorescence.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan yang maha Esa karena berkat, rahmat dan kasih setia-Nya yang begitu besar kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "**Studi Peningkatan Kadar Bijih Limonit Melalui Proses Kalsinasi Dengan Menggunakan Batubara Sebagai Reduktor**" ini dengan baik meskipun masih banyak kekurangan didalamnya. Penyusunan skripsi merupakan syarat untuk menyandang gelar sarjana di Departemen Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin.

Penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dari berbagai pihak sehingga tugas akhir ini dapat diselesaikan tepat pada waktunya, oleh karena itu pada kesempatan kali ini penulis menyampaikan terimakasih kepada Bapak Dr. Ir. Sufriadin, S.T., M.T. selaku kepala laboratorium Analisis dan Pengolahan Bahan Galian sekaligus dosen pembimbing yang telah meluangkan waktunya dan memberi masukan serta arahan dalam penelitian tugas akhir ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Bapak Dr. Ir. Irzal Nur, M.T, Bapak Dr. Ir. Phil.nat Sri Widodo S.T, M.T., dan Bapak Asta Arjunoarwan S.T, M.T. Selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktunya untuk mengoreksi serta mengevaluasi tugas akhir ini serta seluruh bapak/ibu dosen dan staff departemen teknik pertambangan yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Ayahanda Alm. Ardianus Paembonan dan Ibunda Alm. Susmiati selaku orangtua yang selalu saya cintai dan menjadi motivasi penulis untuk selalu berjuang, dan juga kepada kedua saudara Penulis yang selalu mendukung dan memotivasi penulis.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada seluruh mahasiswa Teknik Pertambangan terkhusus TUNNEL 2018 dan seluruh anggota PERMATA FT-UH. Juga kepada kak Akmal Saputno S.T M.T yang telah banyak membantu dalam penelitian ini masalah teknis mengenai prinsip kerja alat dan banyak memberikan masukan serta referensi yang berkaitan dengan judul penelitian tugas akhir ini.

Akhir kata, penulis mengucapkan rasa terima kasih kepada semua pihak dengan harapan semoga laporan Tugas Akhir ini dapat bermanfaat dalam pengembangan wawasan dalam bidang Pengolahan Bahan Galian. Bagi para pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini semoga amal dan kebaikan yang diberikan mendapatkan balasan yang berlimpah dari Tuhan Yang Maha Kuasa. Meskipun penyusunan skripsi ini masih memiliki kekurangan, namun penulis berharap adanya kritik dan saran yang membangun.

Gowa, Maret 2023

Dandy Ardianus

DAFTAR ISI

SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN KEASLIAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	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.....	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
1.5 Tahapan Kegiatan Penelitian.....	4
1.6 Lokasi Pengambilan Sampel.....	7
BAB II KALSINASI BIJIH LIMONIT	8
2.1 Nikel	8
2.2 Genesa Nikel Laterit.....	9
2.3 Pengolahan Bijih Nikel Laterit	13
2.4 Proses Kalsinasi pada Bijih Limonit	18

2.5	Reduktor Batubara	21
2.6	Analisis X-Ray Fluorescence (XRF).....	22
2.7	Analisis X-Ray Diffraction (XRD)	24
BAB III METODE PENELITIAN		27
3.1	Variabel Penelitian	27
3.2	Prosedur Penelitian.....	28
3.3	Pengolahan dan Analisis Data	36
3.4	Diagram Alir Penelitian.....	37
BAB IV KARAKTERISTIK BIJIH LIMONIT SETELAH KALSINASI		39
4.1	Karakteristik Sampel Awal Bijih Limonit.....	39
4.2	Berat <i>Loss</i> Sampel Bijih Limonit setelah Pemanasan.....	44
4.3	Karakteristik Bijih Limonit setelah Pemanasan	46
4.4	Komposisi Kimia Bijih Limonit setelah Pemanasan	53
BAB V KESIMPULAN.....		60
5.1	Kesimpulan.....	60
5.2	Saran	61

DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Peta lokasi pengambilan sampel	7
2.1 Distribusi cadangan nikel dunia	9
2.2 Pembentukan Endapan Nikel.....	11
2.3 Lapisan ideal laterit daerah tropis dialam dan pengolahannya.....	14
2.4 Diagram alir proses pengolahan bijih Ni laterit	15
2.5 Hubungan antara energi dan ikatan struktur.....	20
2.6 Skema kerja alat XRF	22
2.7 Skema difraksi sinar-X.....	25
3.1 Pengeringan sampel.....	29
3.2 Quartering sampel	29
3.3 Reduksi ukuran sampel.....	30
3.4 Pengayakan sampel	31
3.5 Penimbangan sampel	32
3.6 Pemanasan sampel dengan Muffle Furnace tipe Yamato FO310	33
3.7 Alat XRD tipe Shimadzu, Maxima-X 7000	34
3.8 Alat mikroskop Nikon Eclipse LV-100 POL.....	35
3.9 Alat XRF tipe Bruker X-Ray S2 Puma	36
3.10 Diagram alir penelitian.....	38
4.1 Hasil analisis XRD sampel awal bijih limonit	39
4.2 Kenampakan mikroskopis sampel awal bijih nikel laterit.....	42
4.3 Pengaruh variasi suhu dan penambahan reduktor batubara terhadap persentase berat loss sampel	46

4.4 Difraktogram perubahan fasa mineral hasil analisis XRD dengan penambahan reduktor 5%	47
4.5 Difraktogram perubahan fasa mineral hasil analisis XRD dengan penambahan reduktor 10%.....	49
4.6 Difraktogram perubahan fasa mineral hasil analisis XRD dengan penambahan reduktor 15%.....	51
4.7 Pengaruh variasi suhu dan penambahan reduktor batubara terhadap kadar Ni.	56
4.8 Pengaruh variasi suhu dan penambahan reduktor batubara terhadap kadar Fe.....	57
4.9 Kenampakan mikroskopis sampel kalsinasi bijih nikel laterit	58

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Komposisi mineral sampel awal bijih limonit.....	40
4.2 Hasil analisis awal komposisi kimia bijih	43
4.3 Hasil analisis proksimat dari batubara	44
4.4 Distribusi berat sampel setelah kalsinasi.....	45
4.5 Mineral yang terbentuk pada pemanasan dengan penambahan reduktor 5%	47
4.6 Mineral yang terbentuk pada pemanasan dengan penambahan reduktor 10% ..	48
4.7 Mineral yang terbentuk pada pemanasan dengan penambahan reduktor 15% ..	51
4.8 Komposisi kimia bijih limonit sebelum dan setelah pemanasan pada variasi suhu dengan penambahan reduktor batubara 5%	52
4.9 Komposisi kimia bijih limonit sebelum dan setelah pemanasan pada variasi suhu dengan penambahan reduktor batubara 10%	54
4.10 Komposisi kimia bijih limonit sebelum dan setelah pemanasan pada variasi suhu dengan penambahan reduktor batubara 15%	55

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Hasil Analisis XRD	66
B. Hasil Analisis XRF	83
C. Hasil Analisis Mikroskopis.....	85
D. Kartu Kontrol Tugas Akhir.....	90

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nikel laterit merupakan material yang berasal dari regolith (lapisan yang merupakan hasil pelapukan batuan yang menyelimuti suatu batuan dasar) yang berasal dari batuan beku ultrabasa yang mengandung unsur Ni dan Co. Regolith biasanya terbentuk melalui proses pelapukan fisik dan kimia yang intensif pada daerah dengan iklim tropis-subtropis. Proses pembentukan endapan nikel laterit dimulai dari pengendapan batuan induknya yaitu Peridotit yang memiliki komposisi berat nikel berkisar antara 0,2% - 0,4% (Kyle, 2010)

