

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN
SOLID:LIDUID SAAT PENCUCIAN TERHADAP HASIL
KRISTALISASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL*
MENGUNAKAN ADITIF CaCO_3 UNTUK SINTESIS
 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

RACHMAT BINAWAN PRIYONO
NRP. 02511840000120

Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.Eng.
NIP. 196809302000031001
Fakhreza Abdul, S.T.,M.T.
NIP. 199102172015041002

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022



TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN
SOLID:LIDUID SAAT PENCUCIAN TERHADAP HASIL
KRISTALISASI DARI LARUTAN *LEACHING*
FERRONICKEL MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3
UNTUK SINTESIS $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

RACHMAT BINAWAN PRYIONO
NRP. 02511840000120

Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.Eng.
NIP. 196809302000031001
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.
NIP. 199102172015041002

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184834

**ANALYSIS THE EFFECT VARIATIONS WASHING
RATIO OF SOLID:LIQUID ON CRYSTALLIZATION
RESULTS FROM FERRONICKEL LEACHING
SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES FOR THE
SYNTHESIS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

RACHMAT BINAWAN PRIYONO
NRP. 02511840000120

Advisor

Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.Eng.

NIP. 196809302000031001

Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

NIP. 199102172015041002

Study Program of Materials Engineering
Departement of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022

(This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN *SOLID:LIQUID* SAAT PENCUCIAN TERHADAP HASIL KRISTALISASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN CaCO_3 UNTUK SINTESIS $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Teknik pada
Program Studi S-1 Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh : **RACHMAT BINAWAN PRIYONO**
NRP. 02511840000120

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng.  Pembimbing
2. Fakhreza Abdul S.T., M.T.  Ko-Pembimbing
3. Dian Mughni Fellicia S.T., M.Sc.  Penguji
4. Haniffudin Nurdiansah S.T., M.T.  Penguji

SURABAYA
JULI 2022



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

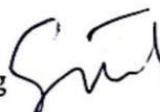
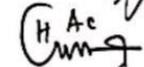
ANALYSIS THE EFFECT VARIATIONS WASHING RATIO OF SOLID:LIQUID ON CRYSTALLIZATION RESULTS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES FOR THE SYNTHESIS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

FINAL PROJECT

Submitted to fulfill one of the requirements
for obtaining a degree of bachelor of engineering at
Undergraduate Study Program of Materials Engineering
Departement of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

By : **RACHMAT BINAWAN PRIYONO**
NRP. 0251184000120

Approved by Final Project Examiner Team :

- | | | |
|---|--|------------|
| 1. Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng |  | Advisor |
| 2. Fakhreza Abdul S.T., M.T. |  | Co-Advisor |
| 3. Dian Mughni Fellicia S.T., M.Sc. |  | Examiner |
| 4. Haniffudin Nurdiansah S.T., M.T. |  | Examiner |

SURABAYA
JULY 2022



(This page is intentionally blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP : Rachmat Binawan Priyono
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing/NIP : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul "ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN *SOLID:LIQUID* SAAT PENCUCIAN TERHADAP HASIL KRISTALISASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN CaCO_3 UNTUK SINTESIS $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ " adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penulisan ilmiah.

Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 8 Juli 2022

Mengetahui
Dosen Pembimbing



(Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng.)
NIP. 196809302000031001

Mahasiswa



(Rachmat Binawan Priyono)
NRP. 02511840000120

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : Rachmat Binawan Priyono
Departement : Department of Material Engineering
Advisor/NIP : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng.

Hereby declare that the Final Project with the title of "ANALYSIS THE EFFECT VARIATIONS WASHING RATIO OF SOLID:LIQUID ON CRYSTALLIZATION RESULTS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES FOR THE SYNTHESIS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ " is the result of my own work, is original, and is written by following the rules of scientific writing.

If in the future there is a discrepancy with this statement, then I am willing to accept sanctions in accordance with the provisions that apply at Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 8 July 2022

Acknowledged
Advisor



(Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng.)
NIP. 196809302000031001

Student



(Rachmat Binawan Priyono)
NRP. 02511840000120

(This page is intentionally blank)

**ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN *SOLID:LIQUID* SAAT
PENCUCIAN TERHADAP HASIL KRISTALISASI DARI LARUTAN
LEACHING FERRONICKEL MENGGUNAKAN CaCO_3 UNTUK SINTESIS
 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

Nama Mahasiswa / NRP : Rachmat Binawan Priyono
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng.

Abstrak

Pada saat ini, permintaan nikel meningkat pesat, ini terjadi karena meningkatnya minat nikel dalam industri electric vehicle (EV). Nikel digunakan untuk membuat katoda dalam baterai nikel mangan cobalt (NMC), dan untuk membuat baterai NMC ini, nickel (II) sulfate hexahydrate dibutuhkan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi dari perbandingan solid:liquid pada saat pencucian dari hasil kristalisasi untuk meningkatkan nilai recovery nikel. Material yang digunakan adalah ferronickel hasil smelting dari mini blast furnace, proses leaching dilakukan menggunakan 120 ml larutan H_2SO_4 2M pada temperatur 90°C selama 6 jam dengan kecepatan pengadukan 200 rpm, dilanjutkan proses presipitasi menggunakan aditif CaCO_3 hingga pH 3,01. Selanjutnya dilakukan dengan pemanasan pada filtrat presipitasi pada 90°C selama 24 jam. Setelah itu, dilakukan proses kristalisasi untuk menghasilkan kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Kristal lalu dicuci menggunakan aquadest dengan variasi perbandingan antara massa kristal:volume aquades yaitu 1 gr/10 ml, 1 gr/15 ml, 1gr/20 ml, dan 1gr/25 ml. Filtrat hasil pencucian dikristalisasi kembali agar menghasilkan senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Hasil terbaik variasi perbandingan pencucian dilakukan pada variasi perbandingan S125, dimana komposisi nya yaitu 27,13% Ni, 1,55% Fe, 0,66% Co, dan 0,64% Ca. Selain itu nilai recovery perbandingan S25L juga lebih baik dibandingkan dengan variasi perbandingan pencucian lain pencucian dengan nilai recovery 96,11% Ni dan 15,60% Co.

Kata Kunci: *Ferronickel, Leaching, Presipitasi, Pencucian*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALYSIS THE EFFECT VARIATIONS WASHING RATIO OF
SOLID:LIQUID ON CRYSTALLIZATION RESULTS FROM FERRONICKEL
LEACHING SOLUTIONS USING CaCO₃ ADDITIVES FOR THE SYNTHESIS
OF NiSO₄.6H₂O**

Student Name / NRP : Rachmat Binawan Priyono
Departement : Department of Material Engineering FTIRS-ITS
Advisor : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D.Eng

Abstract

Nowadays, the demand for nickel is increasing rapidly. This happened because of nickel's interest in the electric vehicle (EV) Industry. Nickel is used to make cathodes in nickel manganese cobalt (NMC) batteries, and to make these NMC batteries, nickel (II) sulfate hexahydrate (NSH) is needed. The purpose of this study was to determine the effect of variations in the ratio of solid to liquid during washing treatment from crystallization to increase the nickel recovery value. The material used was ferronickel from a mini blast furnace, the leaching process was carried out using 120 ml of 2M H₂SO₄ solution at 90° C for 6 hours with a stirring speed of 200 rpm, then followed by a precipitation process using CaCO₃ additives to pH 3,01 at 90° C, and then the precipitation filtrate was heated at 90°C for 24 hours in the oven. After that, the crystallization process was carried out to produce NiSO₄.6H₂O crystals. Then the Crystals washed using aquadest by a variation ratio between crystals (gr) with aquadest (ml) the ratio are 1 gr/10 ml, 1 gr/15 ml, 1 gr/20 ml, and 1 gr/25 ml. Then the filtrate from washing treatment was crystallized again to produce NiSO₄.6H₂O in crystal form. The best results were obtained in washing variation S25L with Composition results are 27,13% Ni, 1,55% Fe, 0,66% Co, dan 0,64% Ca. Beside that, recovery values from S25L variation are 96,11% Ni and 15,60% Co.

Keywords: *Ferronickel, Leaching, Precipitation, Washing*

(This page is intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian tugas akhir yang berjudul “ANALISIS PENGARUH VARIASI PERBANDINGAN *SOLID:LIQUID* SAAT PENCUCIAN TERHADAP HASIL KRISTALISASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN CaCO_3 UNTUK SINTESIS $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ” untuk memenuhi Mata Kuliah Tugas Akhir yang menjadi salah satu syarat kelulusan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Selama proses penelitian, penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu dan memberi dukungan kepada penulis, di antaranya adalah:

1. Orang tua serta keluarga yang selalu mensupport dan mendoakan saya selama dalam pengerjaan tugas akhir dan perkuliahan.
2. Bapak Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph.D Eng. dan Bapak Fakhreza Abdul, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing tugas akhir atas bimbingannya selama pelaksanaan dan penyusunan laporan tugas akhir.
3. Keluarga dan teman dekat penulis yang selalu mendukung penulis di setiap aktivitas, terutama selama perkuliahan.
4. Ibu Dr. Widyastuti S.Si., M.Si selaku dosen wali penulis yang selalu memberikan arahan selama masa perkuliahan.

Penulis berharap penelitian tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi seluruh pihak. Penulis juga menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan ini. Untuk itu, kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan.

Surabaya, 8 Juli 2022
Penulis

Rachmat Binawan Priyono

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	1
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	xiii
ABSTRACT	xv
KATA PENGANTAR	xvii
DAFTAR ISI	xix
DAFTAR GAMBAR	xxi
DAFTAR TABEL.....	xxiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nikel	5
2.2 Nikel Laterite	5
2.3 <i>Ferronickel</i>	6
2.4 Hidrometalurgi.....	7
2.5 <i>Leaching</i>	8
2.6 Presipitasi.....	9
2.7 Proses Kristalisasi.....	10
2.8 <i>Nickel (II) Sulphate Hexahydrate</i> ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).....	11
2.9 Baterai <i>Lithium Nickel Manganese Cobalt</i> (NMC).....	12
2.10 Pengaruh Variasi Perbandingan <i>Solid:Liquid</i> Pada Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi	13
2.11 Penelitian Sebelumnya	14
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Metode Penelitian	17
3.2 Alat Dan Bahan Penelitian	18
3.3 Metode Penelitian	19
3.3.1 Preparasi Sampel <i>Ferronickel</i>	19
3.3.2 Proses <i>Leaching</i>	19
3.3.3 Proses Presipitasi	20
3.3.4 Proses Pemanasan.....	20
3.3.5 Proses Kristalisasi.....	20
3.3.6 Proses Pencucian	20
3.3.7 Perhitungan <i>Recovery</i>	21
3.4 Pengujian	21
3.4.1 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy-dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) Testing</i>	21
3.4.2 <i>X-Ray Diffractometer (XRD) Testing</i>	21
3.5 Rancangan Penelitian	21
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Karakterisasi Bahan Penelitian	25
4.1.1 Karakterisasi Sampel <i>Ferronickel</i>	25
4.1.2 Karakterisasi Sampel Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum Pencucian	25

4.1.3	Karakterisasi Sampel Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O setelah Pencucian dengan Perbandingan <i>Solid:Liquid</i>	25
4.2	Pengaruh Variasi Pencucian <i>Solid:Liquid</i> terhadap Komposisi Unsur Kimia Fe, Ni, Co dan Ca pada Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O	26
4.3	Pengaruh Variasi Pencucian <i>Solid:Liquid</i> terhadap Nilai <i>Recovery</i> pada Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O	29
4.4	Pengaruh Variasi Pencucian <i>Solid:Liquid</i> terhadap Senyawa yang Terbentuk.....	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		35
5.1	Kesimpulan	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA		37
LAMPIRAN		41
UCAPAN TERIMA KASIH.....		77
BIODATA PENULIS		79

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	<i>Ferronickel</i>	6
Gambar 2.2	Skema Proses Hidrometalurgi	8
Gambar 2.3	α -NiSO ₄ .6H ₂ O <i>Single Crystals</i>	11
Gambar 2.4	Skema Baterai Li-ion	13
Gambar 2.5	Pengaruh Variasi <i>Solid:Liquid</i> Terhadap Penghilangan Ca	13
Gambar 2.6	<i>Recovery</i> Nikel terhadap Kecepatan Pengadukan Saat Proses <i>Leaching</i>	14
Gambar 2.7	Pengaruh Temperatur Pelindian Terhadap % Ekstraksi Ni Selama 480 Menit Pelindian.....	15
Gambar 3.1	Diagram Aliran Penelitian	18
Gambar 3.2	Skema Peralatan Proses <i>Leaching</i>	21
Gambar 3.3	Skema Peralatan Proses Presipitasi	22
Gambar 3.4	Skema Proses Kristalisasi	22
Gambar 3.5	Skema Proses Pencucian	23
Gambar 4.1	Grafik Tren Komposisi Unsur Kimia Ni dan Ca.....	27
Gambar 4.2	Grafik Tren Komposisi Unsur Kimia Fe dan Co.....	27
Gambar 4.3	Residu Proses Pencucian	28
Gambar 4.4	Grafik Tren <i>Recovery</i> Ni dan Co dari Variasi Perbandingan <i>Solid:Liquid</i> Saat Proses Pencucian	29
Gambar 4.5	Hasil Pengujian XRD setelah Pencucian dengan Variasi <i>Solid:Liquid</i>	32

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Persentase Penggunaan Nikel	5
Tabel 2.2	Komposisi Kimia Bijih Nikel Laterit	6
Tabel 2.3	Komposisi <i>High Grade Ferronickel</i> dan <i>Low Grade Ferronickel</i> ..	7
Tabel 2.4	Komposisi NiSO ₄ .6H ₂ O	11
Tabel 2.5	Perbandingan Performa Dari Kelima Jenis Baterai Li-Ion.....	12
Tabel 3.1	Rancangan Penelitian	23
Tabel 3.2	Jadwal Penelitian	24
Tabel 4.1	Hasil Pengujian SEM-EDX <i>Ferronickel</i>	25
Tabel 4.2	Hasil Pengujian SEM-EDX Kristal Sebelum Pencucian.....	25
Tabel 4.3	Hasil Pengujian SEM-EDX Kristal dengan Variabel Pencucian ..	26
Tabel 4.4	PFD Number Senyawa Pengujian XRD	31
Tabel 4.5	Posisi Posisi 2θ (°) Fasa NiSO ₄ .6H ₂ O 4 Variasi Pencucian	34

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nikel merupakan salah satu dari lima unsur logam yang paling umum dijumpai dan ditemui secara luas terutama di kerak bumi. Nikel dapat ditemukan di alam dalam bentuk bijih nikel sulfida dan bijih nikel oksida atau yang sering dikenal sebagai nikel laterit. Kelebihan dari logam nikel adalah ketangguhan, maleabilitas, dan sifat tahan korosinya yang sangat baik memungkinkan nikel untuk diaplikasikan pada lingkungan dengan temperatur yang sangat tinggi dan aplikasi sehari-hari lainnya

Disamping dengan kegunaannya yang sangat banyak, penggunaan sumber daya alam yang berlebih akan mengakibatkan berkurangnya sumber daya alam dengan skala yang cukup besar, selain itu banyak juga permasalahan global seperti perubahan iklim, dan meningkatnya emisi karbon. Dengan melihat permasalahan tersebut, suda seharusnya kita melakukan inovasi untuk menanggulangi masalah masalah yang ada, salah satu hal yang dapat dikembangkan untuk mengatasi emisi karbon menciptakan sebuah teknologi green energy seperti kendaraan listrik (*electric vehicle*) yang berbasis baterai.

Berdasarkan material penyusun katodanya penggunaan baterai pada kendaraan listrik dikategorikan menjadi 5 jenis yaitu *lithium cobalt oxide* (LCO), *nickel manganese cobalt* (NMC), *lithium nickel cobalt aluminium* (NCA), *lithium iron phosphate* (LFP), dan *lithium manganese oxide* (LMO). Dari kelima baterai tersebut baterai NMC memiliki sifat paling unggul dibandingkan dengan jenis baterai lain untuk diaplikasikan pada *electric vehicle* karena memiliki densitas energi yang tinggi mencapai 0,6 kWh/kg dan memiliki life cycle yang moderat, yakni sebesar 2000-3000 kali (Campagnol et al., 2017). Baterai NMC menggunakan material *nickel*, *manganese*, dan *cobalt* sebagai material penyusun katodanya dengan nikel sebagai unsur utama. Produksi baterai NMC membutuhkan nikel dengan kadar tinggi yang dihasilkan melalui pengolahan *ferronickel* dalam bentuk senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Dimana *ferronickel* umumnya mengandung dua unsur utama yaitu Fe dan Ni dengan kadar nikel didalamnya mencapai 33% Ni dan besi sekitar 15-30% Fe.

Untuk memperoleh dengan kualitas tinggi dari bijih nikel laterit diperlukan beberapa tahap. Metode seperti Pirometalurgi, dan Hidrometalurgi telah digunakancara luas sebagai metode pemulihan logam, karena efisiensi pencucian dan pemulihannya yang tinggi. Pada metode pirometalurgi diperlukan suhu yang relatif tinggi ($> 900^\circ\text{C}$) saat proses *leaching*. Temperatur yang tinggi mengakibatkan tingginya energi yang dikonsumsi selama proses berlangsung. Hal tersebut yang membuat proses pirometalurgi tidak menguntungkan. Selain itu, pada suhu tinggi dapat menghasilkan gas beracun, seperti fosforil fluorida (POF3) dan hidrogen fluorida (HF) (Nshizirungu et al., 2020). Oleh karena itu, metode Hidrometalurgi dipilih karena mampu menghasilkan kemurnian tinggi, efisiensi tinggi, dan penggunaan energi yang rendah sangat cocok untuk digunakan pada proses ini (Zhang et al., 2014).

Proses pengolahan nikel laterit diawali dengan proses smelting menggunakan mini blast furnace (MBF) yang bertujuan untuk mereduksi nikel laterit menjadi *ferronickel* yang masih terdapat beberapa unsur lain, seperti besi (Fe) dan kobalt (Co). Lalu dilanjutkan dengan proses hidrometalurgi untuk memisahkan logam nikel (Ni) dengan logam yang lainnya menggunakan metode *Atmospheric Pressure Acid Leaching* (APAL). APAL dipilih karena enegi yang dibutuhkan lebih sedikit dan biaya operasional yang lebih ekonomis. Proses APAL dapat dilakukan dengan beberapa jenis asam, salah satu nya adalah asam sulfat (H_2SO_4) (Crundwell et al., 2011).Setelah proses *leaching* dilanjutkan dengan proses presipitasi menggunakan aditif CaCO_3 , lalu diakhiri dengan proses kristalisasi agar terbentuk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan di laboratorium pengolahan mineral ITS, dari pengelitan tersebut didapatkan variabel optimal untuk mendapatkan presentase ekstraksi terbaik pada beberapa prosesnya. Untuk proses *leaching* nikel laterit, didapatkan variable dengan kecepatan pengadukan 200 rpm, temperatur $\pm 90^{\circ}\text{C}$, ukuran partikel homogen 50 mikron, dan menggunakan larutan asam sulfida (H_2SO_4) serta asam peroksida (H_2O_2) sebagai oksidator kuat. Kemudian untuk proses selanjutnya yaitu proses presipitasi dengan metode titrasi menggunakan aditif CaCO_3 dan pH optimalnya sampai dengan 3,01. Lalu selanjutnya dilakukan *post treatment* dengan memanaskan larutan hasil presipitasi dengan temperatur 90°C selama 24 jam.

Namun, dengan variabel terukur yang sudah diterapkan, masih terdapat garam CaSO_4 yang merupakan senyawa pengotor, senyawa tersebut dapat menurunkan kadar nikel pada produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan hasil tersebut, dirasa perlu adanya penelitian untuk meningkatkan kadar nikel pada produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang didapatkan, salah satunya dengan cara memvariasikan perbandingan *solid* dan *liquid* pada saat proses pencucian setelah kristalisasi pada produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan tujuan untuk menghilangkan unsur Ca yang masih terkandung di dalam produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Bagaimana pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap *recovery* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
3. Bagaimana pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap senyawa dari produk kristal yang terbentuk.

1.3 Batasan Masalah

Untuk mengurangi penyimpangan dari masalah yang ditinjau, maka ditentukan batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Jenis dan komposisi dari *ferronickel* yang digunakan diasumsikan homogen.
2. Pengurangan volume saat proses *leaching* dan presipitasi diabaikan
3. PH larutan pada filtrat hasil penyaringan larutan presipitasi diabaikan
4. Komposisi kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan sebelum pencucian diasumsikan homogen

1.4 Tujuan Penelitian

Dengan telah ditentukannya perumusan masalah diatas, terdapat tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Menganalisis pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Menganalisis pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap *recovery* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
3. Menganalisis pengaruh variasi perbandingan *solid:liquid* saat pencucian terhadap senyawa dari produk kristal yang terbentuk.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk memberikan informasi empiris mengenai pengaruh perbandingan *solid* dan *liquid* saat pencucian terhadap hasil kristalisasi larutan *leaching*

ferronickel dengan menggunakan CaCO_3 pada proses *leaching* terhadap *recovery*, komposisi kimia, dan senyawa dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk pada proses *leaching* nikel sebagai bahan baku pembuatan katode baterai NMC untuk pengaplikasian EV.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel

Nikel merupakan sebuah logam dengan nomor atom 28 dan memiliki nomor massa 56.6934. Logam ini tergolong ke dalam grup 7B. Pada tabel periodik, unsur nikel, Besi, dan cobalt disebut dengan “*Triads*” atau tiga serangkai karena memiliki sifat yang hampir sama. Nikel memiliki titik leleh pada temperatur 1455°C dan titik didih pada temperatur $\pm 2915^\circ\text{C}$. Nikel juga memiliki sifat feromagnetik dan nikel juga merupakan logam yang mudah digunakan pada saat proses *electroplating*, nikel memiliki struktur kubik FCC dengan sifat lunak dan dapat diproduksi dengan proses pengecoran. Nikel juga sering diaplikasikan pada beberapa konstruksi, seperti industri produksi kimia, dan juga transportasi. Berikut merupakan beberapa penggunaan dari jenis jenis nikel di industry sesuai pada Tabel 2.1 (Mujiyono et al., 2018).

