

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia memiliki kekayaan sumber daya alam yang melimpah, terutama kandungan mineral di dalamnya. Hal tersebut menjadikan Indonesia sebagai negara penghasil tambang terbesar di dunia. Indonesia berkontribusi untuk produk emas sekitar 39% (peringkat kedua setelah China), sedangkan mineral nikel Indonesia berada pada posisi ketiga teratas tingkat global (Budiarso dan Zuhri, 2019). Berdasarkan pemetaan Badan Geologi Tahun 2020, Indonesia memiliki bijih nikel sebesar 11.887 juta ton dan cadangan bijih sebesar 4.346 juta ton, lalu untuk total sumber daya logam mencapai 174 juta ton dan 68 juta ton cadangan logam (ESDM, 2020). Indonesia khususnya bagian Tengah dan Timur merupakan ladang dari pertambangan yang seringkali didirikan perusahaan pertambangan batu bara, emas, maupun nikel. Indonesia sendiri memiliki cadangan nikel laterit terbesar di dunia (Astuti et al., 2015).

Produksi mineral dalam pertambangan sekian tahunnya terus meningkat akibat besarnya kebutuhan pasar nasional maupun internasional. Wilayah Indonesia khususnya di Sulawesi merupakan pusat kegiatan pertambangan nikel yang telah berlangsung lama sejak ditemukan nikel pada awal tahun 1900-an (Baharuddin et al., 2021), mulai dari daerah sekitar Sulawesi Tengah hingga Sulawesi Selatan dapat menghasilkan 20% berat limbah terak nikel (*slag* nikel) dari kapasitas produksi baja (Handayani, 2023). Adanya industri nikel yang berkembang pesat di wilayah tersebut berdampak pada jumlah *tailing* yang meningkat, dimana *tailing* merupakan limbah dari hasil pertambangan yang tidak dapat dihindari kehadirannya. *Tailing* sendiri terbagi atas dua jenis yaitu limbah padat (*slag*) dan limbah cair (*slurry*). *Tailing* yang berupa *slag* menjadi sumber permasalahan yang dihadirkan oleh industri pertambangan karena dianggap sebagai limbah (Tanjung et al., 2022). Berdasarkan Peraturan Pemerintah (PP) RI No. 101 Tahun 2014 terkait Pengolahan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3). Limbah *slag* nikel termasuk kategori limbah bahan B3 dengan spesifik kode limbah B401 (Majalis et al., 2020; Maryudi et al., 2023), namun pada peraturan terbaru menjelaskan bahwa *slag* nikel termasuk limbah padat non-B3 dengan kode limbah N102 (Dewanto et al., 2024) dalam PP No. 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.

Keberadaan *slag* nikel ini dapat dimanfaatkan dengan baik jika diolah dengan cara yang tepat (Tanjung et al., 2022). Beberapa contoh pemanfaatan *slag* nikel antara lain 1) sebagai bahan baku dalam produksi semen untuk konstruksi jalan (Bethary dan Intari, 2022; Wu et al., 2018); 2) sebagai agregat pada mortar dan beton (Bethary dan Intari, 2022; Wijaya dan Astutiningsih, 2021); 3) sebagai bahan campuran untuk stabilitas tanah (Nepiawan et al., 2023); 4) meminimalkan dampak intrusi mikroorganisme terhadap perilaku fisik material beton (Ashad et al., 2010); 5) sumber besi berupa pasir besi (bahan baku dalam industri besi baja)

(Sartifa et al., 2022); serta 6) sebagai bahan baku pembuatan *shotcrete*, dimana *slag* yang dijadikan *shotcrete* nantinya digunakan untuk memperkuat lereng dan terowongan khususnya pada wilayah pertambangan sehingga meminimalisir terjadinya longsor (Edwin et al., 2023; Tanjung et al., 2022).