Menurut data ESDM pada tahun 2020 sumberdaya nikel nasional Indonesia sebesar 11,7 milyar ton, sementara cadangan terkira sebesar 4,5 miliar ton. Namun, ketersediaan bijih nikel berkadar tinggi semakin berkurang, sehingga bijih nikel laterit dengan kadar rendah, yaitu limonit, berpotensi menjadi sumber bahan baku utama untuk memperoleh logam nikel di masa mendatang. Rendahnya kadar nikel pada bijih limonit menjadi kendala tersendiri dalam produksi nikel. Metode kalsinasi atau pemanasan dengan suhu tinggi merupakan proses *pre-treatment* pada sampel dengan jalur pirometalurgi (Setiawan, 2016)

Pengolahan bijih nikel laterit untuk mendapatkan logam nikel dapat dilakukan melalui dua proses ekstraksi yaitu proses hidrometalurgi dan pirometalurgi. Proses hidrometalurgi cocok digunakan untuk mengolah bijih limonit sedangkan proses pirometalurgi cocok untuk mengolah bijih saprolit. Pengolahan dan pemanfaatan bijih limonit secara pirometalurgi telah banyak dilakukan untuk memproduksi *ferronickel* dan *nickel matte* ataupun dalam peleburan baja *stainless*, akan tetapi masih banyak masalah yang perlu dipelajari untuk diketahui. Pengetahuan mineral pembawa nikel dalam bijih

limonit dan perilakunya terhadap suhu tinggi adalah penting untuk mengembangkan proses pra-reduksi yang disebut dengan kalsinasi (Pournaderi, 2014; Setiawan, 2016)

Proses pemanasan bijih limonit telah dilakukan oleh Prasetyo (2011) dengan mempelajari fasa yang terbentuk dan mineralogi pada bijih limonit setelah pemanasan sampai 1000°C. Fasa forsterit terbentuk pada pemanasan 600°C dan morfologi bijih limonit setelah pemanasan terlihat semakin tinggi temperatur maka penampakan permukaan morfologi hasil SEM akan semakin terbentuk rongga rongga yang semakin besar. Studi tentang karakteristik nikel laterit Indonesia pada pemanasan dari 600°C sampai dengan 1000°C sebagai dasar untuk proses reduksi, fenomena yang terjadi bila bijih nikel laterit asal Colombia dipanaskan sampai 1300°C, sehingga dapat menyediakan informasi dalam peningkatan kadar pada proses reduksi (Bunjaku, et al., 2010; Setiawan, 2016)

Peningkatan perolehan nikel dengan cara kalsinasi atau pemanasan dengan suhu yang tinggi bertujuan untuk mengubah fasa mineral sehingga diharapkan bahwa pemanasan pada sampel dapat meningkatkan perolehan nikel. Secara umum, tahapan yang dilakukan meliputi pengeringan bahan baku, preparasi, kalsinasi/reduksi Berdasarkan penjelasan diatas, Pada penelitian ini akan dilakukan percobaan peningkatan kadar Ni dari bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit dengan waktu tetap dengan variasi suhu reduksi, dan jumlah reduktor. Penelitian ini kemudian diharapkan dapat menjadi rujukan dan mendukung pertumbuhan industri hilir di dalam negeri terutama pada pengolahan dan pemanfaatan bijih limonit.

1.2 Rumusan Masalah

Kadar Ni yang relatif rendah pada bijih limonit menjadi salah satu kendala dalam proses pengolahan dan pemanfaatan bijih limonit, begitu pula dengan bijih limonit Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara sehingga

metode kalsinasi dilakukan agar dapat mengurangi kandungan air serta mengubah fasa mineral dengan tujuan meningkatkan kadar dari sampel bijih limonit . Penelitian ini akan mempelajari pengaruh kalsinasi terhadap komposisi mineral dan kimia dari bijih limonit yang terdapat di Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara.

Melihat kondisi pengolahan nikel saat ini maka hal yang menjadi rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakteristik mineralogi dan kimia dari bijih limonit yang digunakan pada penelitian ini, serta bagaimana pengaruh kalsinasi terhadap perolehan Ni dengan menggunakan batubara sebagai reduktor.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, tujuan dilakukannya penelitian ini sebagai berikut:

1. Mengetahui komposisi mineral dan kimia bijih limonit Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara.
2. Mengetahui pengaruh kalsinasi terhadap transformasi mineral bijih limonit Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara.
3. Menganalisis pengaruh variasi suhu dan penambahan reduktor batubara terhadap kadar bijih limonit Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan yang lebih luas tentang bagaimana Peningkatan perolehan nikel dengan cara kalsinasi atau pemanasan dengan suhu yang tinggi bertujuan untuk mengubah fasa mineral sehingga diharapkan bahwa pemanasan pada sampel dapat meningkatkan perolehan nikel, serta dapat menjadi

acuan dalam pengolahan bijih nikel kadar rendah sebagai bahan baku dalam pembuatan feronikel.

1.5 Tahapan Kegiatan Penelitian

Tahapan-tahapan yang dilakukan pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Persiapan

Tahapan persiapan merupakan tahapan yang berisi kegiatan pendahuluan sebelum dilakukannya penelitian. Tahapan ini terbagi ke dalam beberapa tahapan yang lebih rinci, antara lain:

a. Perumusan Masalah

Perumusan masalah dimaksudkan untuk mengetahui masalah apa yang akan diangkat dalam penelitian. Dalam hal ini, perumusan masalah akan membantu dalam kegiatan pengambilan data agar lebih terkontrol.

b. Administrasi

Pengurusan administrasi merupakan pengurusan segala bentuk perizinan kegiatan penelitian kepada pihak-pihak terkait baik dari tingkat Departemen Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin.

2. Studi Literatur

Studi literatur dilakukan dengan mengkaji buku-buku teks, jurnal dan laporan yang sudah ada mengenai penelitian yang mendukung dalam penelitian, termasuk informasi yang didapatkan dari media internet atau melalui *website* resmi dari perusahaan yang menjadi tempat penelitian sebagai acuan atau teori dasar dalam melakukan penelitian. Studi literatur terkait penelitian ini mengenai nikel laterit, pengolahan nikel laterit, *atmospheric leaching*, analisis *atomic absorption spectrophotometer*, dan *X-Ray Diffraction*

3. Kegiatan Pengumpulan Data

Tahap pengambilan data terdiri dari:

a. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel bijih limonit dilakukan di PT. IFISHDECO Tbk, Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Provinsi Sulawesi Tenggara.

b. Preparasi Sampel.

Preparasi sampel bijih limonit dilakukan di Laboratorium Pengolahan Bahan Galian, Departemen Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin. Tahapan yang dilakukan dalam proses ini berupa:

a) Pengeringan sampel

Sampel bijih limonit di alam biasanya masih memiliki kandungan air saat dilakuakn pengambilan sampel. Pengeringan dilakukan bertujuan untuk mengeringkan sampel yang masih basah dari lokasi pengambilan sampel pada suhu kamar.

b) *Blending dan Quartering*

Blending dilakukan untuk membuat sampel homogen karena sampel berasal dari tiga lokasi pengambilan sampel. Sampel dari ketiga lokasi pengabilan sampel dicampur menggunakan sendok. *Quartering* merupakan tahapan untuk mengurangi jumlah sampel dengan membentuk tumpukan yang tersebar dalam suatu bidang datar kemudian dibagi menjadi empat bagian. Sepasang bagian yang bersebrangan diambil sebagai sampel kemudian sisanya akan menjadi sampel cadangan.

c) Reduksi ukuran

Reduksi ukuran dilakukan untuk melepaskan mineral berharga dari pengotornya. Reduksi ukuran juga bertujuan untuk memperbesar luas permukaan dari sampel, sehingga dapat mempercepat laju reaksi dan mempermudah pemisahan dengan *magnetic separator*. Reduksi ukuran dilakukan menggunakan agate mortar.

d) Pengayakan

Sampel yang telah direduksi ukurannya kemudian dilakukan proses pengayakan. Proses ini dilakukan untuk mendapatkan ukuran sampel yang homogen. Pada penelitian ini menggunakan ayakan dengan ukuran 200 mesh untuk analisis dengan XRD dan XRF.

c. Analisis Sampel Awal.