Tabel 2.1 Persentase Penggunaan Nikel (Crundwell, 2011)

Kategori	Persentase Total Konsumsi (%)
<i>Stainless Steel</i>	60
<i>Nickel-based Alloy</i> (Contoh : <i>Superalloy</i>)	14
<i>Alloy Steel</i>	09
<i>Electroplating</i>	09
<i>Foundary (Casting)</i>	03
Baterai	03
<i>Coper-based Alloys</i> (Contoh : <i>Monel</i>)	01
<i>Catalyst</i>	01

Pada saat ini pasar nikel memasuki masa baru dikarenakan berkembangnya market dari *rechargeable battery* terutama dalam industri mobil listrik yang terus mengalami pengembangan oleh industri mobil listrik dunia. Selain itu, produksi nikel juga masih memiliki *demand* yang tinggi dalam pasar produksi *stainless steel* yang didominasi oleh produk *ferronickel* dan *nickel pig iron* (NPI). Pemanfaatan nikel dalam produksi *stainless steel* dilakukan dalam berbagai bentuk seperti produk logam nikel murni dan produk nikel dengan tingkat kemurnian lebih rendah lama bentuk *nickel alloy* dan dalam bentuk senyawa kimia lain seperti nikel oksida dan *ferronickel*. Sedangkan untuk industri *electric vehicle*, nikel diaplikasikan dalam baterai dalam bentuk nikel sulfat (NiSO_4) (Campagnol et al., 2017).

2.2 Nikel Laterite

Bijih nikel laterit menyumbang lebih dari 60% dari nikel global. Nikel laterit merupakan produk dari pelapukan Serpentinities di bawah kondisi tropis lembab. Nikel dapat terkonsentrasi hingga lebih dari 1,0 wt%. Nikel laterit merupakan 60 – 70% sumber daya Ni dunia, tetapi meskipun nikel laterit ini telah ditambang selama kurang lebih 140 tahun, sampai pada tahun 2000, nikel laterit telah menyumbang kurang dari 40 % dari produksi Ni global, sisanya berasal dari bijih sulfida. Dalam sejarahnya, sebagian besar produksi nikel laterit datang dari wilayah

New Caledonia, yang di mana wilayah tersebut sudah ditambang sejak tahun 1875 (Butt & Cluzel, 2013).

Akhir akhir ini, nikel Laterit sudah mulai banyak ditambang di berbagai daerah dan produksinya telah meningkat, hal tersebut dikarenakan meningkatnya permintaan terhadap nikel laterit oleh beberapa perusahaan, serta adanya teknologi pemrosesan baru dan ketersediaan dari bijih Sulfida yang sudah berkurang. Total produksi nikel dari bijih Laterit meningkat menjadi 46 % dari pasokan global pada tahun 2008, meningkat lagi sebesar 5 persen pada tahun 2010 menjadi 50% dan diperkirakan akan mencapai 60% pada tahun 2014 (Wilburn, 1995).

Bijih nikel laterit pada umumnya diproses untuk menghasilkan produk berupa *ferronickel* yang akan secara langsung digunakan dalam pembuatan baja. Selain itu, sebagian bijih nikel laterit digunakan untuk membuat *melting-grade nickel* dan *nickel matter*. Sedangkan untuk bijih nikel sulfida akan dimurnikan hingga menghasilkan *high-grade nickel*. Nikel laterite dibedakan menjadi 3 jenis berdasarkan komposisi dan posisinya didalam tanah yaitu *limonite*, *smectite*, dan *saprolite*. Meskipun jumlah cadangan nikel laterit masih banyak, pengolahan terhadap bijih nikel laterit masih sangat rendah dibandingkan dengan pengolahan yang dilakukan pada bijih nikel sulfida (Nicolo Campagnol, 2017). Untuk komposisi dari nikel laterit ditampilkan pada Tabel 2.2 berikut

Tabel 2.2 Komposisi Kimia Bijih Nikel Laterit (D. Q. Zhu et al., 2012)

Element	Fe	Ni	FeO	Co	S	P
Content (wt%)	40,09	0,97	1,14	0,089	0,035	0,0063

2.3 *Ferronickel*

Ferronickel merupakan salah satu produk ekstraksi bijih nikel laterit berupa paduan besi dan nikel dengan ciri fisik berwarna metallic silver, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.2. *Ferronickel* berbeda dengan produk-produk hasil ekstraksi nikel lainnya, di mana mempunyai standar komposisi tersendiri, yaitu kadar nikel dalam rentang 25-45%, kobalt 0,6-1,8%, silikon di bawah 1%, fosfor, karbon, dan sulfur di bawah 0,03%, serta besi dengan kadar mengikuti komposisi lain (Elliott et al., 2017).



Gambar 2.1 *Ferronickel* (S. Ramadhan, 2022)

Ferronickel dibagi menjadi dua jenis utama, yaitu *low-grade ferronickel* dan *high-grade ferronickel*. *High-grade ferronickel* merupakan produk *ferronickel* yang memiliki kadar nikel yang tinggi dan kadar besi rendah. Kadar nikel yang tinggi didapatkan dari dengan cara pengurangan potensial reduksi dari proses *smelting* (kontrol rasio CO/CO₂ dalam prosesnya). Pada pembuatan *high-grade ferronickel* sendiri, potensial reduksi dari proses akan berkurang sehingga *recovery* dari nikel dan besi juga rendah, tetapi akan didapatkan kadar nikel yang terkonsentrasi di produk dengan kadar tinggi.

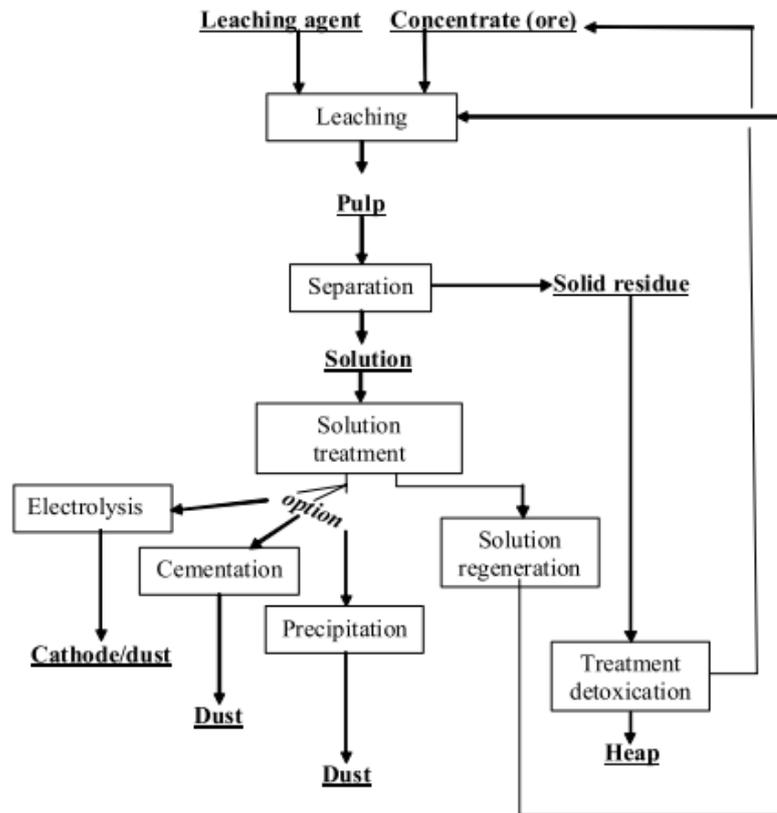
Low-grade ferronickel adalah *ferronickel* yang memiliki kadar nikel yang rendah sedangkan kadar besi yang relatif lebih tinggi. Pada saat pemrosesan nikel laterit menjadi *low-grade ferronickel*, potensial reduksinya lebih tinggi dibandingkan pada pemrosesan *high-grade ferronickel* sehingga akan mendapatkan *recovery* dari nikel dan besi yang cukup tinggi. Dengan efek samping lebih banyak besi yang tereduksi dibandingkan nikel, yang mana menyebabkan kadar nikel dalam produk menjadi lebih rendah (Masalov et al., 2015). Perbandingan antara *low-grade* dan *high-grade ferronickel* dapat dilihat dari Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Komposisi *High Grade Ferronickel* dan *Low Grade Ferronickel* (Elliott et al., 2017)

Kategori	<i>High Grade Ferronickel</i>	<i>Low Grade Ferronickel</i>
Kadar Nikel	≤ 40%	20-25%
<i>Recovery</i> Besi	15-30%	45-65%
<i>Recovery</i> Nikel	~90%	~95%
Kebutuhan Energi	Rendah	Tinggi

2.4 Hidrometalurgi

Hidrometalurgi secara empiris tersusun dari dua kata yaitu “*hydro*” yang berarti air, dan “*metallurgy*” yang berarti logam. Secara keseluruhan, hidrometalurgi didefinisikan sebagai ilmu dan metode pengolahan atau ekstraksi material dari bijih yang dilarutkan dengan menggunakan pelarut kimia tertentu. Secara historis, proses hidrometalurgi mulai dikembangkan sejak abad ke-20 atau pada tahun 1970-an. Hingga saat ini, riset dan aplikasi terkait proses hidrometalurgi masih dikembangkan karena prospeknya yang sangat menjanjikan. Dalam hidrometalurgi terdapat dua proses utama, yaitu *leaching* dan *separation* pada Gambar 2.3 (Havlik, 2005).

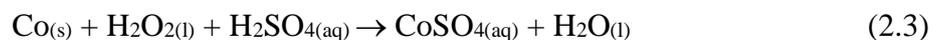
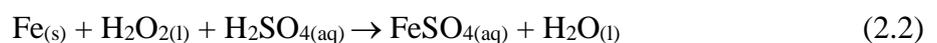


Gambar 2.2 Skema Proses Hidrometalurgi (Havlik, 2005)

Proses terpenting pada hidrometalurgi adalah proses *leaching*. Karena proses ini menentukan laju dan efisiensi perubahan logam menjadi larutan yang mempengaruhi sebagian besar parameter ekonomi dari seluruh proses. Efisiensi dari proses *leaching* harus ditentukan dengan mengkaji proses dari aspek termodinamikanya, yaitu mengidentifikasi agen apa saja yang berinteraksi bersama. Beberapa faktor yang mempengaruhi proses *leaching* antara lain temperatur selama proses *roasting*, konsentrasi reaktan, ukuran partikel sampel dan pH, waktu lamanya proses *leaching*. Apabila kombinasi dari faktor-faktor tersebut tepat, maka proses *leaching* akan optimal (Havlik, 2005).

2.5 *Leaching*

Leaching adalah proses untuk merubah bentuk padatan menjadi larutan melalui reaksi kimia (Engelsen, 2020). Proses *leaching* nikel, asam sulfat dan asam nitrat digunakan dalam proses *leaching* dan bisa menghasilkan *recovery* logam lebih tinggi dibanding dengan asam organik lainnya, seperti asam oksalat (Astuti et al., 2016). Untuk reaksi *leaching* pada penelitian dapat dilihat pada Reaksi 2.1, 2.2 dan 2.3 berikut.



Hasil *recovery* dari logam yang dilakukan pengolahan dengan metode *leaching* dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain:

1. Temperatur

Temperatur yang digunakan dalam proses *leaching* akan mempengaruhi kinetika reaksi. Peningkatan temperatur akan menambah efisiensi proses *leaching*, namun pada kondisi tertentu dimungkinkan menunjukkan kenaikan efisiensi yang tidak signifikan. Penggunaan temperatur yang terlalu tinggi juga dapat menyebabkan degradasi dan teroksidasinya *leaching agent* (leachant). Khusus untuk proses *leaching* logam nikel, temperatur tinggi tidak terlalu diharapkan karena dapat menyebabkan degradasi dan oksidasi leachant yang digunakan (S. G. Zhu et al., 2012).

2. Rasio *solid:liquid*

Apabila rasio *solid/liquid* semakin kecil, maka efisiensi proses *leaching* akan meningkat. Hal ini dikarenakan larutan *leaching agent* yang berfungsi untuk melarutkan logam semakin bertambah sehingga akan memperbesar luas kontak (Golmohammadzadeh et al., 2018).

3. Penambahan senyawa lain

Untuk meningkatkan nilai *recovery* mineral, beberapa penelitian mengenai proses *leaching* mineral menambahkan beberapa senyawa lain yang berperan sebagai reduktor/oksidator (sulfur dioksida, hidrogen peroksida) dan garam (NaCl). Penambahan reduktor/oksidator dapat mempengaruhi proses redoks dalam proses *leaching*, sedangkan penambahan garam akan mengakibatkan terjadinya proses kompleksasi ion logam dengan ion negatif yang tergantung dalam asam (Wanta et al., 2016).

4. Kecepatan pengadukan

Semakin tinggi dan lama putaran pengadukan, maka partikel logam akan semakin terdistribusi merata dalam *leaching agent* sehingga permukaan kontakannya meluas dan proses difusi dapat berlangsung terus menerus. Pengaruh faktor pengadukan hanya ada bila laju pelarutan memungkinkan (Lee & Rhee, 2003).

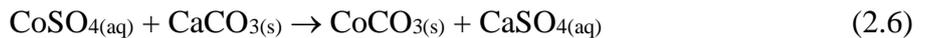
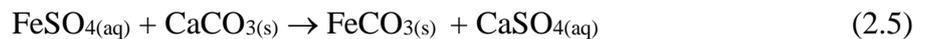
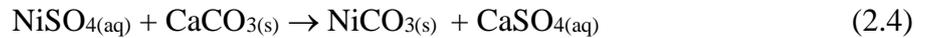
2.6 Presipitasi

Secara umum, tahap pertama dalam proses pengolahan hidrometalurgi adalah proses *leaching*. Proses *leaching* dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai macam aditif seperti asam sulfat, amonia, atau asam klorida pada lingkungan tekanan atmosfer ataupun tekanan tinggi. Larutan hasil proses *leaching* sebagian besar mengandung besi sehingga harus melalui rangkaian proses separasi atau pemisahan seperti *precipitation*, *solvent extraction*, dan *electrowinning* (Jiménez Correa et al., 2016).

Larutan hasil proses *leaching* dapat disebut sebagai *leachant*. Larutan *leachant* ini masih mengandung *impurities* dan juga bersifat sangat asam. Diperlukan agen presipitasi untuk mengendapkan serta menghilangkan *impurities* yang terkandung pada larutan. Selain nikel dan kobalt, bijih nikel laterit mengandung berbagai macam *impurities* seperti besi, tembaga, magnesium, mangan, silikon, kalsium, aluminium, dan kromium. Komposisi dari masing-masing unsur ini tergantung pada letak dari bijih ditambang. Oleh karena itu, sebelum proses *refining* dari nikel dan kobalt, perlu dilakukan proses presipitasi untuk menghilangkan unsur-unsur yang tidak diinginkan karena unsur tersebut dapat membuat proses *refining* menjadi tidak maksimal ataupun akan mempengaruhi kemurnian dari nikel dan kobalt pada produk akhir (Z. Zhu et al., 2010).

Salah satu metode pemisahan *impurities* yang paling sering digunakan adalah metode presipitasi. Dengan metode presipitasi, unsur-unsur yang tidak diinginkan akan diendapkan dengan penambahan aditif yang bersifat basa untuk membentuk senyawa logam yang tidak larut. Presipitasi besi merupakan metode yang paling sering digunakan untuk mendapatkan

larutan dengan konsentrasi besi yang rendah. Salah satu bahan tambahan yang digunakan untuk adalah kalsium karbonat (CaCO_3). Metode pengendapan dengan CaCO_3 dalam prosedur presipitasi penelitian ini untuk menghilangkan kontaminan yang tersisa dalam filtrat *leachant*. Pada Reaksi 2.4, 2.5, dan 2.6 merupakan reaksi yang terjadi pada proses presipitasi (Danny Momat Kilangy, 2021).



Proses pengendapan akan terjadi sebagai hasil dari reaksi, pengendalian pH sangat penting dalam prosedur ini untuk menentukan unsur yang akan dihilangkan. Penambahan CaCO_3 yang merupakan basa kuat ditambahkan ke dalam larutan *leachant* yang bersifat asam untuk mengubah pH larutan sehingga mempengaruhi konsentrasinya. Untuk menjaga agar pH larutan tetap terkendali, langkah presipitasi biasanya dilakukan secara bertahap. Untuk mengendapkan pengotor besi, pH larutan diatur. Nilai pH pada kondisi dimana besi mulai mengendap berada pada pH 2,5. Jumlah besi yang diendapkan meningkat dengan nilai pH, akan tetapi kadar nikel menurun dengan seiring meningkatnya pH. Pada kondisi ini senyawa yang mengendap adalah FeCO_3 yang terbentuk pada Reaksi 2.5, FeCO_3 dapat terbentuk dan cenderung untuk mengendap karena memiliki nilai $K_{sp} = 11,42 \times 10^{-11}$ dan Q_c sebesar $-10,91 \times 10^{-11}$. Apabila nilai Q_c lebih besar daripada K_{sp} nya, maka dia akan mengendap, sesuai dengan proses presipitasi yang terjadi di mana FeCO_3 mengendap (Benezeth, 2009). Pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, proses presipitasi yang dilakukan hingga mencapai pH 3,01 yang merupakan nilai optimal dari pengendapan besi, selanjutnya juga didapatkan nilai *recovery* nikel yang tinggi yaitu 97,5% (Danny Momat Kilangy, 2021).

2.7 Proses Kristalisasi

Kristalisasi merupakan proses pemurnian suatu kristal, dapat diartikan juga kristalisasi adalah suatu pemebentukan partikel padatan di dalam sebuah fasa homogen. Proses kristalisasi telah menjadi proses yang penting pada pemisahan dan pemurnian di industri karena produk yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian tinggi. Proses kristalisasi ini dimulai dari nukleasi yaitu pembentukan inti kristal baru dan selanjutnya akan terjadi pertumbuhan kristal. Pemanasan larutan berakibat pada menguapnya zat pelarut yang membuat larutan berada pada kondisi jenuh. Larutan yang berada pada kondisi jenuh atau saturasi membuat zat terlarut yang terkandung di dalam larutan berada pada keadaan tidak stabil hingga akhirnya menuju pada kondisi stabilnya dengan membentuk kristal. Faktor yang mempengaruhi hal tersebut diantaranya temperatur, ukuran kristal, *solubility* dan *impurities* (Tung, 2009). Proses yang terjadi pada kristalisasi antara lain :

1. Nukleasi

Nukleasi adalah pembentukan inti kristal baru. Nukleasi terbagi mejadi 2 jenis yaitu nukleasi primer dan sekunder. Nukleasi primer terjadi pada sistem yang belum terkandung kristal dan dapat terjadi secara spontan disebabkan tercapainya *supersaturation* yaitu kondisi di mana konsentrasi *solute* dalam suatu larutan melebihi konsentrasi jenuhnya kemudian cenderung untuk membentuk kristal. Untuk nukleasi sekunder dapat terjadi dikarenakan induksi dari ksital yang sudah terkandung dalam larutan induk, mengalami kontak dengan partikel lain. *Impurities* dapat mempengaruhi nukleasi dengan

menghambat proses pembentukan inti kristalnya, di mana memperlambat waktu induksi (Fachry et al., 2008).

2. Pertumbuhan Kristal

Merupakan penambahan besar dari ukuran kristal yang sudah terbentuk. Pada dasarnya pertumbuhan adalah fenomena transfer massa dari fasa cair ke fasa padat (kristal). Faktor dari pertumbuhan kristal dipengaruhi oleh temperatur, ukuran kristal, dan *impurities* (Fachry et al., 2008).

2.8 Nickel (II) Sulphate Hexahydrate (NiSO₄.6H₂O)

Kristal NiSO₄.6H₂O merupakan bahan utama dalam pembuatan katoda baterai NMC (*nickel manganese cobalt*). NiSO₄.6H₂O disebut juga *nickel sulphate hexahydrate* (NSH). Ciri fisik dari NSH seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.3. Nikel sulfat sendiri diproduksi melalui proses *leaching* menggunakan asam sulfat dari bijih nikel maupun *matte*. Secara keseluruhan, alur pembuatan nikel sulfat adalah Penambangan bijih nikel, *benefisiasi*, *dryin*, *roasting*, *smelting*, dan *refining*.