Keberadaan *slag* nikel sering memunculkan masalah pencemaran lingkungan seperti pembuangan limbah yang diarahkan ke laut sekitar area penambangan, di negara Papua Nugini, yang menganggap tindakan tersebut efektif karena pengaruh dari iklim tropis (Tanjung et al., 2022). Namun, tidak jarang hal tersebut dilakukan oleh beberapa pihak yang tidak bertanggung jawab di Indonesia. Apabila kegiatan tersebut terus berulang kali dilakukan maka akan berdampak buruk dalam jangka panjang. Logam berat yang terkandung dalam *slag* nikel dapat menimbulkan dampak pada perairan berupa perubahan fisik (bau, warna, dan rasa) air, ekosistem, dan biota air (Bubala et al., 2019). Komposisi *slag* nikel tinggi akan kadar logam besi (Huang et al., 2015; Majalis et al., 2020; Sartifa et al., 2022), nikel, kobalt, tembaga, silika, sulfur (Huang et al., 2015), dan magnesium (Wu et al., 2018).

Keberadaan logam-logam yang tidak melalui proses produksi nikel dengan baik dalam artian proses yang kurang maksimal mengakibatkan banyak logam berharga pada *slag* nikel yang masih dapat dimanfaatkan lebih lanjut dengan cara pemisahan logam pada *slag* nikel. Terdapat berbagai macam cara pemisahan logam yang umum digunakan seperti ekstraksi pelarut (Harimu et al., 2009), pengendapan logam (Sartifa et al., 2022), ekstraksi padat-cair (*leaching*) (Hidayat et al., 2021; Majalis et al., 2020; Maryudi et al., 2023; Wahab et al., 2021), serta *High Pressure Acid Leaching* (HPAL) (Zunaidi et al., 2022). Komposisi kimia *slag* nikel berdasarkan penelitian Huang et al. (2015) menyatakan bahwa kandungan logam tertinggi adalah besi (48,06%), begitu pula pada penelitian Majalis et al. (2020) hasil analisisnya pada sampel *slag* nikel kandungan logam besi (37%) merupakan logam paling tinggi. Kandungan besi juga diraih paling tinggi pada penelitian Gbor et al. (2000) sebanyak 33,78%.

Secara umum, pemisahan besi yang dilakukan para peneliti sebelumnya berupa proses ekstraksi padat-cair atau pelindian (*leaching*). Pelindian merupakan ekstraksi padatan dengan cairan yang berperan sebagai pelarut (Majalis et al., 2020). Proses pelindian banyak mengalami perkembangan dengan menggunakan sulfur dioksida (Gbor et al., 2000), natrium hidroksida (Zunaidi et al., 2022), amonium hidroksida (Sartifa et al., 2022) asam klorida (Kasikov et al., 2022; Prasetyo et al., 2021; Sartifa et al., 2022), asam nitrat (Asrori et al., 2022; Sufriadin et al., 2020), asam fosfat (Hidayat et al., 2021) dan asam sulfat (Hidayat et al., 2021; Huang et al., 2015; Maryudi et al., 2023; Wahab et al., 2021). Adapun faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi ini antara lain jenis pelarut yang digunakan dalam hal ini dapat berupa asam, luas permukaan *slag* nikel, pH, suhu (Huang et al., 2015), konsentrasi asam (Huang et al., 2015; Majalis et al., 2020), ukuran partikel (Harimu et al., 2009), serta waktu dalam proses ekstraksi (Majalis et al., 2020; Wahab et al., 2021). Penelitian yang membahas terkait ekstraksi besi dengan beberapa faktor yang disebutkan berdampak besar terhadap hasil ekstraksinya. Berdasarkan faktor yang disebutkan pada penelitian Huang et al. (2015) dimana menggunakan variabel konsentrasi asam

sulfat terhadap *slag* nikel menghasilkan kadar besi yang cukup tinggi. Berdasarkan penelitiannya ketika konsentrasi ditingkatkan dari 0,2 mol/L menjadi 0,6 mol/L, dihasilkan pelarutan besi yang meningkat mencapai 8 kali lipat. Penelitian Huang menunjukkan penurunan pH akhir dari pH 1,01 menjadi pH 0,08 yang mengindikasikan pelarutan kembali hematit. Sejalan dengan penelitian tersebut pada penelitian Majalis et al. (2020) menyatakan bahwa terdapat korelasi antara konsentrasi dengan pelarutan besi serta pH akhir proses ekstraksi. Hasil dari penelitian terdahulu terkait berbagai jenis faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi ini memiliki kesamaan dan perbedaan di tiap penelitiannya, akibat dari situasi dan kondisi pada saat penelitian tersebut.