Metode yang digunakan untuk menganalisis sampel adalah analisis Mikroskopis dan XRD untuk mengidentifikasi kandungan kimia yang terdapat pada bijih limonit, dan juga analisis XRF untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang terdapat pada bijih limonit.

d. Proses reduksi bijih limonit

Reduksi bijih limonit dilakukan Proses kalsinasi dengan menggunakan batubara sebagai reduktor. Pada percobaan ini temperatur yang digunakan bervariasi yaitu 750 °C, 850 °C, 950 °C, dan 1.050 °C selama 1 jam menggunakan *furnace* dengan penambahan reduktor sebesar 5%, 10% dan 15%.

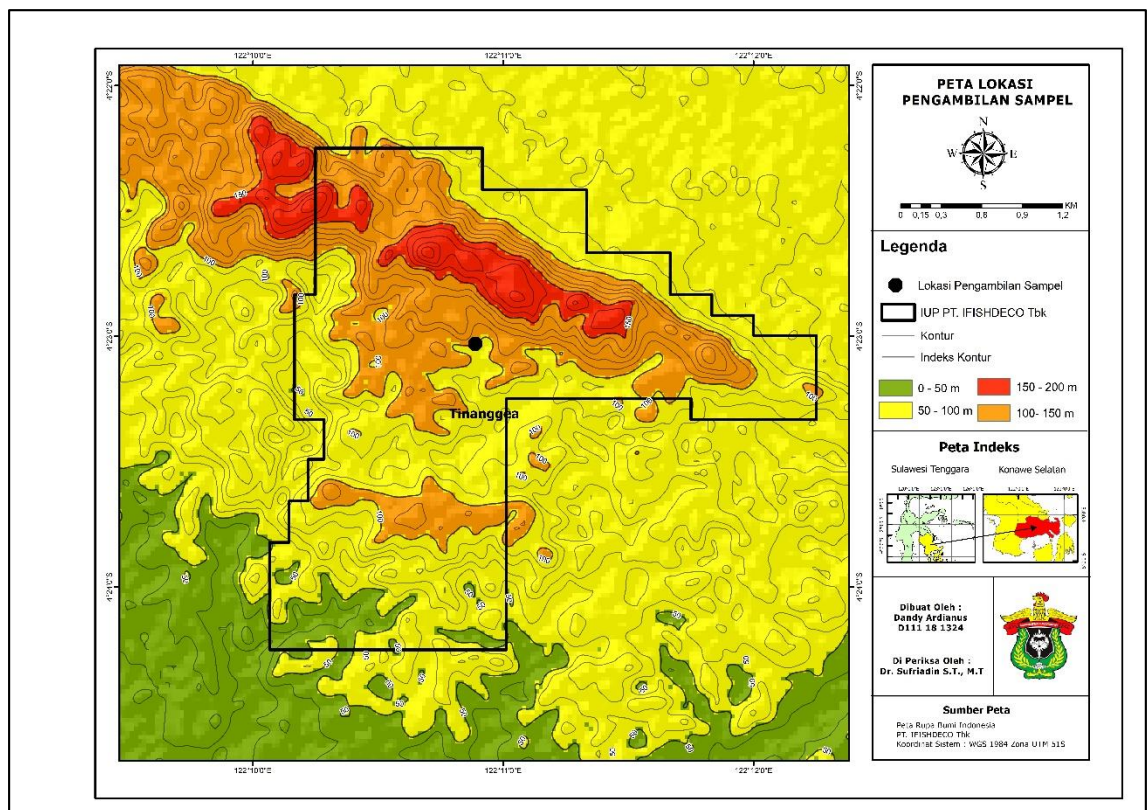
4. Tahapan Pengolahan dan Interpretasi Data.

Tahapan pengolahan dan interpretasi data dilakukan sebelum penyusunan laporan. Data yang diolah merupakan data hasil analisis Mikroskopis, XRD dan XRF untuk melihat perolehan nikel serta karakteristik mineralogi bijih nikel

sebelum dan setelah dilakukan kalsinasi. Hal ini bertujuan untuk melihat perubahan fasa mineral dan perubahan kadar pada bijih limonit.

1.6 Lokasi Pengambilan Sampel

Lokasi pengambilan sampel berada di wilayah IUP PT. IFISHDECO yang terletak di Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Sulawesi Tenggara. Lokasi pengambilan sampel diperlihatkan pada Gambar 1.1



Gambar 1.1 Peta lokasi pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan dengan metode sampling keliling pada salah satu domeyang ada di lokasi front penambangan wilayah IUP PT. IFISHDECO seperti yang ditunjukkan pada peta diatas. Lokasi sampling terletak pada titik koordinat yang secara geografis dibatasi oleh titik koordinat S 04°23'49" dan E 122°41'34".

BAB II

KALSINASI BIJIH LIMONIT

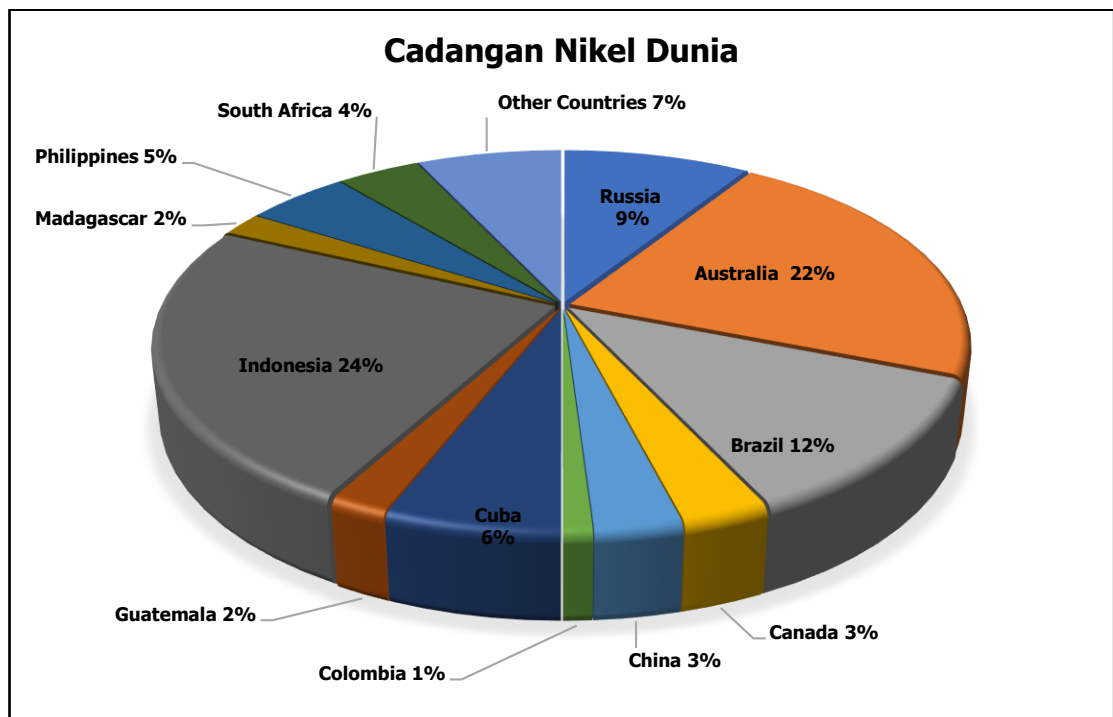
2.1 Nikel

Nikel (Ni) merupakan logam berwarna putih keperakan yang keras dan tahan korosi. Logam ini termasuk material yang cukup reaktif terhadap asam dan lambat bereaksi terhadap udara pada suhu dan tekanan normal. Logam ini termasuk material yang cukup stabil dan tidak dapat bereaksi terhadap oksida, sehingga sering digunakan sebagai koin dan pelapis dalam bentuk paduan. Dalam dunia industri, nikel adalah salah satu logam yang paling penting dan memiliki banyak aplikasi; 62% dari logam nikel digunakan untuk memproduksi baja tahan karat, 13% sebagai *superalloy* dan paduan tanpa besi karena sifatnya yang tahan korosi dan suhu tinggi (Astuti, et al., 2012)

Deposit nikel di dunia dapat diklasifikasikan dalam dua kelompok, yaitu bijih sulfide dan bijih laterit (oksida dan silikat). 72% cadangan nikel dunia merupakan nikel laterit dan baru 42% dari cadangan tersebut yang diproduksi (Dalvi, et al., 2004). Meskipun 72% dari tambang nikel berbasis bijih laterit, 60% dari produksi primer nikel berasal dari bijih sulfida. Bijih nikel laterit banyak ditemukan di belahan bumi yang memiliki iklim tropis atau subtropis yang terdiri dari hasil pelapukan batuan ultramafik yang mengandung zat besi dan magnesium kadar tinggi. Deposit laterit berkadar antara 1,0-1,5% Ni dengan rata-rata kadar nikel 0,6-1,5% dengan tonase yang jauh lebih besar (Superiadi, 2007; Yildirim, et al., 2012) .