Gambar 2.3 α -NiSO₄.6H₂O *Single Crystals* (Abdul et al., 2021)

Karakteristik dari senyawa NiSO₄ dipelajari oleh banyak peneliti, senyawa ini menarik banyak perhatian karena hampir setengah dari produksi nikel adalah berdasarkan hasil elektrolisis dari bentuk garamnya (NiSO₄). NiSO₄.6H₂O terkristalisasi ke dalam 2 *polymorphs* yaitu α -NiSO₄.6H₂O dan β -NiSO₄.6H₂O. Sifat fisik dari kristal α -NSH berwarna hijau kebiruan dengan bentuk *tetragonal* sedangkan kristal β -NSH berwarna hijau terang dan berbentuk *monoclinic*. Kristal β -NSH berwarna hijau terang dan berbentuk *monoclinic* (Kathiravan et al., 2016). Kristal α -NSH merupakan salah satu material yang paling populer, salah satunya sebagai material utama pada *solar-blind filters*. Kristal α -NiSO₄.6H₂O mengalami proses kristalisasi dari larutannya pada temperatur lebih dari 31,5°C, sedangkan kristal heptahidrat (NiSO₄.7H₂O) terbentuk pada temperatur dibawah 31,5°C. Fasa α -NSH akan terkonversi menjadi β -NSH pada temperatur 53,8 °C (Masalov et al., 2015). Untuk komposisi pada kristal NiSO₄.6H₂O dapat kita lihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Komposisi NiSO₄.6H₂O (Petrova et al., 2012)

Komposisi	Wt (%)
Ni	22,3298 %
S	12,1991 %
H	60,8695 %
O	4,6016 %

Fe	< 0,0001 %
Co	< 0,001 %
Ca	< 0,0001 %

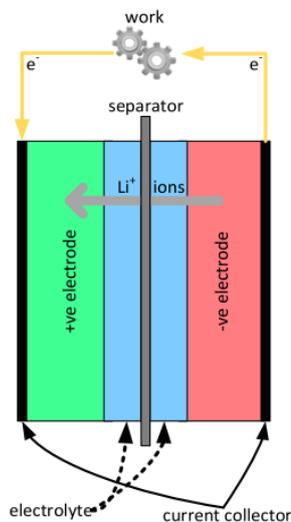
2.9 Baterai *Lithium Nickel Manganese Cobalt* (NMC)

Berdasarkan material penyusun katodanya, baterai Li-ion dibedakan menjadi 5 jenis, yaitu *lithium cobalt oxide* (LCO), *nickel manganese cobalt* (NMC), *lithium nickel cobalt aluminium* (NCA), *lithium iron phosphate* (LFP), dan *lithium manganese oxide* (LMO). Dari kelima jenis baterai Li-ion tersebut, baterai yang mempunyai sifat paling unggul untuk pengaplikasian pada *Electric Vehicle* adalah baterai *nickel manganese cobalt* (NMC). Baterai NMC mempunyai densitas energi yang tinggi yaitu sebesar 0,6 kWh/kg dan mempunyai *life cycle* cukup tinggi, sekitar 2000-3000 kali (Nicolo Campagnol, 2017). Untuk perbandingan beberapa jenis baterai ditunjukkan pada Tabel 2.5 berikut.

Tabel 2.5 Perbandingan Performa Dari Kelima Jenis Baterai Li-Ion (Nicolo Campagnol, 2017)

Material	Cost (USD/kWh)	Energy Density (kWh/Kg)	Ni Content
LCO	Low	0,54	0
NMC	Mid	0,60	0,69 (51wt%)
LMO	High	0,41	0
NCA	Mid	0,72	0
LFP	High	0,53	0,68 (49wt%)

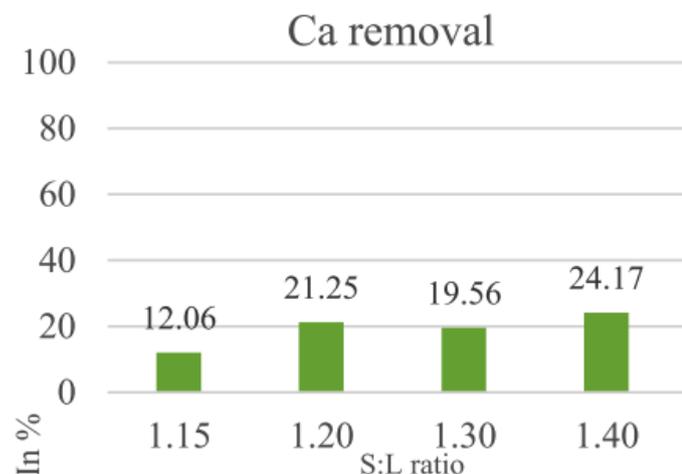
Baterai NMC merupakan bentuk baterai li-ion yang menggunakan campuran nikel, mangan, dan kobalt sebagai bahan katoda, sedangkan anodanya sama dengan baterai *lithium-ion* konvensional. Baterai *lithium-ion* adalah sistem penyimpanan energi yang memanfaatkan reaksi penyisipan antara dua elektroda mereka, dengan *lithium* berfungsi sebagai pembawa ion negatif. Elektrolit yang digunakan berbeda berdasarkan jenis elektroda. Namun, sebagian besar terdiri dari campuran garam litium dan pelarut organik untuk mencegah korsleting internal dan mengalirkan aliran ion litium melalui elektroda. Gambar 2.4 di bawah menggambarkan baterai Li-ion secara umum (Miao et al., 2019).



Gambar 2.4 Skema Baterai Li-ion (Miao et al., 2019)

2.10 Pengaruh Variasi Perbandingan *Solid:Liquid* Pada Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi

Setelah dilakukan proses *leaching*, bijih nikel kemudian diproses presipitasi untuk mengendapkan pengotor yang masih ada menggunakan aditif CaCO_3 . Hasil dari proses presipitasi ini selanjutnya akan diproses kristalisasi untuk mendapatkan kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Selanjutnya akan dilakukan pencucian untuk mengurangi residu atau pengotor yang masih tersisa ketika proses kristalisasi menggunakan aquadest dengan variasi perbandingan antara massa kristal dengan volume aquades. (*Solid:Liquid*). Rasio dari *Solid:Liquid* memiliki pengaruh langsung terhadap efisiensi pencucian dan meningkatnya penghilangan pengotor seperti Cl, Ca, S dan N (Singhal et al., 2021). Pengaruh dari variasi *solid:liquid* dapat dilihat pada Gambar 2.5 berikut.



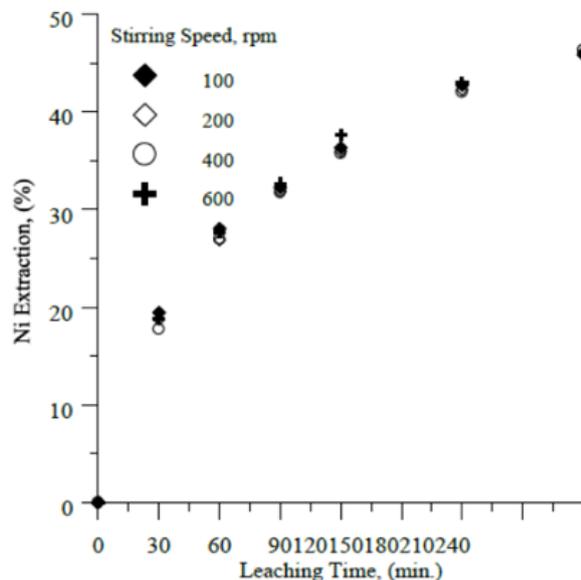
Gambar 2.5 Pengaruh Variasi *Solid:Liquid* Terhadap Penghilangan Ca (Singhal et al., 2021)

Garam CaSO_4 merupakan senyawa yang sukar larut dalam air, oleh karena itu ketika kristal yang mengandung garam CaSO_4 dilarutkan dalam air, CaSO_4 akan cenderung untuk mengendap dan tidak ikut larut (Wirsching, 2000). Dengan bertambahnya perbandingan

solid:liquid yang digunakan, semakin bertambahnya air yang akan bereaksi dengan CaSO_4 , oleh karena itu semakin banyak CaSO_4 yang mengendap.

2.11 Penelitian Sebelumnya

Pada tahun 2012 dilakukan penelitian oleh Tevlik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari kecepatan pengadukan terhadap nilai nikel pada proses *leaching*. Proses *leaching* menggunakan nikel laterit dengan ukuran partikel sebesar $-106 \mu\text{m}$ dengan menggunakan media asam sulfat 0,5 M. Penelitian dilakukan dengan 4 variasi kecepatan pengadukan, yaitu 100, 200, 400 dan 600 rpm (Agacayak & Zedef, 2012). Untuk perbandingan dari ke 4 variasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.6 berikut.



Gambar 2.6 Recovery Nikel terhadap Kecepatan Pengadukan Saat Proses *Leaching* (Agacayak & Zedef, 2012)

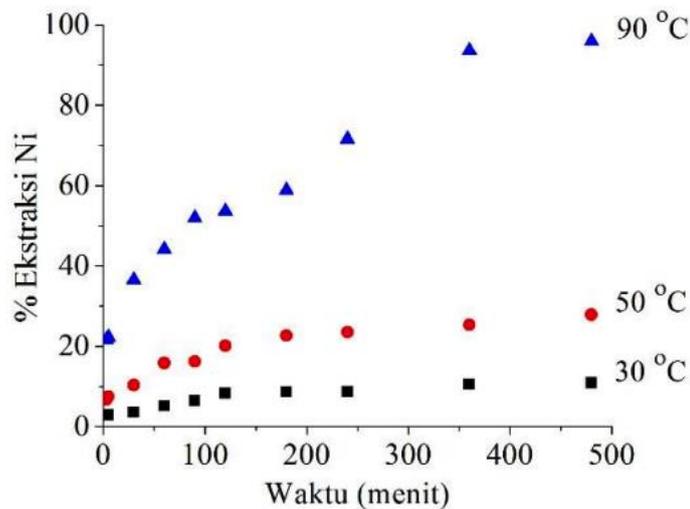
Berdasarkan grafik Gambar di atas, kecepatan pengadukan selama proses *leaching* yang optimal adalah pada kecepatan pengadukan 200 rpm, hal tersebut karena pada gambar terlihat peningkatan paling stabil terjadi pada 200 rpm, oleh karena itu dapat dikatakan kecepatan pengadukan Ketika proses *leaching* paling stabil dengan kecepatan 200 rpm (Agacayak & Zedef, 2012).

Pada tahun 2014 dilakukan penelitian oleh Altansukh, penelitian ini berfokus pada pengembangan hidrometalurgi untuk memulihkan Ni dan Co dari bijih laterit kadar rendah. Proses yang dikembangkan terdiri dari 2 tahap yaitu *leaching* dan *precipitation*. Sampel yang digunakan yaitu bijih nikel laterit yang berasal dari Papua Nugini. Sampel ini mengandung 48,12% Fe, 1,8% Al, 0,95% Ni, 0,29% Cr, 0,07% Co dan 0,15% Mg. Pada tahap pertama yaitu proses *leaching* dilakukan dengan *autoclave* menggunakan larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 0,5 mol/L, temperatur 180°C , waktu *leaching* 1 jam, dan tekanan 2 MPa. Sampel yang digunakan memiliki ukuran rata-rata 29,9 mikron dan densitas 100 g/L. Setelah proses *leaching* selesai, hasil larutan memiliki komposisi 100% Co, 60% Ni, 10% Fe, 70% Al dan 30% Cr, kemudian juga terdapat residu dengan komposisi 90% Fe, 30% Al, 70% Cr dan 40% Ni (Altansukh et al., 2014).

Pada tahap kedua yaitu proses presipitasi dengan CaCO_3 sebagai aditif yang digunakan (pH 3,8) dengan waktu selama 20 menit, temperatur di atas 50°C dan kecepatan pengadukan

600 rpm. Pada proses ini menggunakan larutan bekas *leaching* tadi sebanyak 50 ml Setelah proses presipitasi selesai, terbentuk larutan hasil presipitasi dengan komposisi 98% Co, dan 60% Ni. Kemudian juga terdapat residu dengan komposisi 9,8% Fe, 69% Al, 30% Cr dan 2% Co. Setelah presipitasi, terdapat proses sulfurase dengan tujuan meningkatkan kembali nilai nikel dan cobalt, akan tetapi pada di penelitian ini perlakuan Sulfurasi ini berdampak kurang baik karena menurunkan kadar Ni dari 60% menjadi 55% (ALTANSUKH et al., 2014).

Pada tahun 2018 dilakukan penelitian oleh Febriana dkk. Pelindian dengan reagen pelindi asam sulfat untuk mengekstraksi nikel dari bijih limonit Halmahera telah diteliti. Karakterisasi bijih dilakukan dengan menggunakan XRD (*x-ray diffraction*), XRF (*x-ray fluorescence*), dan SEM (*scanning electron microscopy*). Percobaan pelindian dilakukan pada tekanan atmosfer. Kinetika pelindian dipelajari dengan mengikuti model *shrinking core*. Pengaruh temperatur dan waktu yang dipelajari yaitu pada temperatur 30, 50, dan 90 °C dengan waktu pelindian hingga 480 menit, dengan konsentrasi H₂SO₄ sebesar 1 M (Eni Febriana, 2018). Pengaruh temperatur pelindian ini bisa dilihat pada Gambar 2.7 berikut.



Gambar 2.7 Pengaruh Temperatur Pelindian Terhadap % Ekstraksi Ni Selama 480 Menit Pelindian (Eni Febriana, 2018)

Temperatur mempunyai pengaruh yang cukup besar dalam proses ekstraksi logam. Dapat dilihat pada gambar semakin tinggi temperatur pelindian, % ekstraksi Ni yang diperoleh juga semakin tinggi. Pada 30°C nilai % ekstraksi Ni sebesar 10,8% setelah 480 menit waktu pelindian, pada 50°C nilai % ekstraksi Ni meningkat menjadi 27,8%, dan pada 90°C, nilai dari % ekstraksi Ni meningkat signifikan menjadi 95,9%. Dari data tersebut dapat dikatakan variasi temperatur paling ideal dilakukan pada temperatur 90°C karena nilai % ekstraksi Ni nya paling tinggi.

Pada tahun 2019 dilakukan penelitian oleh Henokh, penelitian mengenai *recovery* nikel dari *ferronickel* dengan proses *leaching* untuk sintesis NiSO₄.6H₂O, pada penelitian ini konsentrasi bahan dasar yang digunakan adalah nikel sulfat, kemudian H₂SO₄ yang digunakan sebagai pelarut memiliki 5 variasi yaitu 1 M; 1,5 M; 2 M; 2,5 M dan 3 M, selanjutnya pemanasan pada temperatur 90°C selama 6 jam dengan kecepatan pengadukan sebesar 60 rpm. Dilakukan 5 variasi konsentrasi dengan tujuan mendapatkan pengaruh konsentrasi terhadap komposisi kimia, *Recovery* dan senyawa NiSO₄.6H₂O. Dari variasi konsentrasi tersebut didapatkan kesimpulan yaitu, yield tertinggi untuk larutan filtrat sebelum proses presipitasi sebesar 20,35%

pada variasi konsentrasi asam sulfat 3M, dan untuk larutan filtrat sesudah proses presipitasi sebesar 12,36% pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dan 2,5M. Untuk variasi konsentrasi asam sulfat dengan hasil yield paling optimal yaitu konsentrasi asam sulfat 2M karena memiliki pengurangan kadar nikel yang lebih kecil daripada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M dan 3M. Kadar nikel tertinggi yang didapat dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ adalah 23,8% yaitu pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M namun masih terdapat senyawa NiO dan FeNi dalam produk yang dihasilkan pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M. Komposisi kimia paling optimal yaitu pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dengan kadar nikel 14,02% tanpa ada senyawa NiO dan FeNi yang tersisa dari produk (Abdul et al., 2021).

Pada 2021 dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi waktu *Leaching Ferronickel* dari *Mini Blast Furnace* terhadap *yield elements* Fe, Ni, dan Co untuk sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ oleh Febriana. Penelitian berfokus pada proses *leaching ferronickel* dengan variasi waktu saat proses *leaching* yaitu 2,4,6,8, dan 10 jam. Hasil pengujian AAS pada filtrat hasil *leaching* menunjukkan bahwa nilai *recovery* yang optimal didapatkan pada variasi waktu 6 jam, dimana kadar unsur Fe, Ni, dan Co yang dihasilkan setelah proses *leaching* masing-masing sebesar 7960 mg/L, 3589 mg/L, dan 32,75 mg/L. Hasil akhir dari penelitian ini mendapatkan bahwa kadar logam Ni hanya 19,19 %, sehingga disarankan untuk melakukan penelitian lanjutan untuk meningkatkan kadar Ni yang terkandung dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk (Pintowantoro et al., 2021).

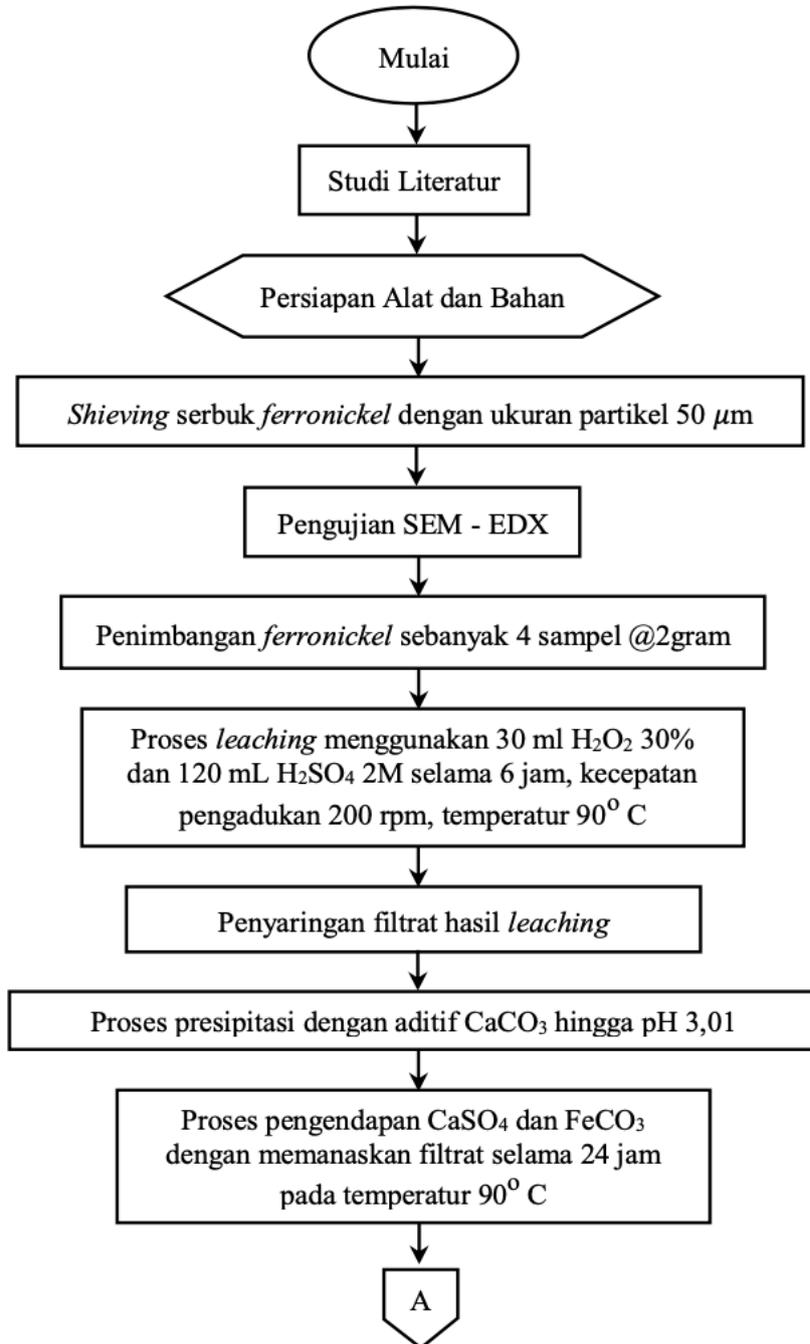
Pada tahun 2021 telah dilakukan penelitian oleh Danny Momat, Penelitian bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi pH pada proses presipitasi terhadap *recovery* Ni, Fe dan Co untuk sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. proses *leaching* dilakukan menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dan hidrogen peroksida H_2O_2 , selanjutnya proses presipitasi dilakukan menggunakan aditif CaCO_3 dengan variasi pH 1,96, 3,01, 4,03, 5,04 dan 6 yang kemudian dilanjutkan dengan proses kristalisasi pada temperatur 70°C selama 2 jam. Untuk menganalisa konsentrasi logam pada filtrat hasil presipitasi dilakukan pengujian AAS, sedangkan produk hasil kristalisasi dianalisis dengan menggunakan pengujian SEM-EDX dan XRD. Didapatkan senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada seluruh variasi pH dan hasil terbaik pada pH 3,01 dimana konsentrasi Ni meningkat menjadi 5037 ppm, Co meningkat menjadi 73,5 pmm sedangkan konsentrasi Fe menurun hingga 301 ppm. Hasil akhir dari penelitian ini mendapatkan kadar logam Ni sebesar 22,61 %, Fe 2,24%, dan Ca 3,8% (Danny Momat Kilangy, 2021).