Slag nikel pada dasarnya masih memiliki kandungan yang berharga di dalamnya, akibat dari kurangnya proses produksi yang dilakukan (Prasetyo et al., 2021). Sekalipun dianggap limbah karena bagian dari hasil samping produksi, *slag* nikel masih dapat dimanfaatkan contohnya seperti lapisan pada aspal atau bahkan dipisahkan lagi untuk menghasilkan logam-logam berat yang masih diperlukan seperti besi, magnesium, nikel, kobalt, kromium, dan lain sebagainya. Proses tersebut dilakukan menggunakan asam sulfat sebagai pelarut *slag* nikel dalam suhu yang tinggi (Huang et al., 2015). Berdasarkan penjelasan tersebut, maka pada penelitian ini dilakukan karakterisasi dan ekstraksi besi (Fe) dari *slag* nikel menggunakan asam sulfat (H_2SO_4). Penelitian ini menggunakan dua variabel yaitu waktu ekstraksi dan konsentrasi H_2SO_4 , kemudian dilakukan pula pengaruh ketika *slag* nikel dikontakkan dengan air laut serta dampak yang dapat terjadi pada lingkungan perairan yang menjadi tempat pembuangan limbah *slag* nikel.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini yaitu:

1. bagaimana karakteristik dari *slag* nikel yang diuji?
2. berapakah waktu kontak dan konsentrasi optimum proses ekstraksi besi (Fe) dari *slag* nikel menggunakan H_2SO_4 ?
3. bagaimana pengaruh pengontakan *slag* nikel terhadap air laut?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. menentukan karakteristik dari *slag* nikel yang diuji,
2. menentukan waktu kontak dan konsentrasi optimum proses ekstraksi besi (Fe) dari *slag* nikel menggunakan H_2SO_4 , dan
3. menganalisis pengaruh pengontakan *slag* nikel terhadap air laut.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini memberikan informasi terkait proses ekstraksi larutan asam dengan limbah industri pertambangan yaitu *slag* nikel, agar dapat memanfaatkan kembali proses ekstraksi yang lebih banyak menghasilkan ekstrak dengan memperhatikan faktor-faktor yang mempengaruhi ekstraksi tersebut.

Manfaat lainnya yaitu mengetahui pengaruh pengontakan *slag* nikel terhadap logam (besi) dalam air laut, dimana banyak pihak tertentu yang melakukan pembuangan limbah ke arah laut bebas.

BAB II

METODE PENELITIAN

2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa *slag* nikel yang diperoleh dari PT Huadi *Nickel-Alloy* Indonesia, akuabides, H₂SO₄ 98% (*Merck*), H₂O₂ 30% (*Merck*), FeNH₄(SO₄)₂.12H₂O (*Merck*), HNO₃ 65% (*Merck*), HCl 38% (*Merck*), air laut, kertas saring Whatman No.42, filter membran 0,45 µm, kertas label, dan *tissue roll*.

2.2 Alat Penelitian

Alat dalam penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium, botol polietilen, ayakan 125 mesh, oven (Spnisofd Genlab), neraca analitik (Ohaus Analytical Plus), cawan porselin, tanur (Barnstead Thermolyne 6000), *hotplate*, *magnetic stirrer* (Advantec SRS710AA dan *multistirrer* 15 VELP), *magnetic bar*, seperangkat filtrasi vakum, *atomic absorption spectroscopy* (Buck Scientific 205), *simultaneous thermal analyzer* 8000 (PerkinElmer), *scanning electron microscope* yang dilengkapi dengan *energy dispersive x-ray spectroscopy* (TESCAN VEGA), *surface area analyzer* (AMI-Micro), dan *grinder*.

2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Juni–Oktober 2024 di Laboratorium Kimia Analitik serta Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Sains, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin. Penghalusan sampel dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia, Politeknik Negeri Ungjung Pandang. Analisis SEM-EDS dilakukan di Bidang Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Sulawesi Selatan. Analisis SAA dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Preparasi Sampel (SNI 8910:2021)