Indonesia merupakan produsen nikel terbesar di dunia. Potensi deposit bijih nikel Indonesia mencapai 2,1 milyar ton atau sekitar 24% dari total sumber daya nikel di dunia (Gambar 2.1) dengan kandungan nikel rata-rata 1,57%. Bijih nikel Indonesia bersifat lateritik yang tersebar di Sulawesi Selatan, Sulawesi Tenggara dan Halmahera. Negara-

negara yang memiliki cadangan bijih nikel laterit yang besar diantaranya adalah Indonesia, Australia, dan Brazil. Indonesia sebagai pemilik cadangan nikel laterit yang terbesar seharusnya dapat menjadi produsen material yang berbasis nikel seperti baja tahan karat dan baja paduan nikel lainnya (McRae, 2019).



Gambar 2.2 Distribusi cadangan nikel dunia (McRae, 2019).

2.2 Genesis Nikel Laterit

Nikel diperoleh dari endapan yang terbentuk akibat proses oksida dan pelapukan batuan ultramafik yang mengandung nikel 0,2-0,4%. Jenis-jenis mineral tersebut antara olivin, piroksin dan amfibol. Bahan galian ini banyak ditemukan pada daerah tropis, dikarenakan curah hujan yang mendukung terjadinya pelapukan, selain topografi, drainase, tenaga tektonik dan struktur geologi. Endapan ini merupakan bijih yang dihasilkan dari proses oksidasi dan pelapukan batuan ultrabasa yang ada diatas permukaan bumi. Pelapukan yang ekstrim akan melarutkan semua elemen dalam batuan tersebut. Pelapukan yang ekstrim akan melarutkan semua elemen dalam bantuan

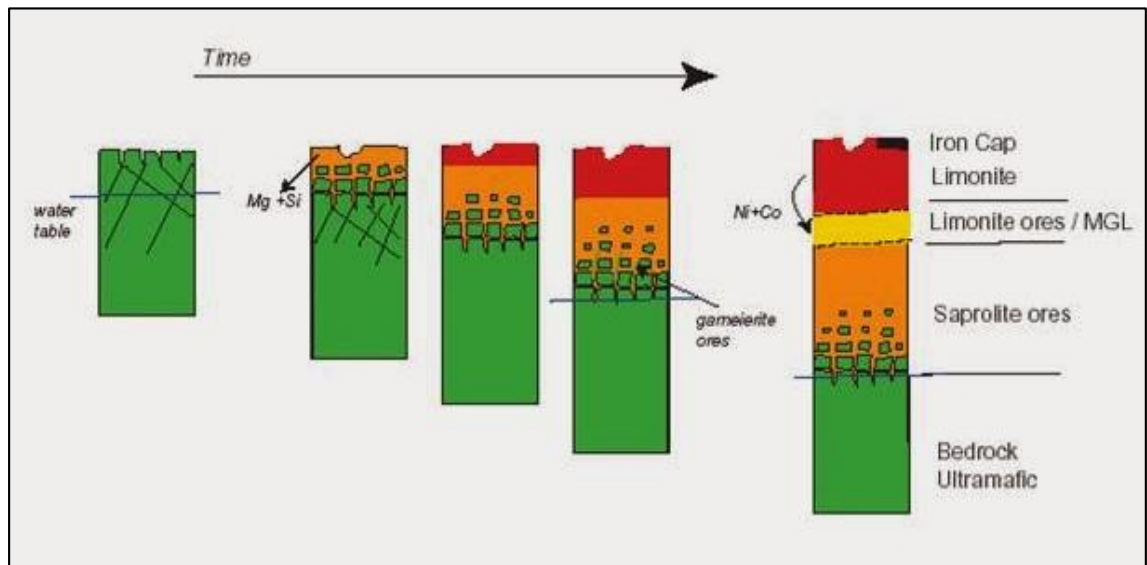
tersebut. Material pelapukan tersebut hanya menyisakan rata-rata 5% Ni dan 0,06% Co (Freysinnet, et al., 2005).

Proses pelapukan dimulai pada batuan ultramafik (peridotit, dunit, serpentinit), dimana batuan ini banyak mengandung mineral olivin, piroksen, magnesium silikat dan besi silikat, yang pada umumnya mengandung 0,30 % nikel. Batuan tersebut sangat mudah dipengaruhi oleh pelapukan lateritik. Proses laterisasi adalah proses pencucian pada mineral yang mudah larut dan silika dari profil laterit pada lingkungan yang bersifat asam, hangat dan lembab serta membentuk konsentrasi endapan hasil pengkayaan proses laterisasi pada unsur Fe, Cr, Al, Ni dan Co (Boldt, 1967).

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 olivine 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 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 limonit. Dalam satu penampang vertikal profil laterit dapat terbentuk zona pengayaan lebih dari satu karena muka air tanah yang selalu berubah-ubah akibat perubahan musim (Sutisna, et al., 2006).

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 limonit.

Bijih nikel tidak hanya berasosiasi dengan garnierit, tapi Ni juga dapat mensubstitusi Fe dan Mg pada mineral silikat, khususnya serpentin. Komposisi kimia dari mineral-mineral mafik (termasuk olivin) yang mengandung Ni dan Cr misalnya pada endapan Ni-laterit Soroako, Sulawesi Selatan. Pembentukan endapan nikel dapat dilihat pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Pembentukan Endapan Nikel (Kadariusman, et al., 2004)

Faktor-faktor utama pembentukan endapan nikel dipengaruhi oleh beberapa hal sebagai berikut (Isjudarto, 2015):

a. Batuan Asal

Batuan asal merupakan syarat utama untuk terbentuknya endapan nikel laterit, macam 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.

b. Iklim

Adanya pergantian musim kemarau dan musim penghujan dimana terjadi kenaikan dan penurunan permukaan air tanah juga dapat menyebabkan

terjadinya proses pemisahan dan akumulasi unsur-unsur. Perbedaan temperatur yang cukup besar akan membantu terjadinya pelapukan mekanis, dimana akan terjadi rekahan-rekahan dalam batuan yang akan mempermudah proses atau reaksi kimia pada batuan.

c. Reagen-reagen kimia dan vegetasi

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 dan 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. Selain itu, vegetasi dapat berfungsi untuk menjaga hasil pelapukan terhadap erosi mekanis.

d. Struktur

Struktur yang sangat dominan 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.

e. Topografi

Tempat akan sangat mempengaruhi sirkulasi air beserta reagen-reagen lain. Untuk daerah yang landai, maka air akan bergerak perlahan-lahan sehingga akan mempunyai kesempatan untuk mengadakan penetrasi lebih dalam melalui

rekahan-rekahan atau pori-pori batuan. Akumulasi endapan umumnya terdapat pada daerah-daerah yang landai sampai kemiringan sedang, hal ini menerangkan bahwa ketebalan pelapukan mengikuti bentuk topografi. Pada daerah yang curam, secara teoritis, jumlah air yang meluncur lebih banyak daripada air yang meresap ini dapat menyebabkan pelapukan kurang intensif.