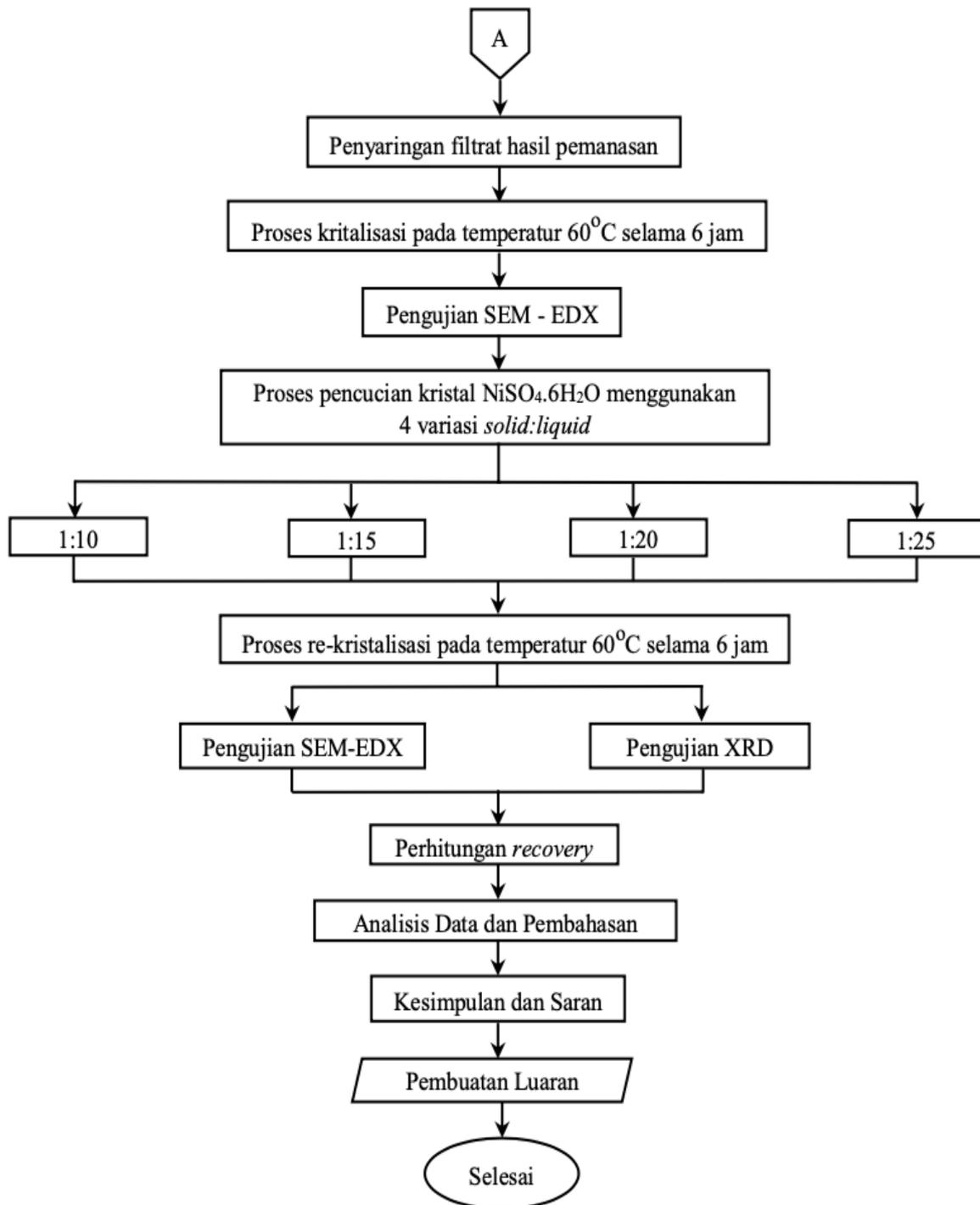
Pada tahun 2022, dilakukan penelitian yang berfokus pada pengaruh metode pencucian terhadap hasil kristalisasi dari larutan *Leaching Ferronickel* menggunakan aditif CaCO_3 untuk sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ oleh Ramadhan. Variasi yang digunakan pada penelitian ini adalah variasi media pencuci yang digunakan yaitu *aquadest*, *methanol*, *brine*, *ethanol*, dan *isopropyl alcohol*. Setelah dilakukannya pengujian serta analisis data, didapatkan kesimpulan bahwa *aquadest* merupakan variabel larutan pencuci terbaik. Didapatkan data konsentrasi Ni pada *aquadest* adalah 64,01 % NiO dengan kadar Ca hanya menyisakan 2,04 % CaO, nilai *recovery* Ni pada variabel pencuci *aquadest* yaitu 94,47 % dan *separation efficiency* Ni nya juga yang tertinggi sebesar 79,79 %. Grade Ni yang dihasilkan adalah 20,73 %. Hal ini dikarenakan *aquadest* merupakan air murni hasil distilasi yang tidak mengandung pengotor serta senyawa aktif dan memiliki tingkat kelarutan yang baik terhadap kristal nikel sulfat sehingga tidak mengubah kandungan Ni pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk (S. A. Ramadhan et al., 2022). Untuk lebih jelasnya, Tabel 2.6 dibawah menampilkan aspek pembandingan dan hasil dari penelitian-penelitian sebelumnya.

**BAB III
METODOLOGI PENELITIAN**

3.1 Metode Penelitian

Adapun metodologi penelitian yang digunakan pada penelitian kali ini





Gambar 3.1 Diagram Aliran Penelitian

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

1. Preparasi

Pada saat preparasi, *ferronickel* diayak untuk didapatkan ukuran partikel 50 μm menggunakan ayakan, kemudian hasil dari ayakan tersebut akan ditimbang menggunakan timbangan digital menjadi 4 sampel dengan massa tiap sampel adalah 2 gram.

2. *Leaching*

Serbuk *ferronickel* kemudian akan dilakukan proses *leaching* dengan pertama mencampurkan serbuk dengan larutan H_2O_2 dan H_2SO_4 di dalam *beaker glass*. Setelah itu larutan yang telah direaksikan tadi dimasukkan ke dalam tabung kepala dan diletakkan di atas *hot plate* dan *Magnetic stirrer* dengan ketetapan yang digunakan. Fungsi dari *hot plate* dan untuk menjaga temperatur tetap konstan selama proses *leaching*. Tabung kepala tiga disambungkan ke kondensor untuk mendinginkan kembali atau mengembungkan kembali gas yang telah menguap, kondensor juga disambungkan ke pompa air yang bertujuan untuk memberikan air ke kondensor. Di dalam *gelas beaker* dimasukkan *magnetic bar* untuk mengaduk ketika proses *leaching*. Setelah selesai, filtrat *leaching* akan disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapan pengotor yang mengendap.

3. Presipitasi

Pada proses presipitasi, alat yang digunakan adalah *hot plate*, *magnetic stirrer*, *beaker glass* dan bahan yang digunakan adalah serbuk $CaCO_3$. Pada proses presipitasi juga digunakan pH meter digital untuk mengetahui pH yang ada pada presipitai. Saat proses selesai, kertas saring digunakan untuk menyari endapan pengotor yang mengendap.

4. Kristalisasi

Oven digunakan untuk mengkristal larutan filtrat setelah presipitasi menjadi kristal $NiSO_4 \cdot 6H_2O$. Filtrat presipitasi diletakkan pada *evaporation dish* setelah itu diletakkan di dalam oven.

5. Pencucian

Pencucian menggunakan aquades, kristal diletakkan ke dalam *gelas beaker* kemudian ditambahkan aquadest untuk mengendapkan garam pengotornya. Setelah proses selesai dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapan pengotornya.

3.3 Metode Penelitian

Berikut adalah langkah-langkah untuk memproses percobaan ini:

3.3.1 Preparasi Sampel *Ferronickel*

Ferronickel yang digunakan pada penelitian ini merupakan hasil peleburan bijih nikel pada *mini blast furnace* di Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS Surabaya. Berikut adalah tata cara penyiapan sampel *ferronickel*:

1. *Grinding* dan *sizing* sampel *ferronickel* untuk menghasilkan sampel berukuran 50 mikron yang homogen.
2. Melakukan pengujian SEM-EDX pada sampel *ferronickel* untuk mengetahui komposisi kimianya.
3. Menimbang sampel *ferronickel* sebanyak 4 sampel dengan berat masing-masing 2 gram.

3.3.2 Proses *Leaching*

Pada proses *leaching*, larutan yang digunakan adalah larutan asam sulfat (H_2SO_4) sebanyak 120 ml 2M dan H_2O_2 30% sebanyak 30 ml. Proses *leaching* dilakukan pada temperatur $90^\circ C$ selama 6 jam dengan kecepatan pengadukan 200 rpm. Setelah proses *leaching* selesai, filtrat dan residu dipisahkan dari produk *leaching* menggunakan metode penyaringan dengan menggunakan kertas saring. Adapun teknik untuk proses *leaching* adalah sebagai berikut:

1. Membuat larutan asam sulfat (H_2SO_4) 2 M sebanyak 120 ml menggunakan Persamaan 3.1 sebagai berikut:

$$M1 \times V1 = M2 \times V2 \quad (3.1)$$

Di mana M1 adalah konsentrasi larutan awal dan V1 adalah volume larutan awal, M2 adalah konsentrasi larutan akhir dan V2 adalah volume larutan akhir.

2. Menyiapkan larutan *leaching* dengan cara mencampurkan larutan asam sulfat 2M sebanyak 120 ml dengan larutan asam peroksida (H₂O₂) 30% sebanyak 30 ml
3. Melakukan proses *leaching* selama 6 jam dengan variabel konstan kecepatan pengadukan 200 rpm dan temperatur 90°C.
4. Melakukan penyaringan filtrat untuk memisahkannya dari residu yang tertinggal dari proses *leaching*.

3.3.3 Proses Presipitasi

Proses presipitasi dilakukan untuk mengendapkan pengotor dan meningkatkan *recovery* nikel. Adapun prosedur presipitasi adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan serbuk CaCO₃ sebagai agen penetral.
2. Melakukan proses presipitasi dengan cara menambahkan serbuk CaCO₃ terhadap filtrat hasil proses *leaching* dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer hingga mencapai pH 3,01 dengan tujuan mengendapkan pengotor.
3. Melakukan penyaringan dengan kertas saring untuk memisahkan antara filtrat dan residu hasil presipitasi.

3.3.4 Proses Pemanasan

Tujuan dari proses pemanasan adalah untuk mengendapkan FeCO₃ yang masih ada setelah proses presipitasi. Proses ini dilakukan menggunakan oven. Adapun prosedur kristalisasi adalah sebagai berikut:

1. Melakukan proses pemanasan terhadap filtrat hasil presipitasi yang telah disaring menggunakan oven dengan temperatur 90°C dan waktu 24 jam
2. Setelah 24 jam dilakukan penyaringan dengan kertas saring untuk memisahkan hasil endapan yang terbentuk

3.3.5 Proses Kristalisasi

Tujuan Proses kristalisasi bertujuan untuk memperoleh produk kristal NiSO₄.6H₂O. Proses kristalisasi dilakukan dengan memanaskan larutan di dalam oven pada temperatur 60°C selama kurang lebih 6 jam :

1. Melakukan proses kristalisasi terhadap filtrat hasil pemanasan pada temperatur 60°C selama 6 jam.
2. Menimbang hasil kristalisasi.
3. Melakukan pengujian SEM-EDX untuk mengetahui komposisi kimia kristal sebelum pencucian.

3.3.6 Proses Pencucian

Proses pencucian bertujuan untuk memisahkan kristal nikel sulfat yang larut dalam aquades dengan kristal kalsium sulfat, yaitu dengan cara menurunkan kelarutan dari kalsium sulfat itu sendiri. Proses pencucian dilakukan dengan variasi perbandingan *solid* dan *liquid* dengan perbandingan massa kristal (gr) : volume aquades (ml) yaitu 1:10, 1:15, 1:20, dan 1:25. Adapun prosedur pencuciannya adalah sebagai berikut.

1. Melarutkan kristal nikel sulfat dengan larutan aquades dengan perbandingan 1 gram kristal/10 ml aquades, 1 gram kristal/15 ml aquades, 1 gram kristal/20 ml aquades, dan 1 gram kristal/25 ml aquades. Tunggu hingga seluruh kristal terlarut.
2. Menyaring larutan dengan kertas saring untuk memisahkan filtrat nikel sulfat dan residu pencucian.
3. Melakukan kristalisasi kembali pada temperatur 60°C

4. Menimbang hasil kristalisasi.
5. Melakukan pengujian SEM-EDX dan XRD untuk mengetahui komposisi kimia dan senyawa yang terbentuk dari proses kristalisasi setelah pencucian.

3.3.7 Perhitungan *Recovery*

Proses perhitungan *recovery* bertujuan untuk mengetahui efisiensi proses berdasarkan pada kandungan unsur yang didapatkan pada produk dibandingkan dengan kandungan pada sampel, berikut merupakan Persamaan 3.2 yang digunakan pada perhitungan *recovery*:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Metals Content in Product} \times \text{Product Mass}}{\text{Metal Content in Sampel} \times \text{Sample Mass}} \quad (3.2)$$

3.4 Pengujian

Dalam penelitian ini, digunakan tiga metode pengujian sebagai berikut:

3.4.1 *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) Testing*

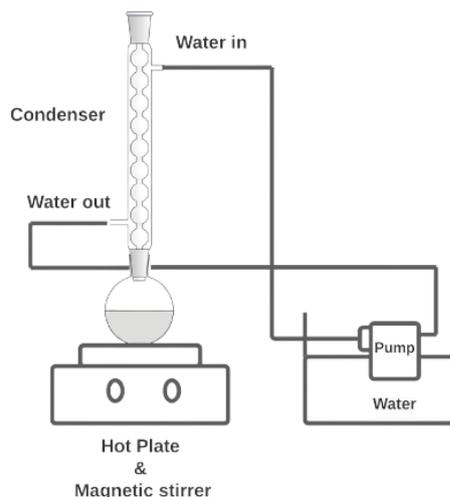
Pengujian SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia serbuk *ferronickel* dan komposisi kimia kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dari hasil kristalisasi sebelum dan sesudah pencucian. SEM-EDX atau EDX merupakan alat tambahan dalam SEM untuk mengidentifikasi elemen dan proporsi relatifnya dalam sampel, dan EDX merupakan alat tambahan dalam SEM untuk mengidentifikasi suatu unsur dan proporsi relatifnya.

3.4.2 X-Ray Diffractometer (XRD) Testing

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ hasil kristalisasi setelah pencucian. Pengujian ini menggunakan alat PAN *Analytical XRD* yang berada di Laboratorium Karakterisasi Material di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS.

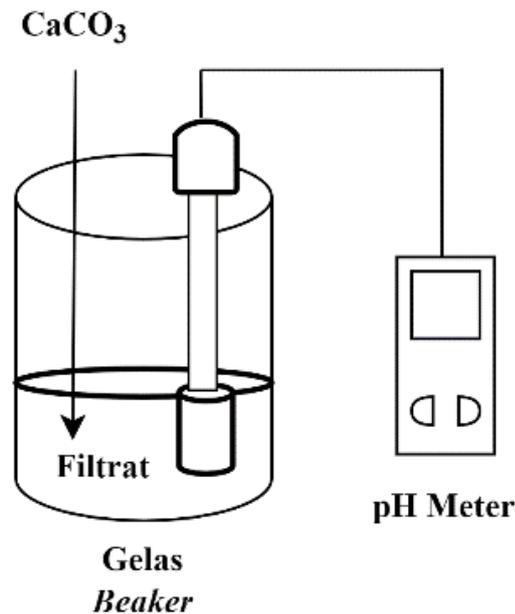
3.5 Rancangan Penelitian

Gambar 3.2 di bawah ini menunjukkan skematik peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk proses *leaching ferronickel*.



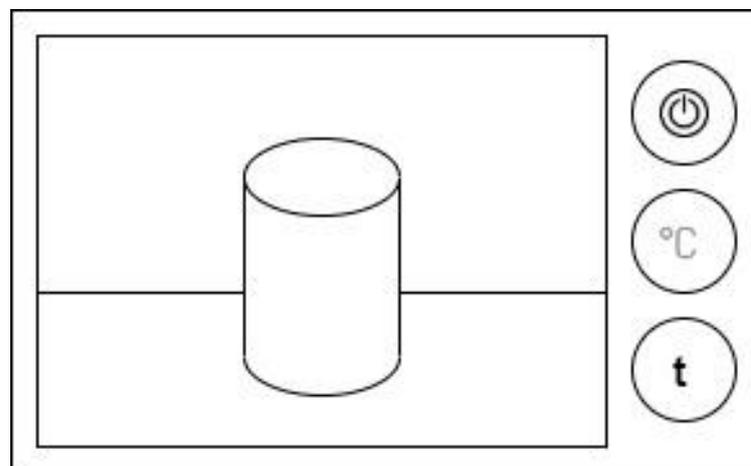
Gambar 3.2 Skema Peralatan Proses *Leaching*

Selanjutnya pada Gambar 3.3 menunjukkan skema peralatan dan pengujian pada proses presipitasi, setelah proses selesai, dilakukan penyaringan.



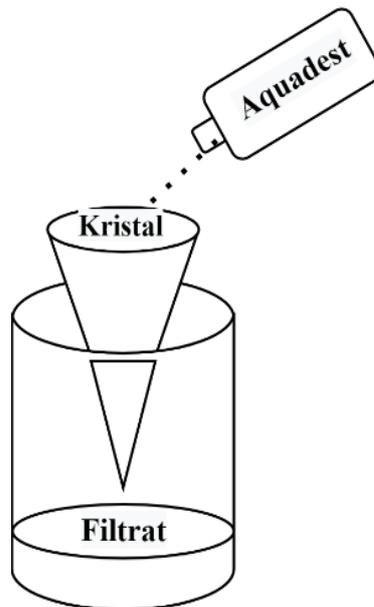
Gambar 3.3 Skema Peralatan Proses Presipitasi

Filtrat presipitasi tadi dilakukan pemanasan. Selanjutnya setelah proses pemanasan akan dilakukan proses kristalisasi. Untuk skemanya dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Skema Proses Kristalisasi

Proses terakhir yaitu proses pencucian ditunjukkan Gambar 3.5. Gambar tersebut menunjukkan skematik peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk proses pencucian menggunakan aquadest.



Gambar 3.5 Skema Proses Pencucian

Adapun rancangan penelitian dan jadwal yang dilakukan pada penelitian ini dilampirkan pada Tabel 3.1 dan Tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.1 Rancangan Penelitian

Nama Spesimen	Metode pencucian	Karakterisasi		Perhitungan Recovery
		EDX	XRD	
<i>Ferronickel</i>	-	✓	-	-
Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O (sebelum pencucian)	-	✓	-	-
SL10	1 gr kristal / 10 ml aquades	✓	✓	✓
SL15	1 gr kristal / 15 ml aquadest	✓	✓	✓
SL20	1 gr kristal / 20 ml aquadest	✓	✓	✓
SL25	1 gr kristal / 25 ml aquadest	✓	✓	✓

- *SL10 merupakan variasi pencucian pada perbandingan 1 gram kristal dengan 10 ml aquades
- *SL15 merupakan variasi pencucian pada perbandingan 1 gram kristal dengan 15 ml aquades
- *SL20 merupakan variasi pencucian pada perbandingan 1 gram kristal dengan 20 ml aquades
- *SL25 merupakan variasi pencucian pada perbandingan 1 gram kristal dengan 25 ml aquades

Tabel 3.2 Jadwal Penelitian

Kegiatan	Maret				April				Mei				Juni			
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Studi literatur																
Persiapan alat dan bahan																
Proses <i>leaching</i> , presipitasi, kristalisasi, dan pencucian																
Analisis data dan pembahasan																
Penulisan laporan																

BAB IV
ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Bahan Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan pengujian SEM-EDX untuk mengetahui komposisi unsur komposisi unsur pada sampel *ferronickel*, kristal yang dihasilkan saat sebelum dan sesudah proses pencucian dengan variable *solid:liquid*, serta pengujian XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada hasil kristal setelah proses pencucian.

4.1.1 Karakterisasi Sampel Ferronickel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini berupa serbuk *ferronickel* yang merupakan produk dari *Mini Blast Furnace* dengan ukuran partikel 50 μm . Pengujian SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur kimia yang terkandung di dalam sampel *Ferronickel*. Berikut merupakan hasil dari *pengujian* SEM-EDX sampel *ferronickel* dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Pengujian SEM-EDX *Ferronickel*

Sampel	Komposisi Unsur (wt%)			
	Ni	Fe	Co	Lain-Lain
<i>Ferronickel</i>	15,4	67,66	2,30	14,69

Dari data di atas didapatkan *ferronickel* memiliki komposisi unsur Ni sebesar 15,4%, Co 2,30%, dan Fe 67,66%. Dari data di atas dapat diketahui bahwa *ferronickel* yang digunakan merupakan jenis *low-grade ferronickel*. Selanjutnya hasil dari pengujian SEM-EDX tersebut dijadikan data untuk perhitungan *recovery*.

4.1.2 Karakterisasi Sampel Kristal NiSO₄.6H₂O sebelum Pencucian

Setelah proses presipitasi, filtrat hasil presipitasi dilakukan proses kristalisasi yang dilakukan dengan menggunakan pemanasan hingga larutan tersebut berubah menjadi kristal. Metode kristalisasi yang digunakan adalah *evaporative crystallization*. Filtrat dituangkan ke dalam cawan petri lalu dipanaskan pada temperatur 60°C untuk membentuk kristal NiSO₄.6H₂O. Kristal yang terbentuk tersebut akan diuji SEM-EDX untuk mengetahui komposisi dari setiap unsur yang terkandung di dalam kristal sebelum dilakukan proses pencucian. Untuk hasil SEM-EDX pada kristal sebelum proses pencucian dapat dilihat pada Tabel 4.2 berikut.