Preparasi sampel berupa sedimen (*slag* nikel) dilakukan penghalusan menggunakan alat *grinder* dengan ayakan 125 mesh. Langkah selanjutnya, persiapan sampel untuk dilakukan karakterisasi berupa STA (TGA dan DSC), SEM-EDS, SAA serta analisis awal menggunakan AAS (sampel hasil destruksi). Sampel yang akan didestruksi ditimbang sebanyak 5 g menggunakan cawan porselin yang sebelumnya telah diketahui bobot kosongnya. Sampel akan diabukan selama 2 jam dengan suhu 600 °C kemudian didinginkan. Langkah berikutnya, sampel tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 25 mL HNO₃ (1:1). Sampel dilarutkan dan dihomogenkan, lalu dipanaskan (tanpa mendidih) sekitar suhu 95 °C selama 10–15 menit. Larutan kemudian didinginkan dan ditambahkan sebanyak 25 mL HNO₃ p.a, dilakukan kembali pemanasan dengan suhu yang sama hingga 30 menit. Apabila asap coklat dan larutan masih terlihat keruh, maka dilakukan penambahan HNO₃ p.a sebanyak 25 mL serta pemanasan kembali dengan suhu yang sama

hingga larutan menjadi jernih atau asap coklat hilang. Proses pemanasan dilakukan hingga volume larutan 5 mL kemudian ke tahapan selanjutnya. Jika larutan telah jernih atau asap coklat telah hilang, maka ditambahkan 10 mL akuabides dan 15 mL H_2O_2 30%. Larutan kembali dipanaskan dengan suhu yang sama hingga busa pada larutan berkurang atau larutan tidak terjadi perubahan, sehingga dilanjutkan pemanasan hingga volume larutan 5 mL. Langkah berikutnya penambahan 50 mL HCl pekat dan pemanasan kembali hingga larutan menjadi 5 mL (tanpa mendidih). Apabila larutan telah dingin, larutan dapat disaring dengan menggunakan corong dan kertas saring Whatman No. 42 ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan kemudian diatur pH 2-3 dengan menggunakan HNO_3 , selanjutnya ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan, lalu siap untuk dianalisis menggunakan AAS.

2.4.2 Karakterisasi *Slag* Nikel

Karakterisasi dengan STA (TGA dan DSC). Karakterisasi dengan *Simultaneous Thermal Analyzer* (STA) merupakan *Thermogravimetri Analysis* (TGA) yang ditanden dengan *Differential Thermal Calorimetry* (DSC). Sampel *slag* nikel yang telah dihaluskan dimasukkan ke dalam *sample pen* sisi kiri sedangkan sisi kanan *sample pen* kosong berfungsi sebagai pembanding (blanko). Proses analisis TGA dan DSC dilakukan pada suhu 50–1500 °C dengan rentang kenaikan suhu 20 °C per menit.

Karakterisasi dengan SEM-EDS. Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi serta persebaran unsur pada *slag* nikel. Sampel *slag* nikel yang digunakan berupa sampel sebelum dan sesudah proses penghalusan (*grinding*). Proses *counting* dilakukan pada sampel sebelum dianalisis oleh SEM-EDS. Pada SEM dilakukan pengaturan instrumen, pemasangan sampel, serta penetapan fokus dan kontras untuk mendapatkan gambar morfologi. Pengaturan pada EDS dilakukan seperti pada parameter, waktu pengambilan data, dan resolusi energi, selanjutnya analisis data pada sampel serta pengumpulan data berupa spektrum.

Karakterisasi dengan SAA. Karakterisasi dengan *Surface Area Analyzer* (SAA) untuk mengetahui distribusi pori dan luas permukaan dari *slag* nikel dengan menggunakan isoterm adsorpsi/desorpsi nitrogen. Sampel *slag* nikel yang telah dihaluskan dilakukan proses *degassing* pada suhu 400 °C selama 5 jam sebelum dilakukan analisis adsorpsi/desorpsi N_2 . Luas permukaan dihitung dengan menggunakan metode Brunauer, Emmet, dan Teller (BET) dan distribusi pori menggunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) (Faturrahman, 2023).

2.4.3 Pembuatan Larutan Baku Fe

Larutan baku induk Fe 100 mg/L (SNI 8910:2021). Pembuatan larutan ini dilakukan dengan menimbang 0,0431 g $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas kimia 50 mL, lalu dilarutkan dengan akuabides dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan ditambahkan HNO_3 hingga pH 2–3, lalu dihipitkan dengan akuabides hingga tanda batas. Larutan kemudian dihomogenkan.

Larutan Standar Fe 10 mg/L (SNI 8910:2021). Pembuatan larutan ini dilakukan dengan mengencerkan larutan baku induk Fe 100 mg/L dengan memipet 10 mL ke

dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditambahkan dengan akuabides hingga tanda batas. Larutan kemudian dihomogenkan.