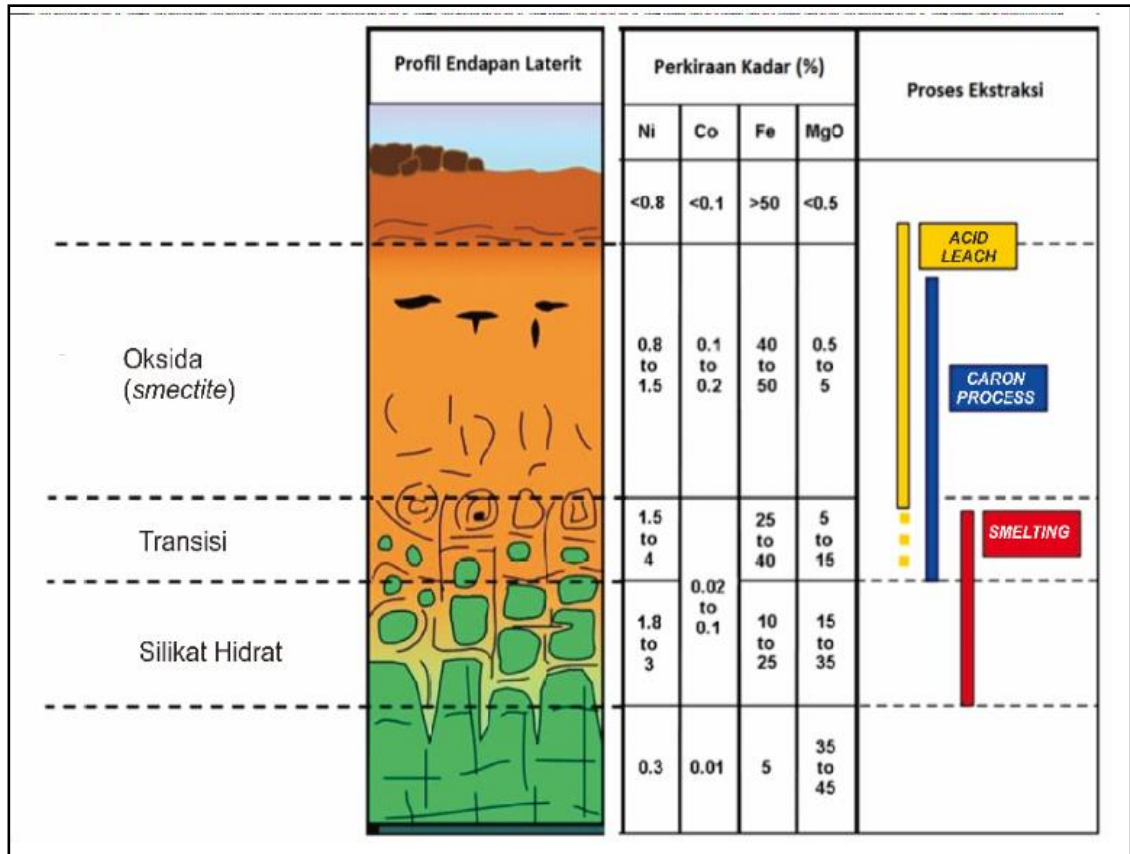
f. Waktu

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

2.3 Pengolahan Bijih Nikel Laterit

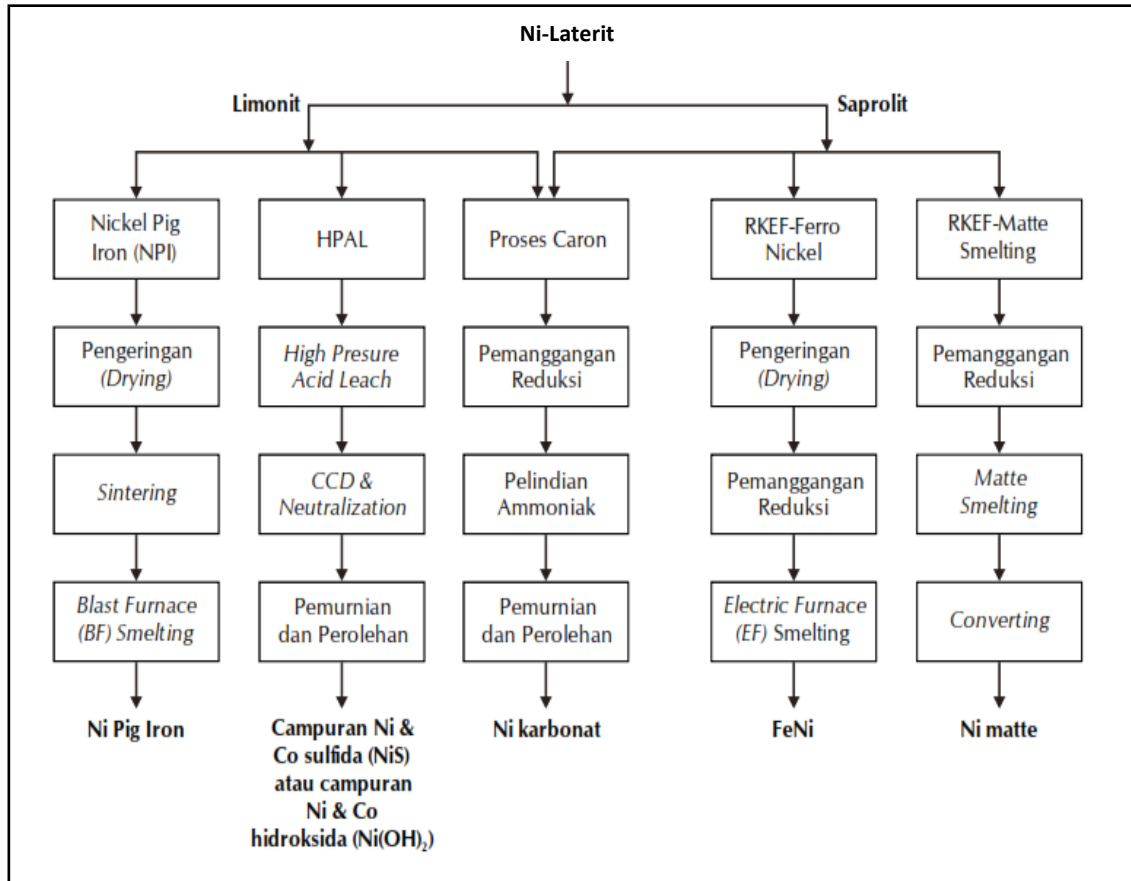
Saat ini terdapat dua proses untuk mengekstrak Ni dari bijih laterit, yaitu proses hidrometalurgi dan pirometalurgi. Proses hidrometalurgi (*leaching*) menghasilkan Ni dan Co sedangkan proses pirometalurgi menghasilkan produk berupa *ferronickel* dan *nickel matte*. Produksi ferronikel dari bijih laterit secara pirometalurgi memerlukan energi lebih tinggi dibanding hidrometalurgi, karena pada prakteknya bijih laterit atau bijih pra-reduksi langsung dilebur untuk menghasilkan sejumlah kecil produk feronikel dan sejumlah besar slag. Untuk bijih laterit kandungan nikel minimum yang menguntungkan untuk diolah secara pirometalurgi adalah 1,8%, padahal lebih dari 50% cadangan nikel laterit mempunyai kandungan < 1,45%. Pertimbangan utama dalam pirometalurgi adalah kebutuhan energi dan kualitas bijih (Butt, 2007).

Pemilihan proses pengolahan bijih nikel laterit umumnya didasarkan pada sifat karakteristik mineralogi dan komposisi kimia dari bijih. Pengolahan logam nikel dari endapan nikel laterit terdiri atas beberapa jalur pengolahan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1



Gambar 2.3 Lapisan ideal laterit daerah tropis dan pengolahannya (Butt, 2007).