Tabel 4.2 Hasil Pengujian SEM-EDX Sampel Kristal Sebelum Pencucian

Sampel	Komposisi. Unsur (wt%)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-Lain
Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O sebelum Pencucian	20,91	2,14	1,37	2,69	74,80

4.1.3 Karakterisasi Sampel Kristal NiSO₄.6H₂O setelah Pencucian dengan Perbandingan Solid:Liquid

Hasil sampel kristal sebelum dilakukan proses pencucian masih terdapat pengotor, oleh karena itu perlu dilakukan pencucian menggunakan aquades untuk memisahkan nikel sulfat

dengan pengotor yang terbentuk dan kemudian dilakukan rekristalisasi atau kristalisasi kembali. Proses pencucian ini dilakukan dengan berbagai variasi pada perbandingan massa kristal dengan larutan aquades, variasi yang digunakan yaitu SL10, SL15, SL20 dan SL25. Hasil dari kristalisasi ini akan dilakukan pengujian SEM-EDX kembali untuk mengetahui komposisi unsurnya dan dilakukan pengujian XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Hasil dari pengujian SEM-EDX dapat dilihat pada Tabel 4.3 berikut.

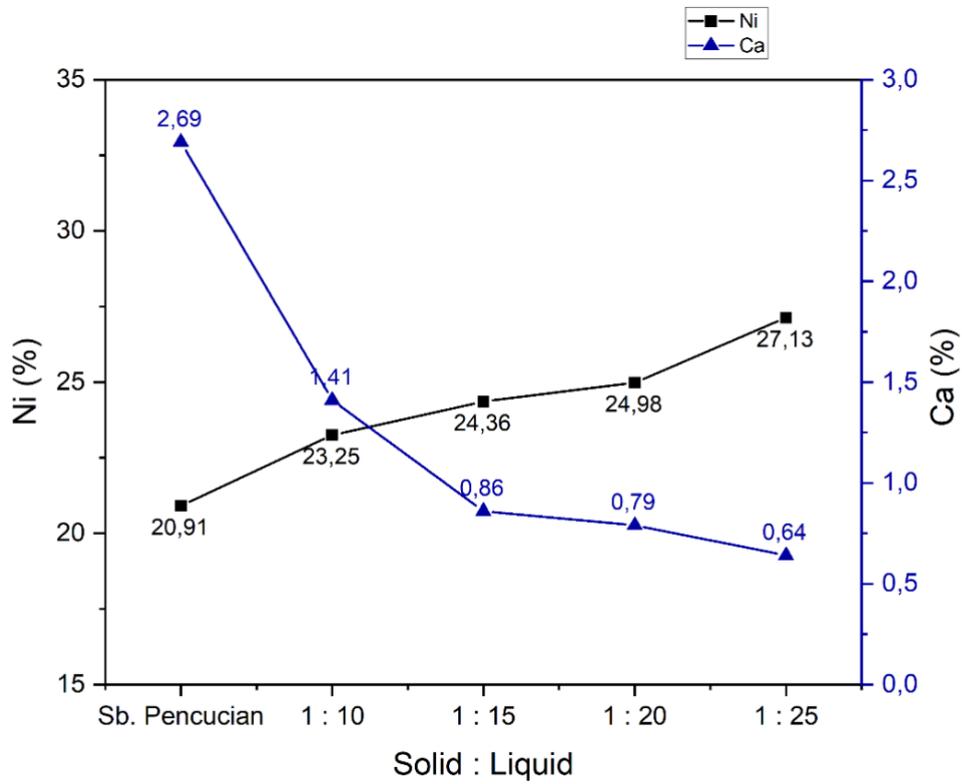
Tabel 4.3 Hasil Pengujian SEM-EDX Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Dengan Variabel Pencucian

Variasi Pencucian <i>Solid:Liquid</i>	Komposisi Unsur (wt%)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-Lain
SL10	23,25	2,04	1,06	1,41	72,24
SL15	24,36	2,01	0,87	0,86	71,90
SL20	24,98	1,95	0,79	0,79	71,49
SL25	27,13	1,55	0,66	0,64	70,02

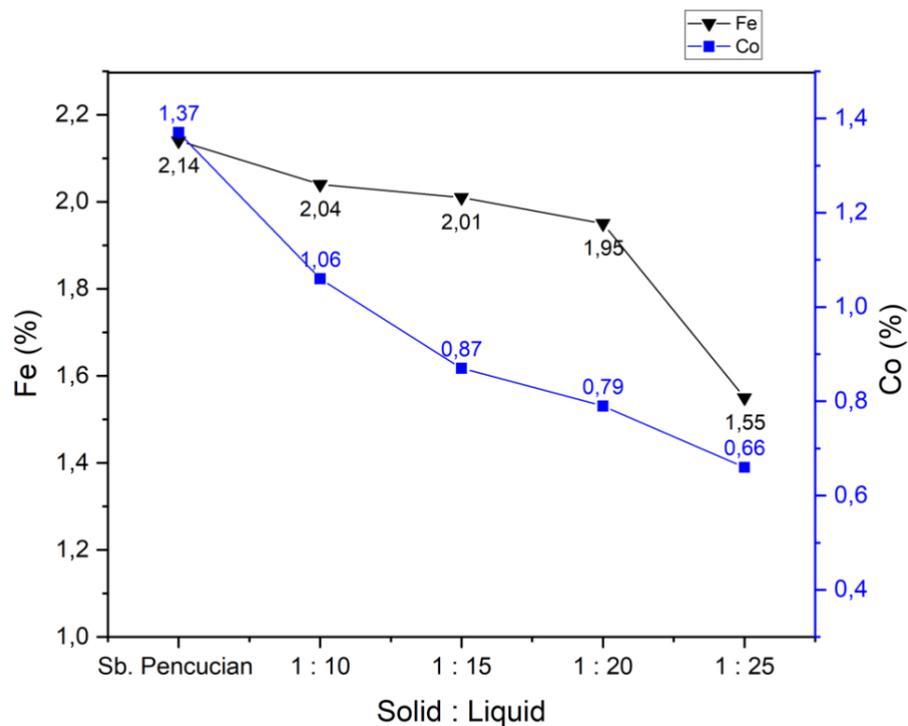
4.2 Pengaruh Variasi Pencucian *Solid:Liquid* terhadap Komposisi Unsur Kimia Fe, Ni, Co dan Ca pada Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pada produk kristal yang terbentuk terdapat beberapa unsur pengotor yang dapat mengurangi mutu dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, berdasarkan Tabel 4.2 masih terdapat pengotor seperti Fe, Co dan Ca. Kristal NiSO_4 diperoleh dari proses kristalisasi larutan nikel sulfat hasil dari proses *leaching ferronickel*. Dalam penelitian ini dilakukan metode pencucian yang bertujuan untuk mengurangi jumlah pengotor terutama garam Ca yang terdapat pada filtrat hasil kristalisasi sehingga produk yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang relatif tinggi. Proses pencucian ini dilakukan dengan menggunakan 4 variasi perbandingan massa kristal dengan volume larutan aquadest yang digunakan, perbandingannya yaitu SL10, SL15, SL20 dan SL25. Sampel yang digunakan adalah filtrat hasil kristalisasi nikel sulfat dengan massa masing masing yaitu 1,2201 gr dan larutan aquades pada tiap variasi yaitu 12,201, 18,3015, 24,402 dan 30,5025 ml. Proses pencucian dilakukan dengan melarutkan kristal menggunakan aquades, setelah itu dilakukan separasi atau pemisahan dengan menyaring pengotor yang mengendap, selanjutnya filtrat yang diperoleh dilakukan kristalisasi kembali. Kristalisasi dilakukan menggunakan metode *evaporative crystallization*. Hasil dari proses kristalisasi setelah pencucian akan dilakukan pengujian SEM-EDX untuk mengetahui komposisi kimia pada sampel produk kristal, unsur yang ingin diketahui adalah Ni, Fe, Co dan Ca. Pengaruh dari

variasi *solid:liquid* terhadap komposisi kimia dari hasil pengujian SEM-EDX dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 berikut.



Gambar 4.1 Grafik Tren Komposisi Unsur Ni dan Ca



Gambar 4.2 Grafik Tren Komposisi Unsur Fe dan Co

Dari pengujian SEM-EDX yang dilakukan pada setiap variasi didapatkan hasil yang terlihat pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2, komposisi kristal sebelum pencucian diperoleh nilai 20,91 wt% Ni, 2,69 wt% Ca, 2,14 wt% Fe, dan 1,37 wt% Co, untuk variasi perbandingan SL10 diperoleh komposisi 23,25 wt% Ni, 1,41 wt% Ca, 2,04 wt% Fe dan 1,06 wt% Co. Untuk perbandingan SL15 diperoleh 24,36 wt% Ni, 0,86 wt% Ca, 2,01 wt% Fe, dan 0,87 wt% Co. Untuk perbandingan SL20 diperoleh 24,98 wt% Ni, 0,79 wt% Ca, 1,95 wt% Fe, dan 0,79 wt% Co. Dan terakhir untuk perbandingan SL25 diperoleh 27,13 wt% Ni, 0,64 wt% Ca, 1,55 wt% Fe, dan 0,66 wt% Co.

Tren grafik pada Gambar 4.1 menunjukkan unsur Ca komposisinya semakin berkurang dengan bertambahnya jumlah perbandingan *solid:liquid*. Pada proses pencucian pelarut yang digunakan adalah aquades. Garam CaSO_4 merupakan senyawa yang sukar larut dalam air, oleh karena itu ketika kristal yang mengandung garam CaSO_4 dilarutkan dalam air, CaSO_4 akan cenderung untuk mengendap dan tidak ikut larut (Wirsching, 2000). Dengan bertambahnya perbandingan *solid:liquid* yang digunakan, semakin bertambahnya air yang akan bereaksi dengan CaSO_4 , oleh karena itu semakin banyak CaSO_4 yang bereaksi untuk mengendap. Setelah proses pencucian, dilakukan separasi antara CaSO_4 dengan NiSO_4 , proses separasi menggunakan kertas saring untuk menyaring endapan dari CaSO_4 (Singhal et al., 2021). Massa CaSO_4 yang didapatkan bertambah dengan meningkatnya perbandingan *solid:liquid*. Karakteristik dari CaSO_4 berwarna putih dan terlihat pada kertas saring, residu dapat dilihat pada Gambar 4.3. Pencucian menggunakan aquades dengan variasi perbandingan *solid:liquid* efektif dalam pengurangan pengotor garam Ca, pengurangan komposisi sebesar 2,05 wt% dari awal kristal sebelum dilakukan proses pencucian dan dengan nilai terkecil terdapat pada variasi pencucian perbandingan SL25 yaitu 0,64 wt% Ca.



Gambar 4.3 Residu Proses Pencucian

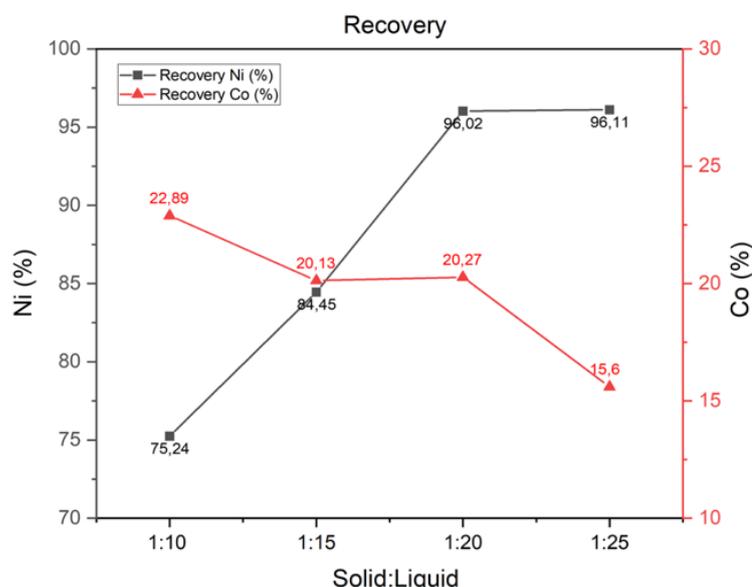
Dapat dilihat pada Gambar 4.1 komposisi unsur Ni meningkat, kemurnian Ni dapat ditingkatkan melalui proses pencucian dan kristalisasi kembali, prinsip dari proses pencucian adalah memanfaatkan perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan zat pengotornya, dalam hal ini total konsentrasi kelarutan pengotor sebelum pencucian lebih kecil dibandingkan zat Ni, zat dengan konsentrasi rendah akan lebih mudah mengendap, kemudian endapan tersebut akan disaring sehingga unsur pengotor yang terdapat sebelum pencucian akan berkurang dan komposisi unsur Ni yang dimurnikan akan meningkat (Pinalia et al., 2011). Untuk tren grafik pada Gambar 4.1 komposisi unsur Ni meningkat setelah proses pencucian, dan bertambahnya perbandingan *solid:liquid* berbanding lurus dengan peningkatan komposisi unsur Ni. Pada dasarnya NiSO_4 bersifat sangat larut dalam air. Dengan meningkatnya jumlah volume yang digunakan maka NiSO_4 akan sepenuhnya larut di dalam air dan tidak mengendap. Penambahan volume akan membuat semakin banyak pengotor CaSO_4 yang mengendap sehingga unsur Ni semakin murni dan komposisinya cenderung untuk meningkat.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan komposisi unsur Fe dan Co pada produk kristal akhir $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Terlihat bahwa komposisi unsur Fe dan Co setelah dilakukan pencucian dengan variabel yang digunakan, perubahan pada komposisi tidak terlalu signifikan. Unsur Fe pada *ferronickel* memiliki komposisi sebesar 67,77 wt% sesuai dengan Tabel 4.1. Pengurangan komposisi unsur Fe terjadi saat proses presipitasi dan pemanasan filtrat presipitasi di mana pada proses tersebut Fe mengendap dan kemudian disaring. Terlihat komposisi unsur Fe pada saat sebelum pencucian senilai 2,14 wt%, dan ketika sudah dilakukan proses pencucian dengan variabel komposisi unsur Fe masing masing menjadi 2,04 wt% (SL10), 2,01 wt% (SL15), 1,95 wt% (SL20) dan 1,55 wt% (SL25). Dari data tersebut dapat diketahui pencucian dengan variasi perbandingan *solid:liquid* tidak memberikan perubahan yang signifikan, hal tersebut dikarenakan Fe merupakan unsur yang mudah larut dalam air sehingga sulit untuk mengendap, akibatnya unsur Fe sepenuhnya akan larut bersama air. Bertambahnya jumlah volume pelarut air tidak terlalu berpengaruh terhadap perubahan komposisi Fe.

Komposisi unsur Co pada Gambar 4.2 juga tidak mengalami perubahan yang signifikan saat sebelum dan sesudah proses pencucian dengan variabel *solid:liquid*. Komposisi unsur Co tiap variasi yaitu 1,06 wt% (SL10), 0,87 wt% (SL15), 0,79 wt% (SL20) dan 0,66 wt% (SL25). Unsur Co sama seperti Fe yang merupakan unsur yang mudah larut dalam air dan sulit untuk mengendap, sehingga akan larut sepenuhnya dalam air. Hal tersebut menyebabkan metode pencucian dengan variabel *solid:liquid* menggunakan aquades juga tidak terlalu berpengaruh terhadap perubahan komposisi Co. Selain itu jika dilihat pada tabel periodik, unsur Ni dan Co berada dalam posisi yang berdekatan. Hal ini menyebabkan logam Ni dan Co sulit dipisahkan karena mempunyai rentang pH pengendapan yang hampir sama (Xiao et al., 2020).

4.3 Pengaruh Variasi Pencucian *Solid:Liquid* terhadap Nilai *Recovery* pada Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Perhitungan *recovery* pada unsur Ni dan Co dilakukan menggunakan hasil pengujian SEM-EDX dari sampel kristal setelah proses pencucian dan rekristalisasi dengan masing masing variasi perbandingan *solid:liquid* dan juga dengan hasil pengujian SEM-EDX *ferronickel*. Dengan membandingkan komposisi unsur pada produk dan komposisi unsur pada serbuk *ferronickel*, nilai *recovery* dapat diperoleh. Berdasarkan perhitungan *recovery* yang telah dilakukan, didapatkan hasil seperti pada Gambar 4.4 berikut.



Gambar 4.4 Grafik Tren *Recovery* Ni dan Co dari Variasi Perbandingan *Solid:Liquid* Saat Proses Pencucian

Perhitungan *recovery* dilakukan menggunakan Persamaan 3.3 untuk mengetahui efisiensi proses yang telah dilakukan. Berdasarkan perhitungan yang dilakukan, untuk variasi perbandingan SL10 diperoleh nilai *recovery* Ni 75,24% dan Co 22,89%. Untuk variasi perbandingan SL15 diperoleh nilai *recovery* Ni 84,45% dan Co 20,13%. Selanjutnya untuk variasi perbandingan SL20 diperoleh nilai *recovery* Ni 96,02% dan Co 20,27%. Dan terakhir untuk variasi perbandingan SL25 diperoleh nilai *recovery* Ni 96,11% dan Co 15,60%.

Pada Gambar 4.4 di atas dapat dilihat nilai *recovery* Ni paling tinggi berada pada variasi perbandingan SL25, sedangkan *recovery* Ni paling rendah berada di variasi SL10. Faktor utama yang mempengaruhi nilai *recovery* pada produk kristal adalah perubahan massa yang terjadi pada saat proses pencucian dan peningkatan komposisi unsur Ni. Dengan bertambahnya perbandingan *solid:liquid* maka semakin melimpahnya H₂O yang terdapat di dalam larutan. NiSO₄ cenderung untuk larut di dalam air, sedangkan pengotor CaSO₄ mudah mengendap. Bertambahnya volume air akan menyebabkan banyak H₂O untuk bereaksi dengan CaSO₄ sehingga CaSO₄ yang mengendap bertambah berbanding lurus dengan peningkatan perbandingan *solid:liquid* nya. Komposisi Ni akan meningkat dengan berkurangnya pengotor Ca yang terdapat pada kristal, sehingga nilai *recovery* juga akan meningkat. Didapat nilai *recovery* tertinggi pada variasi perbandingan SL25 senilai 96,11%, sedangkan nilai *recovery* terkecil berada pada variasi perbandingan SL10 senilai 75,25%. Sesuai dengan komposisi tertinggi dan terendah pada pengujian SEM-EDX. Dalam hal ini variasi perbandingan *solid:liquid* mempengaruhi komposisi sekali nilai *recovery* Ni dimana semakin bertambah perbandingannya akan meningkatkan nilai *recovery* nya.

Untuk nilai *recovery* Co mengalami perubahan dikarenakan komposisi unsur Co mengalami penurunan walaupun tidak signifikan, hal tersebut terjadi karena unsur Co yang sulit mengendap dalam air sehingga dengan bertambahnya volume ketika proses pencucian tidak terlalu berpengaruh terhadap perubahan komposisi Co. Selain komposisi unsur yang berpengaruh dalam perubahan nilai *recovery*, pengurangan nilai *recovery* dipengaruhi juga oleh perubahan massa produk kristal setelah proses pencucian. Perubahan nilai *recovery* berubah tetapi tidak sebesar *recovery* Ni karena perubahan komposisi Co tidak terlalu besar. Didapat nilai *recovery* Co terkecil berada pada variasi perbandingan SL25 senilai 15,60%, sedangkan nilai tertinggi berada pada variasi perbandingan SL10 senilai 22,89%.

4.4 Pengaruh Variasi Pencucian *Solid:Liquid* terhadap Senyawa yang Terbentuk

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dari produk kristal setelah proses pencucian dengan variasi *solid:liquid*. Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan metalurgi FT-IRS ITS dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction PANalytical*. Instrumen pengujian XRD *PANalytical* di Laboratorium Karakterisasi Material ITS menggunakan difraktometer dengan Cu sebagai *anode material*. *X-ray energy* yang digunakan adalah Cu K- α dengan *wavelength* K- α 1 dan K- α 2 masing-masing sebesar 1,540598 Å dan 1,544426 Å serta energi sinarnya sebesar 8.04 keV. Posisi 2 Θ diatur dengan rentang 10° - 90° untuk mengidentifikasi senyawa dari tiap *peak* yang terbentuk.