Larutan Deret Standar 0,5; 1; 2; 3; dan 5 mg/L. Pembuatan larutan ini dilakukan dengan mengencerkan larutan standar Fe 10 mg/L secara berturut-turut 2,5; 5; 10; 15; dan 25 mL ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL. Larutan tersebut ditambahkan HNO₃ hingga pH 2–3 dan akuabides hingga tanda batas. Larutan kemudian dihomogenkan.

2.4.4 Pembuatan Larutan Blanko

Larutan HNO₃ 0,5 M sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan kemudian ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.5 Ekstraksi *Slag* Nikel

Ekstraksi *slag* nikel dilakukan dengan variasi waktu dan konsentrasi H₂SO₄. **Ekstraksi dengan Variasi Waktu (Majalis et al., 2020).** Ekstraksi dengan variasi waktu dilakukan terhadap sampel yang telah halus dengan varian waktu 3, 6, 12, 18, dan 24 jam dalam larutan H₂SO₄ konsentrasi 9 M. Sampel masing-masing ditimbang sebanyak 5 g dilarutkan dengan 50 mL H₂SO₄ dalam gelas kimia 100 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan variasi waktu yang telah ditentukan dengan kecepatan 375 rpm. Langkah berikutnya yaitu penyaringan untuk memisahkan filtrat yang akan dianalisis menggunakan AAS.

Ekstraksi dengan Variasi Konsentrasi H₂SO₄ (Huang et al., 2015; Majalis et al., 2020). Ekstraksi dengan variasi konsentrasi H₂SO₄ dilakukan terhadap sampel yang telah halus dengan berbagai varian konsentrasi yaitu 3, 5, 7, dan 9 M. Sampel ditimbang sebanyak 5 g dan dilarutkan dengan 50 mL H₂SO₄ 3 M dalam gelas kimia 100 mL. Kemudian dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* sekitar 18 jam dengan kecepatan 375 rpm. Langkah berikutnya yaitu penyaringan untuk memisahkan filtrat yang akan dianalisis menggunakan AAS. Prosedur ini dilakukan perlakuan yang sama dengan konsentrasi 5, 7, dan 9 M.

Ekstraksi dengan Air Laut. Sampel yang telah dihaluskan ditimbang sekitar 5 g dan ditambahkan dengan 50 mL air laut dalam gelas kimia 100 mL. Kemudian dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dalam kurun waktu 1 hari dan 1 minggu dengan kecepatan 375 rpm. Langkah berikutnya yaitu penyaringan (filter membran 0,45 µm) untuk memisahkan filtrat yang akan dianalisis menggunakan AAS. Filtrat yang didapat diatur pH larutan hingga 2–3 dengan menambahkan HNO₃. Larutan sampel air laut ekstraksi dengan *slag* nikel siap untuk dianalisis menggunakan AAS. Pengukuran logam Fe pada air laut sebelum proses ekstraksi dengan *slag* nikel dilakukan penyaringan (filter membran 0,45 µm), filtrat yang didapat diatur pH larutannya menjadi 2–3 dengan menambahkan HNO₃. Larutan sampel air laut siap untuk dianalisis menggunakan AAS.

2.4.6 Penentuan Kadar Logam Fe Menggunakan AAS

Penentuan kadar logam Fe menggunakan metode spektrofotometri dilakukan berdasarkan SNI 8910-2021 dengan panjang gelombang sekitar 248,3 nm dengan

gas pembakar menggunakan campuran udara dan asetilena. Sampel hasil destruksi dan ekstraksi serta larutan deret standar diukur serapannya menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Data hasil nilai absorbansi dan konsentrasi larutan akan dibuatkan grafik (kurva kalibrasi) yang menghasilkan nilai regresi. Serapan larutan contoh akan diplotkan dengan nilai regresi untuk memperoleh konsentrasi logam yang dianalisis, kemudian dihitung berdasarkan perhitungan berikut.

$$\text{Kadar logam (mg/kg)} = \frac{C \cdot V}{W} \times fp \quad (1)$$

Keterangan:

C = konsentrasi contoh yang didapat dari AAS (mg/L)

V = volume (mL)

W = berat contoh uji (g)

fp = faktor pengenceran