Pemilihan proses dalam mengolah nikel laterit dipengaruhi oleh karakteristik atau komposisi dari endapan. Pengolahan jalur hidrometalurgi dapat mengolah bijih nikel laterit dengan kadar nikel dibawah 1,5%-2% sedangkan jalur pirometalurgi dapat mengolah bijih dengan kadar nikel 1,8%-3%. Metode pirometalurgi digunakan untuk mengolah nikel dari nikel endapan laterit zona limonit yang memiliki kadar Ni dan MgO yang rendah. Nikel dengan kadar MgO yang tinggi kurang cocok diolah dengan menggunakan metode hidrometalurgi karena dapat meningkatkan konsumsi asam yang diperlukan saat melakukan proses ekstraksi (Prasetyo, 2011). Diagram pengolahan nikel laterit diperlihatkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.4 Diagram alir proses pengolahan bijih Ni laterit (Rodrigues, 2013).

2.3.1 Pirometalurgi

Metode ekstraksi Pirometalurgi melibatkan beberapa proses seperti: *roasting*, pengurangan karbothermik, reduksi bijih sulfida, dan reduksi *metallothermic*. Pemilihan proses yang akan digunakan terutama tergantung pada komposisi bijih atau konsentrat dan termodinamika, kinetik, dan kendala lingkungan yang terkait dengan setiap proses. Produksi feronikel dari bijih laterit memerlukan energi tinggi, karena bijih laterit atau bijih pra-reduksi umumnya langsung dilebur untuk menghasilkan sejumlah kecil produk feronikel dan sejumlah besar slag serta FeNi *smelter* yang biasa beroperasi pada suhu sekitar 1350-1400°C (Setiawan, 2016).

Proses pirometalurgi bijih laterit secara komersial saat ini secara garis besar terdiri atas (Setiawan, 2016):

1. *Rotary Kiln Electric Furnace (RKEF)*

Proses RKEF banyak digunakan untuk menghasilkan *ferronickel* dan *nickel matte*. Proses ini diawali dengan pengeringan kandungan *moisture* hingga 45% melalui proses *pretreatment*. Pada proses tersebut, bijih laterit dikeringkan dengan *rotary dryer* pada temperatur 250 °C hingga kandungan *moisture*-nya mencapai 15-20%. Produk dari *rotary dryer* selanjutnya masuk ke tahap kalsinasi (pra-reduksi) menggunakan *rotary kiln* pada suhu 800-900 °C. Proses ini yang paling umum digunakan dalam industri nikel saat ini, karena tahapan proses dianggap lebih sederhana dan dapat diaplikasikan terhadap bijih dari berbagai lokasi.

2. *Nippon Yakin Oheyama Process*

Nippon Yakin Oheyama Process merupakan proses reduksi langsung *garnierite ore* yang menghasilkan *ferronickel* dalam suatu *rotary kiln*. Proses ini mempunyai energi yang relatif rendah dalam pembuatan *ferronickel*, karena tidak membutuhkan energi yang tinggi pada proses pemisahan *ferronickel* dari pengotornya.

Proses *pyrometallurgy* menghasilkan produk berupa *ferronickel* (Fe-Ni) dan *nickel matte*. Proses pengolahan bijih nikel laterit menjadi *ferronickel* terdiri dari beberapa proses (dapat dilihat pada Gambar 2.4), yaitu dimulai dengan *dewatering* (pengeringan), kalsinasi, reduksi, dan *refining* (Crundwell, et al., 2011)

1. *Dewatering*

Dewatering adalah tahap pertama dalam pengolahan bijih nikel laterit. *Dewatering* bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam bijih menggunakan alat mekanis. *Dewatering* biasanya dilakukan dalam *kiln* berputar, dimana kelembaban bijih kering setelah proses ini sekitar 22%. Bijih kering yang sudah dikeringkan bisa dikirim langsung ke *kiln* kalsinasi atau dikirim ke pabrik penghancuran dan penyaringan kemudian dikirim ke *kiln* kalsinasi.

2. Kalsinasi

Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang terikat secara kimia dalam bijih kering, untuk menghindari terjadinya ledakan dalam *kiln* ketika peleburan. *Kiln* yang digunakan dalam proses kalsinasi biasanya lebih besar dari *kiln* yang digunakan pada tahap *dewatering*. Suhu yang digunakan pada proses kalsinasi cukup tinggi sampai 900°C. *Kiln* dipanaskan menggunakan batubara, bahan bakar minyak dan gas bumi.

3. Reduksi

Reduksi bertujuan untuk menghilangkan oksigen dari nikel dan besi oksida dalam kalsin. Proses reduksi yaitu dengan menambahkan reduktan yang memiliki unsur karbon, seperti batubara, arang kayu dan lain-lain.

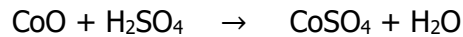
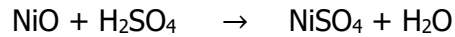
4. Refining

Refining bertujuan untuk menghilangkan pengotor seperti sulfur dan fosfor dalam *ferronickel* cair

2.3.2 Hidrometalurgi

Hidrometalurgi merupakan salah satu teknik dalam ekstraksi logam menggunakan larutan kimia untuk menangkap atau melarutkan logam yang kemudian akan diendapkan (Kyle, 2010).

Proses hidrometalurgi terdiri atas tiga metode, yaitu *tank leaching*, *heap leaching*, dan *high pressure acid leaching* (Crundwell, et al., 2011). *Tank leaching* menggunakan pengaduk dan reagen untuk memulai reaksi. *Heap leaching* adalah proses yang sangat lambat, dimana asam tersebar setetes demi setetes di atas tumpukan, perlahan-lahan mengalir ke bawah. *High pressure acid leaching* menerima umpan yang tidak rata, dipanaskan hingga suhu 225°C-270°C dan dicampur dengan asam sulfat pekat panas di dalam empat autoklaf berlapis titanium. Nikel dan Kobalt dilarutkan ke dalam larutan. Reaksi yang terjadi seperti terlihat dibawah (Stopic & Friedrich, 2016).



Proses *high pressure acid leaching* (HPAL) dan Proses *atmospheric leaching* merupakan metode dari proses hidrometalurgi. Proses *atmospheric leaching* lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan proses *high pressure acid leaching*. Hal ini dikarenakan kebutuhan energi dalam *atmospheric leaching* relatif rendah, sehingga biaya operasional proses ini jauh lebih rendah (Kyle, 2010).

Proses HPAL merupakan proses ekstraksi yang awalnya dikembangkan oleh Sheritt Gordon Canada untuk mengolah limonit murni yang jumlahnya berlimpah di Pinares de Mayari Cuba. Diagram alir pengolahan nikel di Moa Bay dapat dilihat pada gambar 8. HPAL merupakan proses metode ekstraksi hidrometalurgi yang sudah dapat digunakan secara komersial. Biaya pembangunan HPAL dan proses caron sama-sama mahal tapi memiliki tingkat perolehan yang berbeda dimana HPAL memiliki perolehan nikel (Ni>90%) dan kobalt (Co>90%) sedangkan proses caron memiliki perolehan nikel (Ni:70%-80%) dan kobalt (Co±50%) (Prasetyo, 2011).