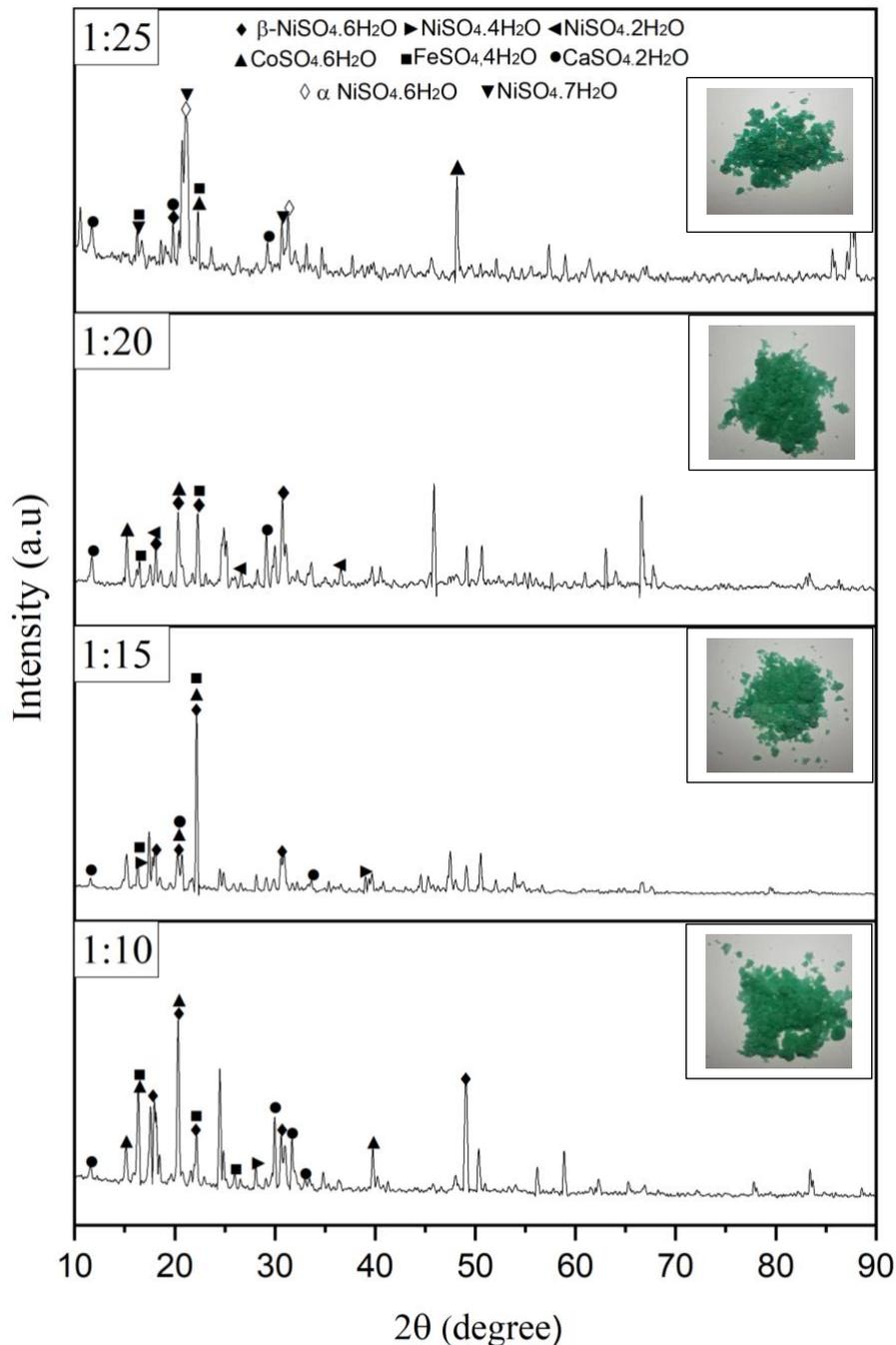
Senyawa Nickel Sulfat Heksahidrat (NiSO₄.6H₂O) merupakan senyawa target yang ingin dihasilkan sebagai produk. Adapun spesimen yang digunakan pada pengujian adalah kristal NiSO₄ yang telah dilakukan pencucian menggunakan aquades dengan variasi perbandingan *solid:liquid* antara perbandingan massa kristal (gr) : volume aquades (ml) yaitu 1:10, 1:15, 1:20, dan 1:25. Dari data pengujian yang telah diperoleh, selanjutnya data akan dianalisis *software High Score Plus* untuk menentukan senyawa yang terbentuk. Senyawa yang terbentuk dianalisa dengan menyesuaikan *peak* dari hasil pengujian dengan *database* dari *International Centre for*

Diffraction Data (ICDD) yang terdapat pada *software*. Kode referensi dari senyawa tertera pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 ICDD Number Senyawa Pengujian XRD

Senyawa	ICDD Number
β -NiSO ₄ .6H ₂ O	00-033-0955
α -NiSO ₄ .6H ₂ O	00-047-1811
NiSO ₄ .4H ₂ O	00-018-0892
NiSO ₄ .2H ₂ O	00-017-0483
NiSO ₄ .7H ₂ O	00-001-0403
FeSO ₄ .4H ₂ O	00-019-0632
CaSO ₄ .2H ₂ O	00-036-0432
CoSO ₄ .6H ₂ O	00-016-0304

Setelah data pengujian dianalisa menggunakan *software High Score Plus*, hasil data tersebut diolah kembali menggunakan *software Origin Pro*. Hasil data dari *Origin Pro* berupa grafik yang terdiri dari beberapa *peak*, menunjukkan fasa ataupun senyawa yang terbentuk pada tiap *peak* dari hasil pengujian XRD produk kristal yang diamati. Hasil dari dapat dilihat pada Gambar 4.5 berikut.



Gambar 4.5 Hasil Pengujian XRD setelah Pencucian dengan Variasi *Solid:Liquid*

NiSO₄·6H₂O terbentuk pada masing masing variasi *solid:liquid* saat pencucian. Kristal NiSO₄·6H₂O terbentuk pada proses kristalisasi dengan temperatur di atas 31.5 °C. Secara visual dari kristal α -NSH berwarna hijau kebiruan dengan bentuk *tetragonal* sedangkan kristal β -NSH berwarna hijau terang dan berbentuk *monoclinic* (Kathiravan et al., 2016). Produk kristal yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.5. NiSO₄ terbentuk saat dilakukan proses *leaching* sesuai dengan Reaksi 2.1 dimana senyawa Ni bereaksi dengan H₂O₂ dan H₂SO₄ membentuk NiSO₄ dalam bentuk larutan. Selanjutnya larutan tersebut dilakukan proses presipitasi dan pemanasan, setelah itu dilakukan proses kristalisasi dengan metode *evaporative crystallization* pada temperatur 60 °C, maka senyawa NiSO₄·6H₂O akan terbentuk (Friesen et al., 1980). Senyawa

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk dalam 2 fasa, yaitu $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk pada variasi perbandingan *solid:liquid* SL25 dan $\beta\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada ke 3 variasi lainnya. $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat terbentuk dikarenakan penambahan volume yang membuat proses kristalisasi membutuhkan waktu lebih lama, sehingga perubahan kristal di dalam larutan belum merata, ketika proses kristalisasi selesai senyawa yang terbentuk adalah $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Akan tetapi dari produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk, masih terdapat senyawa pengotor seperti $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, FeSO_4 , dan $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Selain $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, terdapat beberapa senyawa NiSO_4 *hydrate* lainnya seperti $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Proses kristalisasi dilakukan dengan meletakkan sampel setelah pencucian di dalam oven dengan temperatur 60°C $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ akan terbentuk. Akan tetapi apabila sampel dilakukan proses kristalisasi terlalu lama dapat menyebabkan pembentukan senyawa lain. Senyawa yang dapat terbentuk akibat kristalisasi terlalu lama adalah $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Hal tersebut dapat terjadi karena $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang sudah terbentuk akan kehilangan struktur kristal air, berubah fase menjadi senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan juga dapat menjadi $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Jenssen et al., 2021).

Pembentukan senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dipengaruhi oleh temperatur kristalisasi dan volume air ketika proses pembentukan. Kristalisasi pada temperatur antara $5\text{-}100^\circ\text{C}$ merupakan kondisi stabil pembentukan senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Ni lebih mudah berikatan dengan H_2O untuk membentuk senyawa, penambahan aquades menyebabkan melimpahnya H_2O yang terdapat di dalam larutan sehingga $\text{NiSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ terbentuk dengan struktur kristal yang tinggi, dan senyawa yang terbentuk yaitu $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Sama seperti pembentuk $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, penambahan volume akan menyebabkan proses kristalisasi membutuhkan waktu yang lebih lama sehingga senyawa yang terbentuk ketika proses kristalisasi selesai masih mengandung struktur kristal air yang tinggi (Madsen et al., 2019).

FeSO_4 terbentuk pada proses *leaching* sesuai dengan Reaksi 2.2. Pada dasarnya material yang digunakan yaitu *Ferronickel* memiliki komposisi unsur logam besi Fe yang tinggi. Oleh karena itu dilakukan metode presipitasi dengan penambahan bubuk CaCO_3 untuk mengendapkan Besi Sulfat (FeSO_4), selain proses presipitasi dilakukan pemanasan terhadap filtrat presipitasi selama 24 jam untuk mengendapkan FeSO_4 . Akan tetapi dari beberapa metode yang digunakan, senyawa FeSO_4 masih terdapat pada produk kristal akhir, FeSO_4 yang terbentuk dalam fasa *hydrate* yaitu $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, karena temperatur 60°C merupakan fasa stabil dari pembentukan $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Oleh karena itu dikarenakan proses kristalisasi dilakukan pada temperatur 60°C di setiap variasi, $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terbentuk (Kobylin, 2011).

Selain FeSO_4 terdapat pengotor lain yaitu garam CaSO_4 . CaSO_4 terbentuk selama proses presipitasi. Proses presipitasi menggunakan zat aditif CaCO_3 , pada proses ini juga terbentuk senyawa CaSO_4 yang sesuai dengan Reaksi 2.4, 2.5, dan 2.6. CaSO_4 yang terbentuk dalam bentuk fase *gypsum* atau dihidrat $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Senyawa CaSO_4 dipengaruhi oleh temperatur dari aquades yang digunakan dan temperatur pada proses kristalisasi (Leiting, 2019). $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bersifat stabil pada temperatur antara $300\text{-}375\text{ K}$ atau $27\text{-}102^\circ\text{C}$, dikarenakan temperatur kristalisasi pada temperatur 60°C , maka $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ akan stabil dan tidak terdehidrasi membentuk $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ dan CaSO_4 (Tang et al., 2019).

Terakhir yaitu senyawa CoSO_4 yang terbentuk dalam fasa *hydrate* nya yaitu $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. CoSO_4 terbentuk dikarenakan pada saat proses *leaching* yang terjadi sesuai Reaksi 2.3. $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat terbentuk stabil pada temperatur $50^\circ\text{C} - 60^\circ\text{C}$ (Allan Zalkin et al., 1953). Proses kristalisasi dilakukan pada temperatur 60°C di setiap variasi pencucian. Oleh karena itu terlihat pada Gambar 4.5, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat terbentuk di semua variasi pencucian.

Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat terbentuk pada semua variasi pencucian, akan tetapi pada variasi perbandingan SL25, senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk lebih sedikit, hal tersebut dikarenakan volume aquades yang banyak pada variasi tersebut. Pada hasil pengujian XRD

terlihat banyak senyawa NiSO_4 hydrate yang terbentuk, hal itu berkaitan dengan hasil pengujian SEM-EDX yang dimana kandungan komposisi unsur Ni meningkat dan melebihi batas komposisi targetnya sehingga banyak senyawa NiSO_4 lainnya yang terbentuk. Adapun posisi 2θ ($^\circ$) dari fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat pada Tabel 4.5 berikut.

Tabel 4.5 Posisi Posisi 2θ ($^\circ$) Fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4 Variasi Pencucian

Variasi <i>Solid:Liquid</i> Saat Pencucian	2θ ($^\circ$)
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ SL10	18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 30,917 $^\circ$, 49,110 $^\circ$
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ SL15	18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 22,189 $^\circ$, 30,917 $^\circ$
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ SL20	18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 22,189 $^\circ$, 30,917 $^\circ$
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ SL25	19,408 $^\circ$, 20,915 $^\circ$, 32,902 $^\circ$

Pada spesimen kristal NiSO_4 dengan variasi perbandingan *solid:liquid* SL10, terdapat senyawa NiSO_4 hydrates dalam fasa β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Setelah disesuaikan dengan kode referensi ICDD 00-033-0955, didapatkan fasa β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada posisi 2θ 18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 30,917 $^\circ$, dan 49,110 $^\circ$. Selanjutnya pada spesimen kristal NiSO_4 dengan variasi perbandingan *solid:liquid* SL15, terdapat senyawa NiSO_4 hydrates dalam fasa β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada posisi 2θ 18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 22,189 $^\circ$, 30,917 $^\circ$. Pada variasi SL20, didapatkan senyawa NiSO_4 hydrates dalam fasa β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada posisi 2θ 18,089 $^\circ$, 20,319 $^\circ$, 22,189 $^\circ$, 30,917 $^\circ$. Dan terakhir pada variasi pencucian SL25 dengan menyesuaikan kode referensi 00-047-1811 didapatkan senyawa NiSO_4 hydrates dalam fasa α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada posisi 2θ 19,408 $^\circ$, 20,885 $^\circ$ dan 30,127 $^\circ$.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang didapat ada penelitian ini yaitu

1. Komposisi unsur Ni, Fe, Co dan Ca terbaik pada keempat variasi pencucian perbandingan *solid:liquid* berada pada perbandingan SL25. Didapatkan komposisi Ni 27,13 wt%, Fe 1,55 wt%, Co 0,66 wt% dan Ca 0,64 wt%. Hasil ini didapat karena dengan bertambahnya volume aquadest semakin banyak juga pengotor Ca yang mengendap sehingga pengotor CaSO_4 yang tersisa lebih sedikit dibandingkan dengan variasi perbandingan *solid:liquid* lainnya. Sedangkan Ni meningkat dikarenakan NiSO_4 sepenuhnya larut dalam air, pengurangan pengotor Ca meningkatkan kemurnian Ni dalam produk kristal akhir.
2. Nilai *recovery* Ni tertinggi diperoleh pada variasi perbandingan *solid:liquid* SL25 dengan nilai 96,11%, sedangkan nilai *recovery* Ni terkecil berada pada variasi perbandingan *solid:liquid* SL10 dengan nilai 75,24%. Untuk nilai *recovery* Co terkecil diperoleh pada variasi perbandingan SL25 dengan nilai 15,60%, sedangkan *recovery* Co tertinggi berada pada variasi perbandingan SL10 dengan nilai 22,89%. Perubahan nilai *recovery* dipengaruhi oleh komposisi unsur dan massa kristal setelah proses pencucian.
3. Pada setiap variasi perbandingan *solid:liquid* sudah terbentuk senyawa target yang diharapkan yaitu $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada setiap hasil kristalisasi. Akan tetapi masih terdapat senyawa pengotor yang terbentuk seperti $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Selain itu juga terbentuk senyawa NiSO_4 *hydrates* lainnya yaitu $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

5.2 Saran

1. Perlu diadakannya penelitian lebih lanjut mengenai pengurangan unsur Co.
2. Untuk memaksimalkan proses kristalisasi, perlu adanya penelitian mengenai variasi temperatur yang digunakan.
3. Untuk menurunkan kandungan Ca yang terbentuk produk akhir, perlu adanya penelitian lanjutan mengenai waktu pencucian.
4. Pengurangan massa kristal perlu diminimalisir agar tidak menurunkan nilai *recovery*
5. Perlu dilakukan perhitungan pada saat proses leaching dan presipitasi untuk mengetahui penurunan komposisi dari tiap unsur di setiap perlakuan.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, F., Suryandaru, H. V., Saputra, N. D., & Pintowantoro, S. (2021). The effect of sulfuric acid concentration on the leaching process of crude Fe-Ni obtained from mini blast furnace process. *THE 4TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY (ICOMMET) 2020*, 2384, 080003. <https://doi.org/10.1063/5.0071478>
- Agacayak, T., & Zedef, V. (2012). Dissolution kinetics of a lateritic nickel ore in sulphuric acid medium. In *Acta Montanistica Slovaca Ročník* (Vol. 17).
- Allan Zalkin, B., Ruben, H., & Templeton, D. H. (1953). *Acta Cryst.* 10, 351. In *Trans. Faraday Soc* (Vol. 42). Pergamon Press.
- ALTANSUKH, B., HAGA, K., & SHIBAYAMA, A. (2014). Recovery of Nickel and Cobalt from a Low Grade Laterite Ore. *Resources Processing*, 61(2), 100–109. <https://doi.org/10.4144/rpsj.61.100>
- Astuti, W., Hirajima, T., Sasaki, K., & Okibe, N. (2016). Comparison of effectiveness of citric acid and other acids in leaching of low-grade Indonesian saprolitic ores. *Minerals Engineering*, 85, 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.10.001>
- Butt, C. R. M., & Cluzel, D. (2013). Nickel laterite ore deposits: Weathered serpentinites. *Elements*, 9(2), 123–128. <https://doi.org/10.2113/gselements.9.2.123>
- Campagnol, N., Hoffman, K., Lala, A., & Ramsbottom, O. (2017). The future of nickel: a class act. *Basic Materials*, November, 1–16.
- Crundwell, F. K., Moats, M. S., Ramachandran, V., Robinson, T. G., & Davenport, W. G. (2011). *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum-Group Metals*.
- Danny Momat Kilangy, S. P. and F. A. (2021). Study Of The Effect Of pH Variation With CaCO_3 Additive In Neutralization Process Of Ferronickel Leaching Solution From Mini Blast Furnace For $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Synthesis. *Jurnal Teknik ITS*.
- Elliott, R., Pickles, C. A., & Peacey, J. (2017). Ferronickel particle formation during the carbothermic reduction of a limonitic laterite ore. *Minerals Engineering*, 100, 166–176. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.10.020>
- Engelsen, C. J. (2020). Leaching performance of recycled aggregates. In *Advances in Construction and Demolition Waste Recycling*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-819055-5.00021-8>
- Eni Febriana. (2018). Kinetika Dan Mekanisme Pelindian Nikel Dari Bijih Limonit : Pengaruh Waktu Dan Temperatur. *Teknik Metalurgi Universtias Sultan Ageng Tirtayasa*.
- Fachry, A. R., Tumanggor, J., & L, N. P. E. Y. (2008). PENGARUH WAKTU KRISTALISASI DENGAN PROSES PENDINGINAN TERHADAP PERTUMBUHAN KRISTAL AMONIUM SULFAT DARI LARUTANNYA. *Jurnal Teknik Kimia*, 15.
- Friesen, M., Burt, H. M., & Mitchell, A. G. (1980). THE DEHYDRATION OF NICKEL SULFATE. In *Therrnochimica Acta* (Vol. 41).
- Golmohammadzadeh, R., Faraji, F., & Rashchi, F. (2018). Recovery of lithium and cobalt from spent lithium ion batteries (LIBs) using organic acids as leaching reagents: A review. In *Resources, Conservation and Recycling* (Vol. 136, hal. 418–435). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.04.024>
- Havlik. (2005). *Hydrometallurgy*.
- Jenssen, I. B., Bøckman, O., Andreassen, J. P., & Ucar, S. (2021). The effect of reaction conditions and presence of magnesium on the crystallization of nickel sulfate. *Crystals*, 11(12). <https://doi.org/10.3390/cryst11121485>
- Jiménez Correa, M. M., Aliprandini, P., Soares Tenório, J. A., Croce, D., & Espinosa, R. (2016). Precipitation of metals from liquor obtained in nickel mining. In *REWAS 2016*:

- Towards Materials Resource Sustainability* (hal. 333–338). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-48768-7_52
- Kathiravan, P., Balakrishnan, T., Srinath, C., Ramamurthi, K., & Thamocharan, S. (2016). Growth and characterization of α -nickel sulphate hexahydrate single crystal. *Karbala International Journal of Modern Science*, 2(4), 226–238. <https://doi.org/10.1016/j.kijoms.2016.08.002>
- Lee, C. K., & Rhee, K.-I. (2003). *Reductive leaching of cathodic active materials from lithium ion battery wastes*. www.elsevier.com/locate/hydromet
- Madsen, R. S. K., Motuzas, J., Julbe, A., Vaughan, J., Diniz Da Costa, J., Diniz, J., Novel, C., & Diniz Da Costa, J. C. (2019). Novel membrane percrystallisation process for nickel sulphate production membrane percrystallisation process for nickel sulphate production Novel membrane percrystallisation process for nickel sulphate production. *Hydrometallurgy*, 185. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.02.015>
- Masalov, V. M., Zhokhov, A. A., Manomenova, V. L., Rudneva, E. B., Voloshin, A. E., & Emelchenko, G. A. (2015). Growth of nickel sulfate hexahydrate (α -NiSO₄ · 6H₂O) single crystals under steady-state conditions of temperature difference. *Crystallography Reports*, 60(6), 963–969. <https://doi.org/10.1134/S1063774515060206>
- Miao, Y., Hynan, P., Von Jouanne, A., & Yokochi, A. (2019). Current li-ion battery technologies in electric vehicles and opportunities for advancements. In *Energies* (Vol. 12, Nomor 6). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/en12061074>
- Mujiyono, M., Suharto, S., Mukhammad, A. F. H., Nurhadiyanto, D., & Sumowidagdo, A. L. (2018). Manufacture of Nickel Collimator for BNCT: Smelting of Nickel Using Electrical Arc Furnace and Centrifugal Casting Preparation. *Indonesian Journal of Physics and Nuclear Applications*, 3(1), 21–28. <https://doi.org/10.24246/ijpna.v3i1.21-28>
- Nicolo Campagnol. (2017). *The future of nickel: a class act*. <https://www.researchgate.net/publication/323692814>
- Nshizirungu, T., Rana, M., Jo, Y. T., & Park, J. H. (2020). Rapid leaching and recovery of valuable metals from spent Lithium Ion batteries (LIBs) via environmentally benign subcritical nickel-containing water over chlorinated polyvinyl chloride. *Journal of Hazardous Materials*, 396. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122667>
- Petrova, E. V., Vorontsova, M. A., Manomenova, V. L., & Rashkovich, L. N. (2012). Some properties of aqueous solutions of α -NiSO₄ · 6H₂O. *Crystallography Reports*, 57(4), 579–584. <https://doi.org/10.1134/S1063774512010099>
- Pinalia, A., Bidang, P., Pusat, P., & Rokat, T. (2011). PENENTUAN METODE REKRISTALISASI YANG TEPAT UNTUK MENINGKATKAN KEMURNIAN KRISTAL AMONIUM PERKLORAT (AP). In *Majalah Sains dan Teknologi Dirgantara* (Vol. 6, Nomor Juni).
- Pintowantoro, S., Waluyo, F. P., Setiyorini, Y., Setyowati, V. A., Kawigraha, A., & Abdul, F. (2021). Study of the Effect of Time Variations on the Leaching Process of Ferronickel Products from Mini Blast Furnace to Yield Elements of Fe, Ni, and Co for NiSO₄.6H₂O Synthesis. *Journal of Physics: Conference Series*, 2117(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2117/1/012024>
- Ramadhan, S. (2022). STUDY OF THE EFFECT OF WASHING METHODS ON CRYSTALLIZATION. *Jurnal Teknik ITS*, 1–21.
- Ramadhan, S. A., Pintowantoro, S., & Ramadhani, M. (2022). Analisis Pengaruh Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi dari Larutan Leaching Ferronickel Menggunakan Aditif CaCO₃ untuk Sintesis NiSO₄.6H₂O. *Jurnal Teknik ITS*, X, 1–9.
- Singhal, A., Kontinen, J., & Joronen, T. (2021). Effect of different washing parameters on

- the fuel properties and elemental composition of wheat straw in water-washing pre-treatment. Part 2: Effect of washing temperature and solid-to-liquid ratio. *Fuel*, 292. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.120209>
- Tang, Y., Gao, J., Liu, C., Chen, X., & Zhao, Y. (2019). Dehydration Pathways of Gypsum and the Rehydration Mechanism of Soluble Anhydrite γ -CaSO₄. *ACS Omega*, 4(4), 7636–7642. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b03476>
- Tung, H.-H. (2009). *Crystallization of organic compounds : an industrial perspective*. Wiley.
- Wanta, K. C., Perdana, I., & Petrus, H. T. B. M. (2016). Evaluation of shrinking core model in leaching process of Pomalaa nickel laterite using citric acid as leachant at atmospheric conditions. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 162(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/162/1/012018>
- Wilburn. (1995). *Cobalt Mineral Exploration and Supply From*.
- Wirsching, F. (2000). Calcium Sulfate. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. https://doi.org/10.1002/14356007.a04_555
- Xiao, W., Liu, X., & Zhao, Z. (2020). Kinetics of nickel leaching from low-nickel matte in sulfuric acid solution under atmospheric pressure. *Hydrometallurgy*, 194. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2020.105353>
- Zhang, X., Xie, Y., Cao, H., Nawaz, F., & Zhang, Y. (2014). A novel process for recycling and resynthesizing LiNi_{1/3}Co_{1/3}Mn_{1/3}O₂ from the cathode scraps intended for lithium-ion batteries. *Waste Management*, 34(9), 1715–1724. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2014.05.023>
- Zhu, D. Q., Cui, Y., Hapugoda, S., Vining, K., & Pan, J. (2012). Mineralogy and crystal chemistry of a low grade nickel laterite ore. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 22(4), 907–916. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)61264-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)61264-8)
- Zhu, S. G., He, W. Z., Li, G. M., Zhou, X., Zhang, X. J., & Huang, J. W. (2012). Recovery of Co and Li from spent lithium-ion batteries by combination method of acid leaching and chemical precipitation. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 22(9), 2274–2281. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)61460-X](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)61460-X)
- Zhu, Z., Pranolo, Y., Zhang, W., Wang, W., & Cheng, C. Y. (2010). Precipitation of impurities from synthetic laterite leach solutions. *Hydrometallurgy*, 104(1), 81–85. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2010.05.003>

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

1. Perhitungan Neraca Massa

Diketahui :

Massa Ferronickel: 2 gram

Unsur	Massa Relative (gram/mol)	Persentase (%)	Massa Unsur Dalam Ferronickel	Mol Unsur
Ni	58,7	15,35	0,307	0,005229
Co	58,9	2,30	0,046	0,000781
Fe	55,8	67,66	1,3532	0,024251

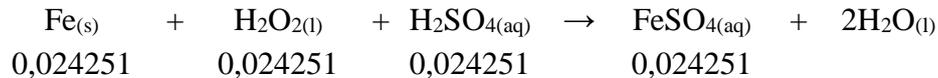
2. Perhitungan Kebutuhan Volume H₂O₂ 30%

Diketahui:

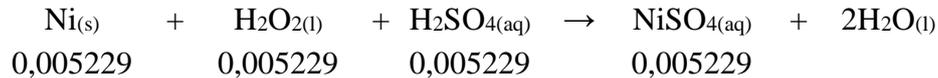
Mr H₂O₂ = 34 gr/mol

ρ H₂O₂ = 1,1 gr/ml

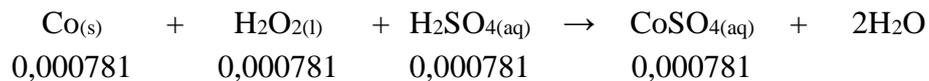
Reaksi yang terjadi:



$$\Delta G^\circ = -268,15 \quad \text{Kj/mole}$$



$$\Delta G^\circ = -247,871 \quad \text{Kj/mole}$$



$$\Delta G^\circ = -227,088 \quad \text{Kj/mole}$$

Mol H₂O₂ = 0,030261 mol

Massa H₂O₂ = 1,028874

Volume H₂O₂ yang bereaksi = $\frac{\text{mol}}{\rho} = \frac{1,028874}{1,1} = 0,93534 \text{ ml} = 1 \text{ ml}$

3. Perhitungan kebutuhan volume H₂SO₄ 98%

$$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{Mr}$$

Dimana :

$$Mr \text{ H}_2\text{SO}_4 = 98 \text{ gram/mol}$$

$$\% \text{ massa H}_2\text{SO}_4 = 98 \%$$

$$\rho \text{ H}_2\text{SO}_4 = 1,84 \text{ kg/L}$$

$$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{Mr}$$

$$M = \frac{10 \times 1,84 \times 98}{98}$$

$$M = 18,4 \text{ M}$$

H₂SO₄ 2M

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$18,4 \times V1 = 2 \times 120$$

$$V1 = 13,04 \text{ mL}$$

Untuk membuat larutan H₂SO₄ 2M sebanyak 120 ml yaitu dengan cara melarutkan H₂SO₄ 98% sebanyak 13,04 mL ke dalam *aquadest* sebanyak 106,96 ml

4. Perhitungan nilai *recovery* Fe, Ni, dan Co

Hasil pengujian SEM-EDX pada sampel *ferronickel*

Sampel	Komposisi Unsur (%)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-Lain
Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O sebelum Pencucian	20,91	2,14	1,37	2,69	74,80

Hasil pengujian SEM-EDX pada sampel kristal NiSO₄.6H₂O

Variasi Pencucian <i>Solid:Liquid</i>	Komposisi Unsur (%)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-Lain
SL10	23.25	2,04	1,06	1,41	72,24
SL15	24.36	2,01	0,87	0,86	71,90

SL20	24.98	1,95	0,79	0,79	71,49
SL25	27.13	1,55	0,66	0,64	70,02

$$\%Recovery = \frac{\text{metals content in product} \times \text{product mass}}{\text{metal content in sample} \times \text{sample mass}}$$

1. Variasi Pencucian perbandingan *Solid:Liquid* SL10

$$\%Ni = \frac{23,25\% \times 0,9935}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 75,24\%$$

$$\%Co = \frac{1,06\% \times 0,9935}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 22,89\%$$

2. Variasi Pencucian perbandingan *Solid:Liquid* SL15

$$\%Ni = \frac{24,36\% \times 1,0643}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 84,45\%$$

$$\%Co = \frac{0,87\% \times 1,0643}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 20,13\%$$

3. Variasi Pencucian perbandingan *Solid:Liquid* SL20

$$\%Ni = \frac{24,98\% \times 1,1801}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 96,02\%$$

$$\%Co = \frac{0,79 \times 1,801}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 20,27\%$$

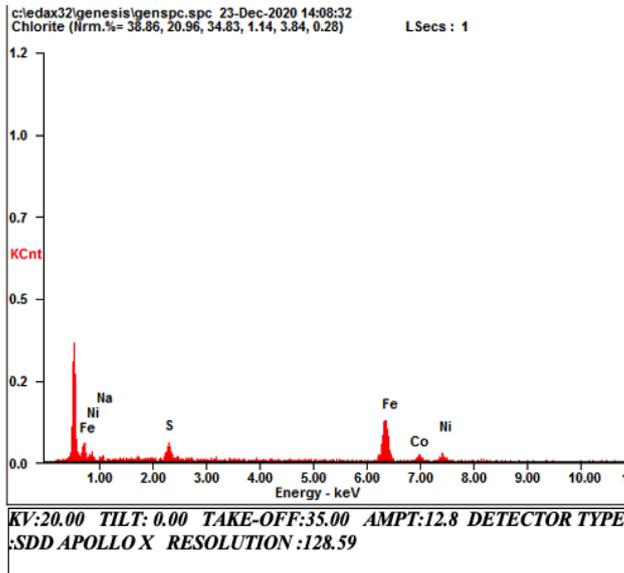
4. Variasi Pencucian perbandingan *Solid:Liquid* SL25

$$\%Ni = \frac{27,13\% \times 1,0876}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 96,11\%$$

$$\%Co = \frac{0,66\% \times 1,0876}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 15,60\%$$

5. Hasil Pengujian SEM-EDX *ferronickel* dan kristal NiSO₄.6H₂O

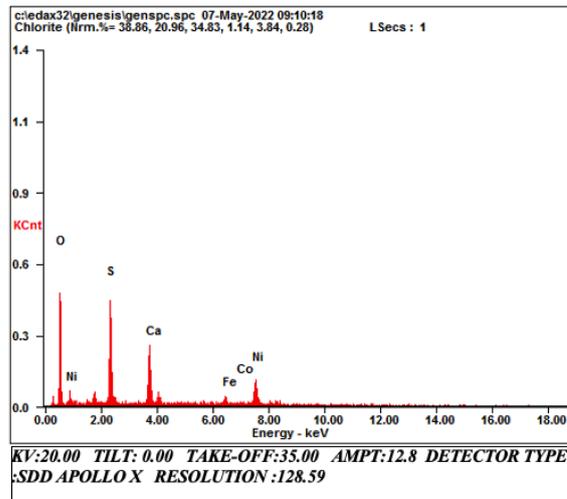
Ferronickel



Element	Wt %	At %
NaK	06.14	13.06
SK	08.55	13.04
FeK	67.66	59.22
CoK	02.30	01.90
NiK	15.35	12.78

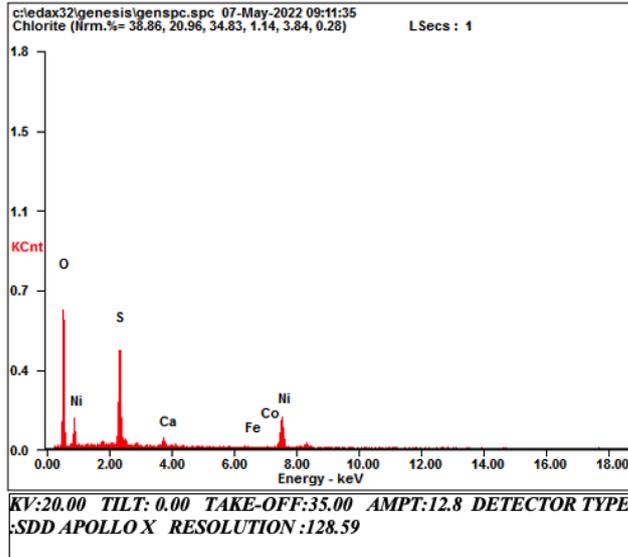
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O sebelum Pencucian



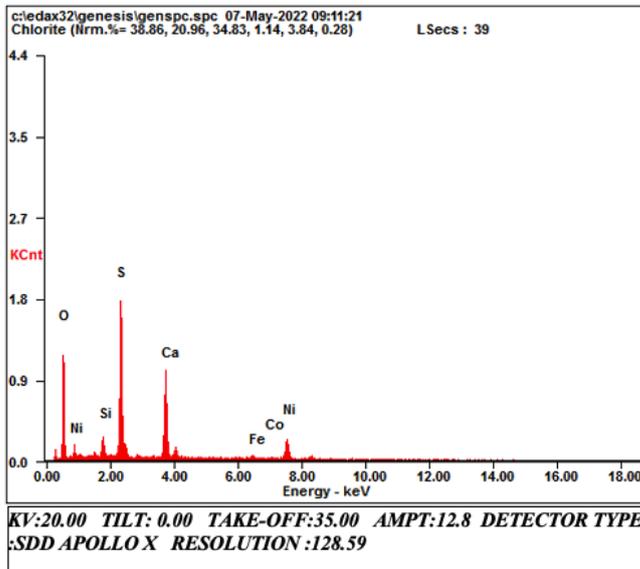
Element	Wt %	At %
OK	44.79	68.70
SK	16.19	12.39
CaK	12.99	07.95
FeK	04.00	01.76
CoK	01.12	00.46
NiK	20.91	08.74

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	47.21	71.34
SK	18.92	14.27
CaK	02.12	01.28
FeK	01.70	00.73
CoK	01.37	00.56
NiK	28.68	11.81

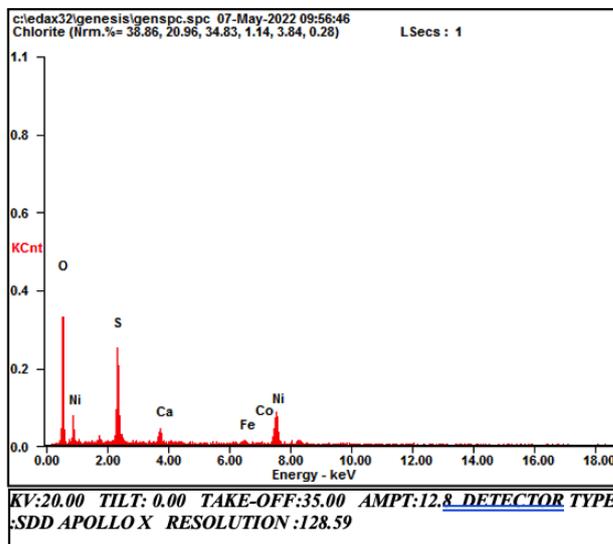
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	42.28	64.60
SiK	02.36	02.06
SK	20.40	15.55
CaK	16.47	10.05
FeK	02.14	00.93
CoK	00.71	00.30
NiK	15.63	06.51

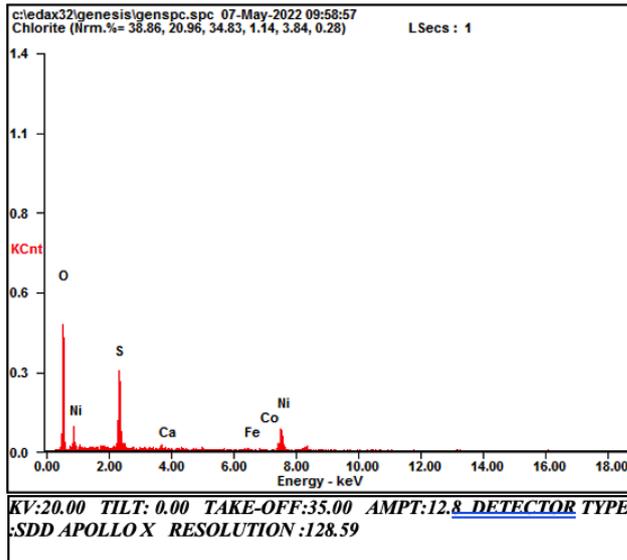
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Perbandingan SL10



Element	Wt %	At %
OK	43.49	68.89
SK	16.52	13.06
CaK	03.71	02.35
FeK	02.04	00.92
CoK	01.94	00.84
NiK	32.30	13.94

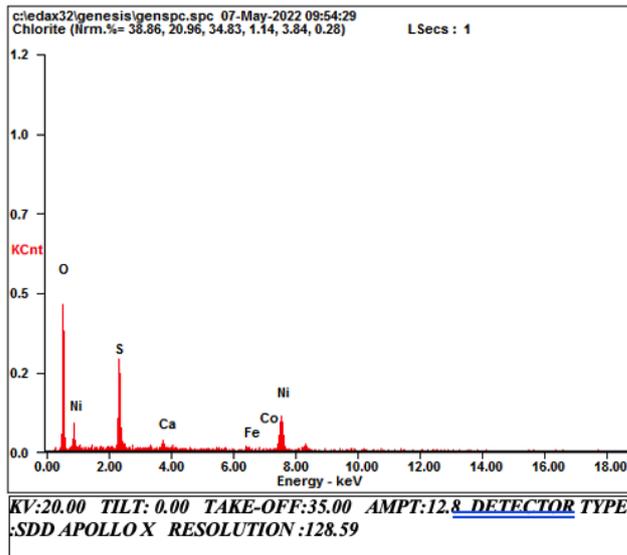
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	52.75	75.39
S K	20.10	15.05
Ca K	01.41	00.80
Fe K	01.43	00.58
Co K	01.06	00.33
Ni K	23.25	07.85

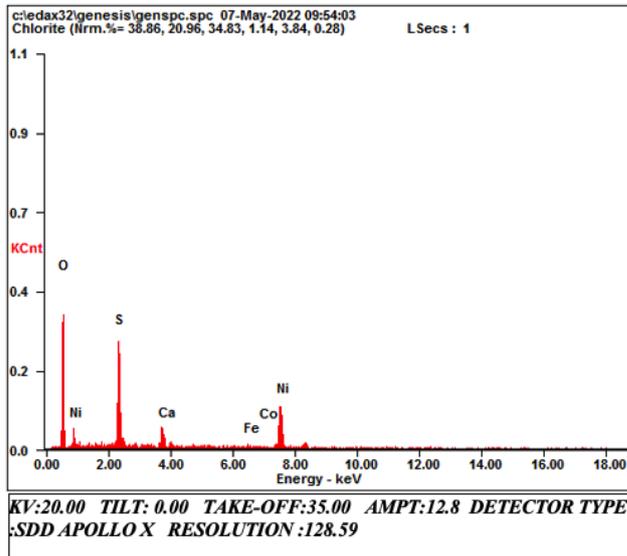
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Perbandingan SL15



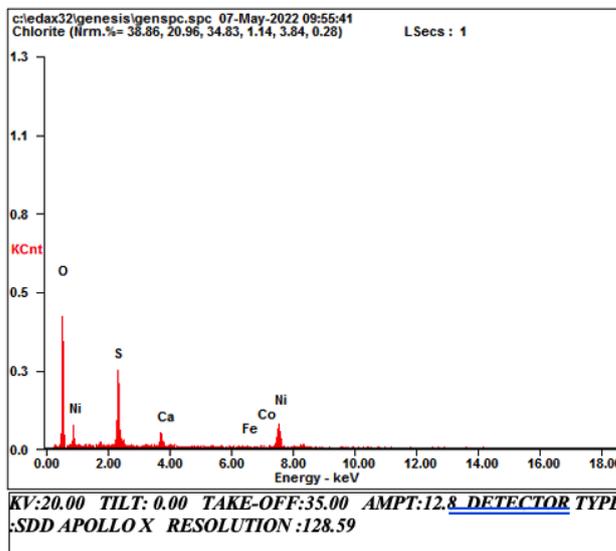
Element	Wt %	At %
O K	43.95	69.83
S K	16.22	12.60
Ca K	00.86	00.68
Fe K	02.01	00.92
Co K	01.61	00.70
Ni K	35.27	15.27

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	42.24	67.82
S K	16.05	12.86
Ca K	05.09	03.26
Fe K	01.43	00.66
Co K	00.87	00.38
Ni K	34.31	15.01

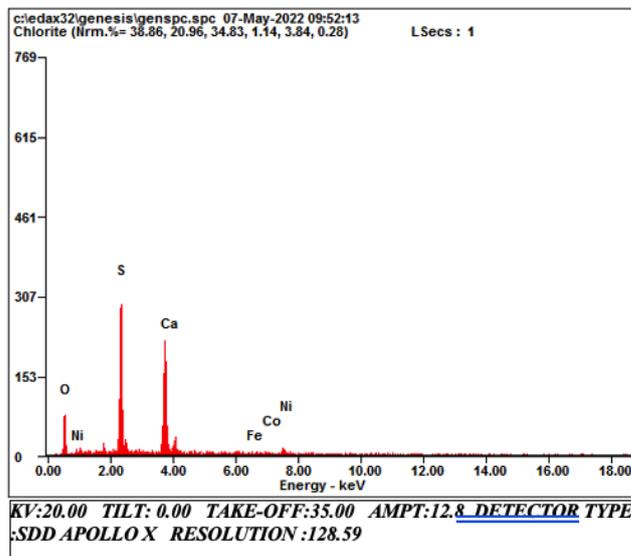
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	51.74	74.98
S K	17.95	13.74
Ca K	03.45	02.66
Fe K	01.23	00.51
Co K	01.27	00.50
Ni K	24.36	07.61