2.4 Proses Kalsinasi pada Bijih Limonit

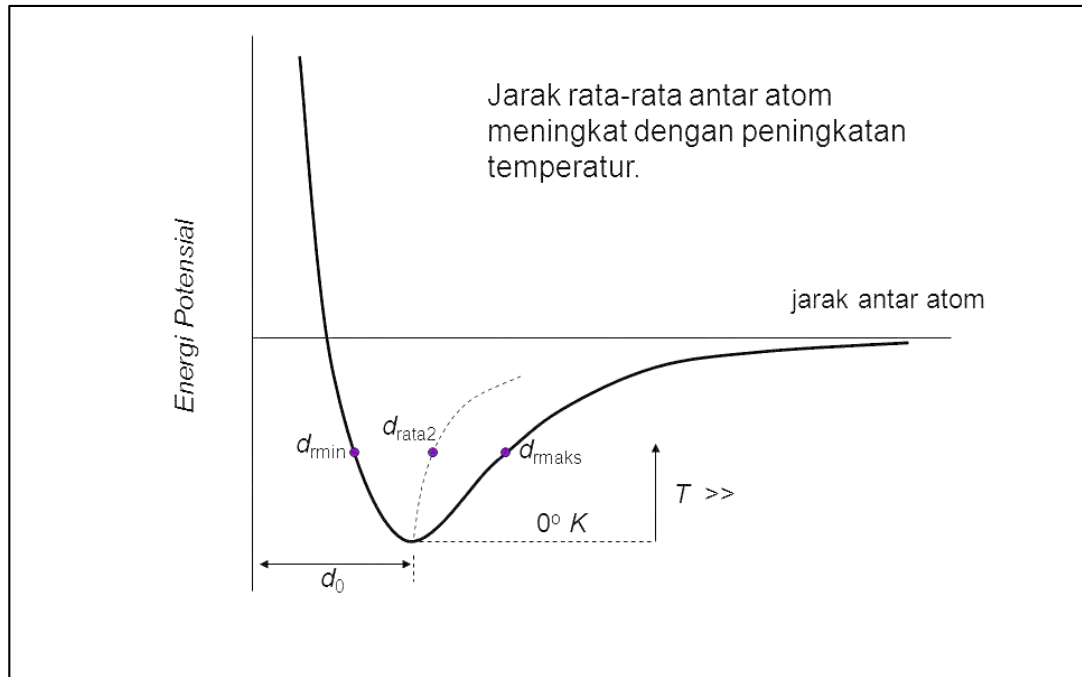
Kalsinasi adalah proses perlakuan panas padatan dengan memanaskan bahan pada suhu yang sangat tinggi. Biasanya dilakukan dengan adanya udara atau gas nitrogen. Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang terikat secara kimia dalam bijih kering, untuk menghindari terjadinya ledakan dalam *kiln* ketika peleburan. *Kiln* yang digunakan dalam proses kalsinasi biasanya lebih besar dari *kiln* yang digunakan pada tahap *dewatering*. Suhu yang digunakan pada proses kalsinasi cukup tinggi sampai 900°C. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan oksigen dari nikel dan besi oksida dalam kalsin. Proses reduksi yaitu dengan menambahkan reduktan yang memiliki unsur karbon, seperti batubara, arang kayu dan lain-lain.

Tindakan ini memulai tolakan dari beberapa bahan yang mudah menguap seperti air, bahan organik, dan karbon dioksida dari sampel tanpa fusi apapun. Kadang-kadang kalsinasi digunakan untuk mengubah sifat fisikokimia atau konstitusi bahan (mengubah fase atau mengubah logam untuk oksida logam). Suhu kalsinasi adalah parameter penting dalam sintesis fotokatalis dan dapat memainkan peran penting dalam mengendalikan sifat fisikokimia dan aktivitas fotokatalitik (Klacanska, et al., 2017).

Penelitian dengan judul proses reduksi selektif bijih nikel limonit menggunakan zat aditif CaSO_4 untuk mengetahui kondisi optimum pada proses reduksi selektif bijih nikel limonit menggunakan zat aditif CaSO_4 dan diikuti dengan pemisahan magnetik untuk mendapatkan peningkatan kadar nikel.

Proses reduksi selektif dilakukan pada rentang suhu 800 - 1100 °C, waktu reduksi 1 – 4 jam, serta penambahan reduktor dan aditif 5% - 20%. Preparasi bijih nikel limonit dilakukan dengan pemanasan bijih dalam oven, pengecilan ukuran dan pengayakan untuk mendapatkan bijih dengan ukuran lolos 100 mesh. Peningkatan kadar Ni dari hasil reduksi selektif mencapai hasil terbaik pada suhu reduksi 1000 °C, sebesar 1,27%, sedangkan peningkatan kadar Ni pada konsentrat hasil pemisahan magnetik mencapai hasil terbaik tidak pada hasil reduksi suhu 1000 °C melainkan pada hasil reduksi suhu 1100 °C, sebesar 2,44% (Mayangsari & Prasetyo, 2016).

Pada gambar 2.5 menunjukkan hubungan antara pengaruh energi terhadap jarak antar atom, semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom semakin menjauh sehingga mempengaruhi struktur dari material. Energi yang diperlukan sebuah atom untuk berdifusi disebut energi aktivitas. Jika sebuah atom memiliki energi aktivitas yang cukup untuk mendobrak ikatannya. Maka akan terjadi proses difusi. Proses difusi menggambarkan situasi pergerakan atom yang tidak terletak pada kisi-kisi kristal, tapi menempati interstisi (Febrini, et al., 2014).

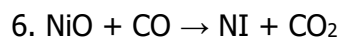
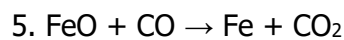
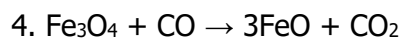
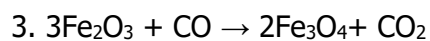
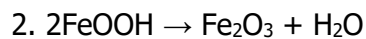
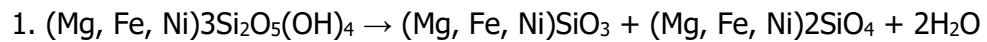


Gambar 2.5 Hubungan antara energi dan ikatan struktur (Febrini, et al., 2014)

Teknologi proses reduksi selektif (parsial) dikembangkan untuk mengolah bijih nikel laterit menjadi konsentrat logam ferronikel. Teknologi tersebut merupakan gabungan dari metode pirometalurgi dan benefisiasi secara fisik, dimana bijih nikel laterit terlebih dahulu direduksi pada temperatur tertentu yang kemudian dilanjutkan dengan proses pemisahan magnetik untuk memisahkan pengotor/slag (non-magnetik) dengan konsentrat ferronikel (magnetik). Proses reduksi dilakukan pada temperatur proses yang rendah (1100-1200 °C) dengan penambahan material/gas reduktan dan sejumlah aditif (senyawa sulfat, karbonat atau klorida) pada bijih nikel laterit (Wijaya, et al., 2017).

Proses reduksi selektif ditujukan untuk mereduksi keseluruhan senyawa oksida nikel, namun hanya mereduksi sebagian senyawa oksida besi yang terkandung dalam bijih nikel laterit. Proses reduksi diawali dengan menghilangkan senyawa hidroksida, yaitu serpentine-(Mg,Fe,Ni) $3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ dan goetit-(FeOOH). Pada temperatur 500-600°C, serpentine akan berubah menjadi forsterite-(Mg,Fe,Ni) SiO_3 dan enstatite-(Mg,Fe,Ni) 2SiO_4 , sedangkan goetit akan berubah menjadi hematite-(Fe_2O_3) (Wijaya, et al., 2017).

Pemanasan lebih lanjut akan menyebabkan nikel dalam forsterite dan enstatite berubah menjadi nikel oksida (NiO) dan logam nikel (Ni), sedangkan hematite akan berubah menjadi magnetit-Fe₃O₄, wustite-FeO, dan logam 15 besi-Fe. Menurut Solihin (2015) dibawah ini adalah reaksi yang menunjukkan reaksi yang terbentuk dalam proses reduksi bijih nikel laterit:



2.5 Reduktor Batubara

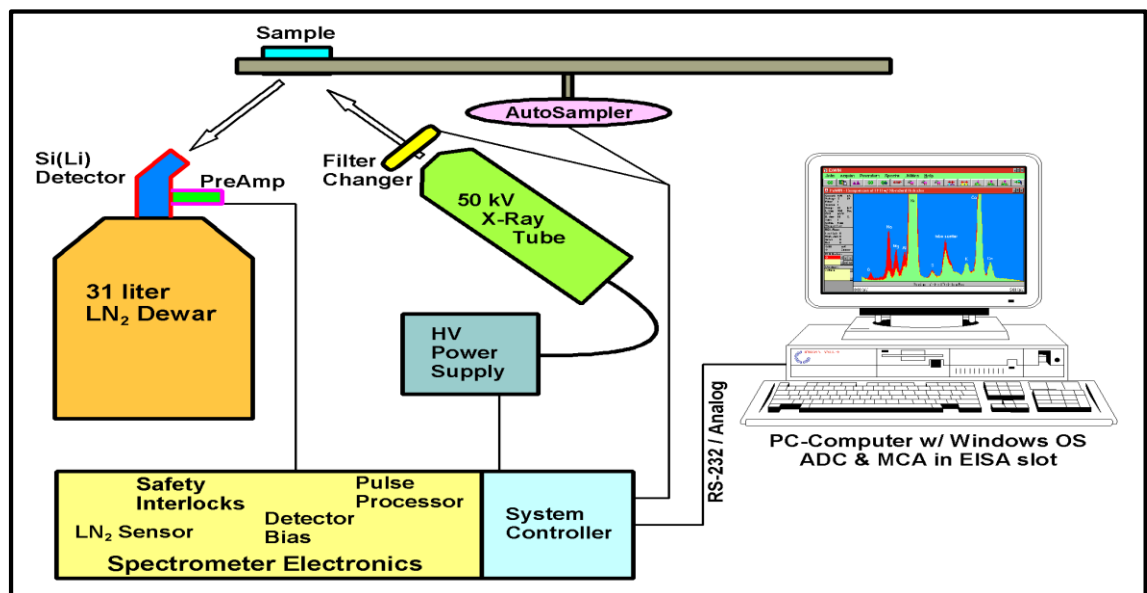
Batubara adalah salah satu bahan bakar fosil yang merupakan batuan sedimen yang dapat terbakar, terbentuk dari endapan organik, utamanya adalah sisa-sisa tumbuhan dan terbentuk melalui proses pembatubaraan. Unsur-unsur utamanya terdiri dari karbon, hydrogen dan oksigen. Analisis unsur memberikan rumus formula empiris seperti C₁₃₇H₉₇O₉NS untuk bituminus dan C₂₄₀H₉₀O₄NS untuk antrasit (Diessel, 2012).

Pembentukan batubara diawali dengan proses biokimia, kemudian diikuti oleh proses geokimia dan fisika, proses yang kedua ini sangat berpengaruh terhadap peringkat batubara "*coal rank*", yaitu perubahan jenis mulai dari gambut ke lignit, bituminus, sampai antrasit. Faktor yang sangat berperan didalam proses kedua tersebut adalah temperatur, tekanan, dan waktu. Untuk menentukan kualitas batubara dilakukan analisa kimia pada batubara yang diantaranya berupa analisis proksimat dan analisis

ultimat. Analisis proksimat dilakukan untuk menentukan jumlah air (*moisture*), zat terbang (*volatile matter*), karbon padat (*fixed carbon*), dan kadar abu (*ash*), sedangkan analisis ultimat dilakukan untuk menentukan kandungan unsur kimia pada batubara seperti: karbon, hidrogen, oksigen, nitrogen, sulfur, unsur tambahan dan juga unsur jarang (Diessel, 2012).

2.6 Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis XRF digunakan untuk mendeteksi kandungan unsur atau komposisi kimia yang terkandung dalam sampel. Analisis XRF (X-ray fluorescence spectrometry) menggunakan Teknik destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sampel cair. XRF spectrometer mengukur Panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi frouosensi yang dilakukan sampel saat diradiasi dengan sinar -X (Brouwer, 2009)



Gambar 2.6 Skema kerja alat XRF (Fitton, 1997)

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik. Efekfotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena berkas berenergi tinggi (radiasi

gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi) (Munasir, et al., 2012).

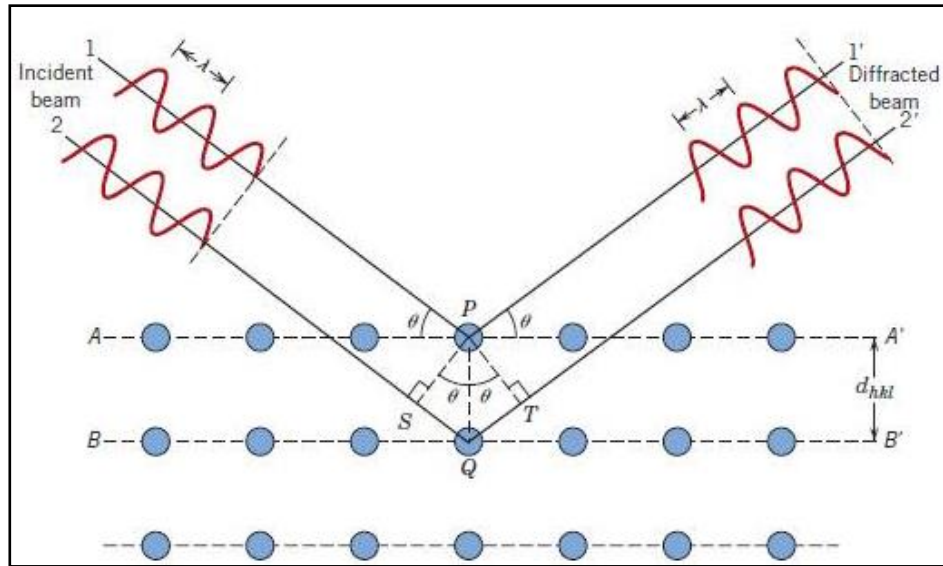
Prinsip Kerja XRF Metode XRF tergantung pada prinsip-prinsip dasar yang umum untuk beberapa metode instrumen lain yang melibatkan interaksi antara berkas elektron dan sinar-x dengan sampel, termasuk: X-ray spektroskopi (misalnya, SEM-EDS), difraksi sinar-X (XRD), dan panjang gelombang dispersif spektroskopi (microprobe WDS). Analisis unsur-unsur utama dan jejak dalam bahan oleh *x-ray fluorescence* dimungkinkan oleh perilaku atom ketika mereka berinteraksi dengan radiasi. Ketika bahan-bahan dengan energi tinggi, radiasi panjang gelombang pendek (misalnya, sinar-X), mereka dapat terionisasi. Energi radiasi yang cukup untuk mengeluarkan sebuah elektron akan menyebabkan atom menjadi tidak stabil dan sebuah elektron terluar menggantikan elektron yang hilang. Ketika ini terjadi, energi dilepaskan karena energi yang mengikat penurunan orbital elektron dalam dibandingkan dengan elektron luar. Radiasi yang dipancarkan adalah energi yang lebih rendah dari insiden utama sinar-X dan disebut radiasi neon. Karena energi dari foton yang dipancarkan adalah karakteristik transisi antara orbital elektron yang spesifik dalam elemen tertentu, neon dihasilkan sinar-X dapat digunakan untuk mendeteksi kelimpahan unsur-unsur yang hadir dalam sampel (Munasir, et al., 2012).

2.7 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui jenis mineral yang terdapat dalam sampel atau material. Cara kerja analisis XRD yaitu sampel atau material digerus sampai jadi bubuk (*powder*). Data hasil sinar X dalam bentuk spektrum difraksi yang terdeteksi oleh dektektor kemudian ditransfer atau terekam ke komputer berupa grafik peak intensitas, yang dilanjutkan dengan analisis jarak antar bidang kisi kristal kemudian dibandingkan menggunakan hukum Bragg seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (Munasir, et al., 2012).

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, et al., 2012).

Hasil difraksi sinar-x dicetakkan 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 difaksi, 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, et al., 2012).



Gambar 2.7 Skema Difraksi sinar-X (Munasir, et al., 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).

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 berisi 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).