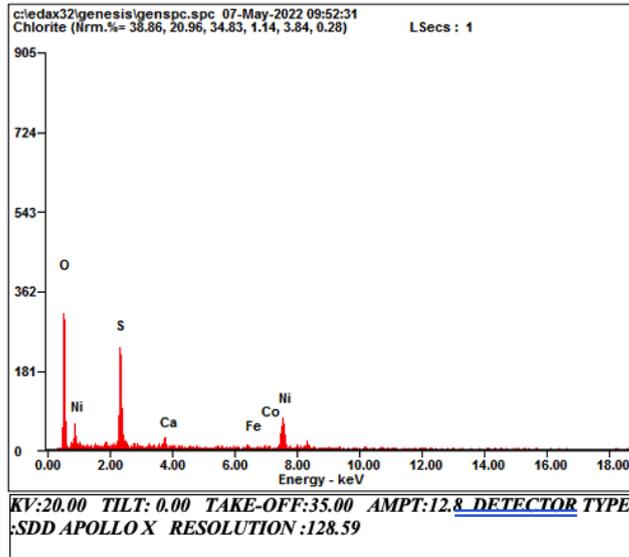
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Perbandingan SL20



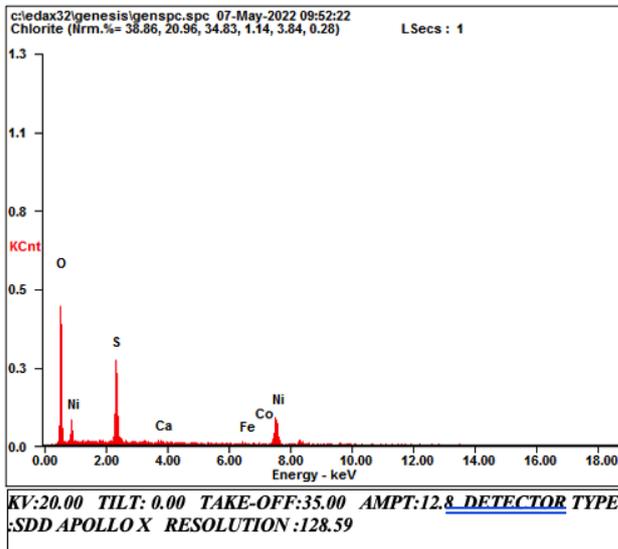
Element	Wt %	At %
O K	32.35	53.30
S K	26.10	21.46
Ca K	31.40	20.65
Fe K	01.15	00.54
Co K	00.79	00.49
Ni K	08.22	03.56

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	44.49	69.54
SK	17.88	13.94
CaK	02.29	01.43
FeK	01.95	00.87
CoK	01.61	00.68
NiK	31.78	13.54

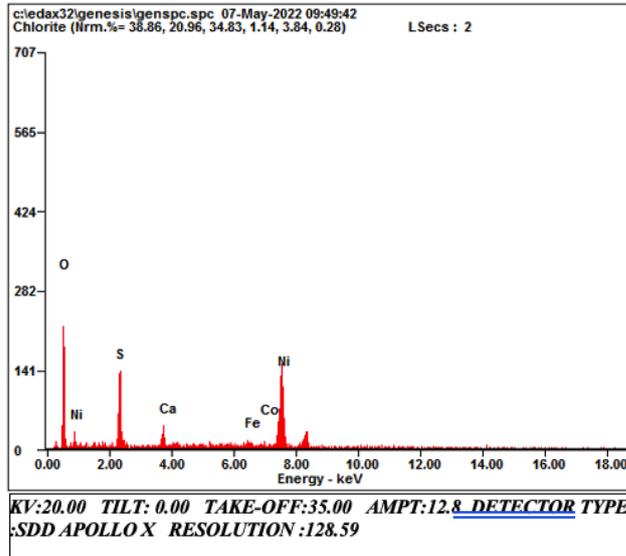
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	48.97	75.12
SK	24.50	15.04
CaK	00.79	00.53
FeK	01.35	00.58
CoK	01.41	00.53
NiK	24.98	09.20

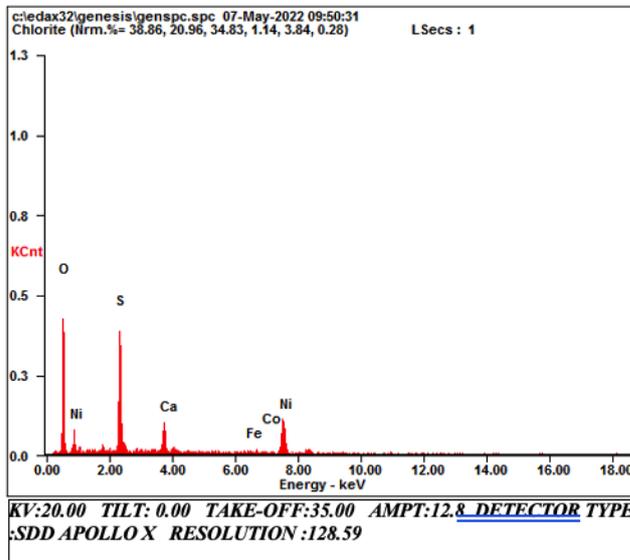
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Perbandingan SL25



Element	Wt %	At %
OK	28.12	56.68
SK	43.02	25.29
CaK	00.64	00.36
FeK	02.27	01.29
CoK	01.94	01.04
NiK	24.01	15.34

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	45.42	68.74
SK	18.95	14.40
CaK	06.29	03.95
FeK	01.55	00.78
CoK	00.66	00.28
NiK	27.13	11.86

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

6. Data ICDD-JCPDS Senyawa Yang Terbentuk Pada Produk Kristal Variasi Perbandingan

β -NiSO₄·6H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 12:27:03

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-033-0955
 Mineral name: Nickelhexahydrate, syn
 Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
 PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
 Empirical formula: H₁₂NiO₁₀S
 Chemical formula: NiSO₄·6H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
 Space group: A2/a
 Space group number: 15
 a (Å): 24,1880
 b (Å): 7,2410
 c (Å): 9,8950
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 98,4100
 Gamma (°): 90,0000
 Calculated density (g/cm³): 2,04
 Volume of cell (10⁶ pm³): 1714,43
 Z: 8,00
 RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Common Phase
 Corrosion
 Inorganic
 Mineral
 NBS pattern
 Quality: Star (S)

Comments

Color: Green
 Creation Date: 01/01/1970
 Modification Date: 01/01/1970
 Color: Green
 Sample Preparation: Sample prepared by slow evaporation from a solution of nickel sulfate in an aqueous solution of H₃PO₄
 Temperature of Data Collection: Pattern taken at 25 C
 Additional Patterns: To replace 00-018-0891 and 00-026-1288
 Optical Data: A=1.472, Q=1.502, Sign=-
 Additional Patterns: See ICSD 65018 (PDF 01-079-0105).

References

1 Of 3

Date: 29/06/2022 Time: 12:27:03

File: 1;10 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Primary reference: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, **19**, 65, (1982)
Optical data: Sutor., Acta Crystallogr., **12**, 72, (1959)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	4	0	0	5,98000	14,802	5,0
2	0	1	1	5,82400	15,201	20,0
3	1	1	1	5,53800	15,991	6,0
4	-2	1	1	5,42400	16,329	21,0
5	2	1	1	5,06100	17,509	21,0
6	-3	1	1	4,90000	18,089	51,0
7	-2	0	2	4,78200	18,540	24,0
8	3	1	1	4,51900	19,629	6,0
9	-4	1	1	4,36700	20,319	100,0
10	2	0	2	4,31400	20,572	21,0
11	-4	0	2	4,09600	21,679	22,0
12	4	1	1	4,00300	22,189	60,0
13	-5	1	1	3,86500	22,992	4,0
14	0	2	0	3,62500	24,537	14,0
15	1	2	0	3,57600	24,879	9,0
16	5	1	1	3,54400	25,107	20,0
17	2	2	0	3,46600	25,682	3,0
18	-6	1	1	3,43200	25,941	8,0
19	-6	0	2	3,34000	26,668	8,0
20	6	1	1	3,16200	28,200	7,0
21	-7	1	1	3,06800	29,082	2,0
22	-1	1	3	3,00100	29,746	6,0
23	8	0	0	2,99200	29,838	11,0
24	-2	1	3	2,97900	29,971	17,0
25	-1	2	2	2,91600	30,634	26,0
26	6	0	2	2,89000	30,917	38,0
27	1	2	2	2,86000	31,249	1,0
28	-4	1	3	2,81800	31,727	8,0
29	2	1	3	2,80100	31,925	1,0
30	2	2	2	2,77400	32,244	9,0
31	-8	0	2	2,73700	32,692	2,0
32	-4	2	2	2,71100	33,015	1,0
33	-5	1	3	2,69000	33,280	5,0
34	6	2	0	2,68100	33,395	5,0
35	3	2	2	2,66000	33,666	5,0
36	-5	2	2	2,58800	34,632	1,0
37	8	1	1	2,57000	34,882	9,0
38	-6	1	3	2,55300	35,122	2,0
39	-2	0	4	2,47100	36,328	12,0
40	-6	2	2	2,45400	36,588	3,0
41	-7	1	3	2,40800	37,313	2,0
42	10	0	0	2,39200	37,572	3,0
43	0	3	1	2,34200	38,405	1,0
44	2	0	4	2,33100	38,593	1,0
45	8	2	0	2,30600	39,029	5,0
46	-10	0	2	2,28500	39,402	4,0
47	-3	3	1	2,27200	39,637	13,0
48	6	1	3	2,24600	40,115	5,0
49	3	3	1	2,22900	40,435	2,0
50	-4	3	1	2,20900	40,817	5,0
51	-8	2	2	2,18300	41,325	3,0
52	4	0	4	2,15700	41,846	3,0

2 Of 3

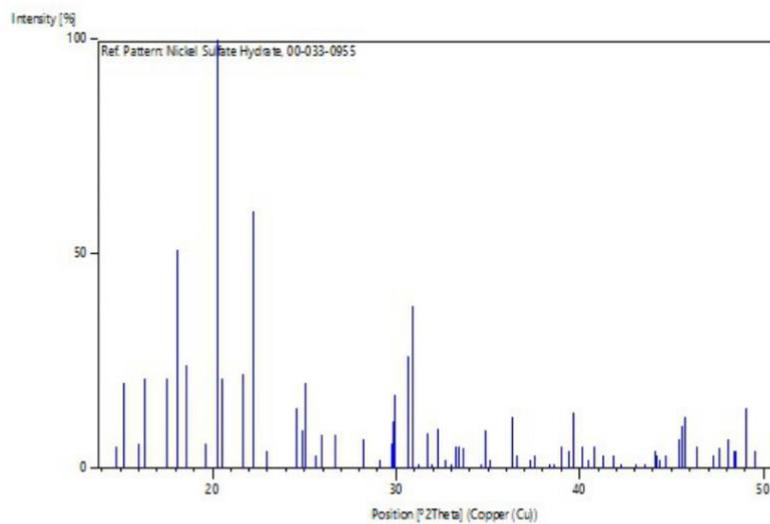
Date: 29/06/2022 Time: 12:27:03

File: 1;10 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian

53	-5	3	1	2,13500	42,298	1,0
54	-11	1	1	2,09800	43,081	1,0
55	5	3	1	2,07600	43,561	1,0
56	-9	2	2	2,05200	44,097	4,0
57	-8	0	4	2,04700	44,210	3,0
58	-1	2	4	2,04100	44,347	2,0
59	0	2	4	2,02800	44,647	3,0
60	-4	2	4	1,99500	45,426	7,0
61	6	3	1	1,99000	45,547	10,0
62	11	1	1	1,98100	45,765	12,0
63	-5	2	4	1,95400	46,434	5,0
64	1	3	3	1,91990	47,309	3,0
65	-2	1	5	1,90920	47,590	5,0
66	0	1	5	1,89010	48,101	7,0
67	-4	1	5	1,87910	48,401	4,0
68	-8	3	1	1,87690	48,461	4,0
69	4	2	4	1,85360	49,110	14,0
70	12	1	1	1,83780	49,561	4,0

Stick Pattern



α -NiSO₄·6H₂O

Date: 06/07/2022 Time: 15:05:31

File: 1;25 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-047-1811
Mineral name: Retgersite
Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
Empirical formula: H₁₂NiO₁₀S
Chemical formula: NiSO₄ · 6H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Tetragonal
Space group: P41,3212
Space group number: 92
a (Å): 6,7720
b (Å): 6,7720
c (Å): 18,2490
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10⁶ pm³): 836,90
Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Corrosion
Inorganic
Mineral
Quality: Indexed (I)

Comments

Color: Green, blue-green
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Optical Data: A=1.486(3), B=1.511(3), Sign=-
Analysis: Chemical analysis (wt.%): NiO 28.31, SO₃ 29.77, MgO 0.63, CaO 0.33, FeO 0.09, CoO 0.12, H₂O 40.35. Color: Green, blue-green. Sample Source or Locality: Specimen from Svornost shaft, Jachymov, Krusne Hory Mountains, Czech Republic. Additional Patterns: See ICSD 62051 (PDF 01-078-0921).

References

Primary reference: Sejkora, J., Ridkosal, T., Neues Jahrb. Mineral., Monatsh., **1993**, 393, (1993)
Structure: Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, **49**, 641, (1993)

Peak list

1 Of 3

Date: 06/07/2022 Time: 15:05:31

File: 1;25 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

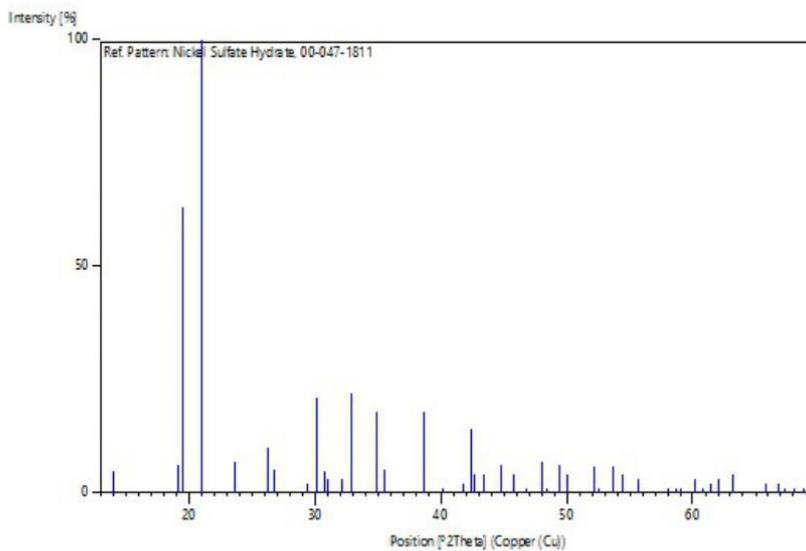
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	1	6,33800	13,962	5,0
2	1	1	1	4,63800	19,120	6,0
3	0	0	4	4,57100	19,403	63,0
4	1	1	2	4,24400	20,915	100,0
5	1	1	3	3,76800	23,593	7,0
6	2	0	0	3,38700	26,291	10,0
7	2	0	1	3,33600	26,701	5,0
8	2	1	0	3,03500	29,406	2,0
9	2	0	3	2,95900	30,179	21,0
10	1	1	5	2,90800	30,721	5,0
11	2	1	2	2,88000	31,027	3,0
12	1	0	6	2,78000	32,173	3,0
13	2	0	4	2,72000	32,902	22,0
14	1	1	6	2,56900	34,897	18,0
15	2	1	4	2,52300	35,554	5,0
16	2	1	5	2,33100	38,593	18,0
17	3	0	1	2,24200	40,190	1,0
18	1	0	8	2,16000	41,786	2,0
19	3	1	1	2,12700	42,465	14,0
20	3	0	3	2,11800	42,654	4,0
21	3	1	2	2,08400	43,385	4,0
22	3	1	3	2,02100	44,810	6,0
23	2	1	7	1,97800	45,839	4,0
24	3	1	4	1,94100	46,764	1,0
25	2	0	8	1,89100	48,077	7,0
26	3	2	0	1,87700	48,459	1,0
27	3	1	5	1,84500	49,355	6,0
28	2	1	8	1,82100	50,049	4,0
29	3	1	6	1,75100	52,198	6,0
30	2	0	9	1,74000	52,553	1,0
31	1	1	10	1,70600	53,683	6,0
32	4	0	1	1,68500	54,407	4,0
33	3	1	7	1,65100	55,623	3,0
34	4	0	4	1,58800	58,035	1,0
35	3	3	2	1,57300	58,642	1,0
36	2	1	10	1,56300	59,054	1,0
37	4	0	5	1,53700	60,155	3,0
38	0	0	12	1,52200	60,810	1,0
39	4	2	1	1,50900	61,390	2,0
40	4	2	2	1,49400	62,075	3,0
41	3	1	9	1,47100	63,156	4,0
42	4	0	7	1,41900	65,755	2,0
43	4	2	5	1,39900	66,817	2,0
44	3	1	10	1,38900	67,362	1,0
45	3	2	9	1,37700	68,029	1,0
46	2	2	11	1,36400	68,768	1,0

Stick Pattern

Date: 06/07/2022 Time: 15:05:31

File: 1;25 NiSO4.6H2O

User: Fahny Ardian



3 Of 3

NiSO₄·4H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 12:33:18

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-018-0892
 Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
 PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
 Empirical formula: H₈NiO₈S
 Chemical formula: NiSO₄·4H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Unknown

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Low precision (O)

Comments

Creation Date: 01/01/1970
 Modification Date: 01/01/1970
 Deleted Or Rejected By: Deleted by Duplicate Program. Obtained by planimetry of diffractometer trace
 Sample Preparation: Sample prepared by dehydration of the hexahydrate.

References

Primary reference: Kohler, K., Zaske, P., Mineral. Inst., Freie Univ. Berlin, Germany., Private Communication, (1965)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1				6,74000	13,125	20,0
2				6,35000	13,935	6,0
3				5,42000	16,341	75,0
4				5,10000	17,374	8,0
5				4,69000	18,907	12,0
6				4,64000	19,112	6,0
7				4,56000	19,451	25,0
8				4,43000	20,027	50,0
9				4,08000	21,765	100,0
10				3,92000	22,665	40,0
11				3,78000	23,517	8,0
12				3,57000	24,921	8,0
13				3,39000	26,268	8,0
14				3,37000	26,426	20,0
15				3,34000	26,668	6,0

1 Of 3

LAPORAN TUGAS AKHIR
DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL FI-ITS



Date: 29/06/2022 Time: 12:33:18

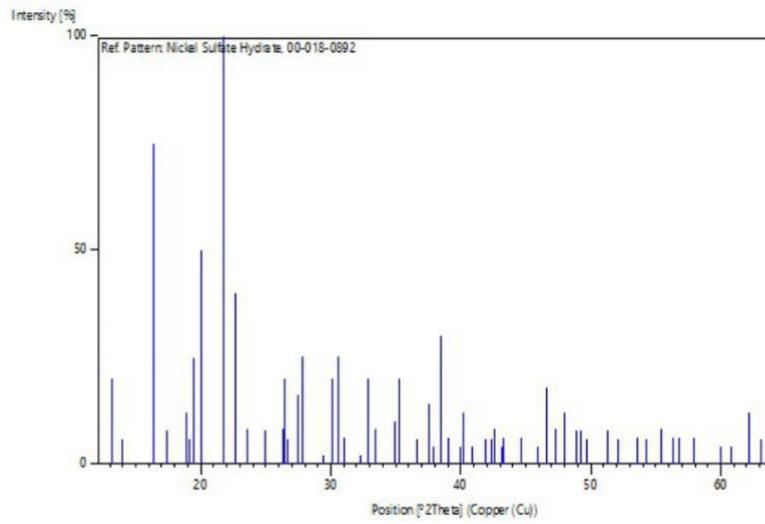
File: 1;10 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian

16	3,25000	27,421	16,0
17	3,20000	27,858	25,0
18	3,03000	29,455	2,0
19	2,96600	30,106	20,0
20	2,91800	30,613	25,0
21	2,87800	31,049	6,0
22	2,77400	32,244	2,0
23	2,72000	32,902	20,0
24	2,68400	33,357	8,0
25	2,57200	34,854	10,0
26	2,54200	35,279	20,0
27	2,45200	36,619	6,0
28	2,39700	37,490	14,0
29	2,37300	37,884	4,0
30	2,33700	38,490	30,0
31	2,30200	39,099	6,0
32	2,25600	39,930	4,0
33	2,24200	40,190	12,0
34	2,20400	40,914	4,0
35	2,15600	41,867	6,0
36	2,13200	42,361	6,0
37	2,12300	42,549	8,0
38	2,09600	43,124	4,0
39	2,08800	43,298	6,0
40	2,02600	44,693	6,0
41	1,97700	45,863	4,0
42	1,94700	46,611	18,0
43	1,92000	47,306	8,0
44	1,89600	47,942	12,0
45	1,86200	48,874	8,0
46	1,85000	49,212	8,0
47	1,83300	49,699	6,0
48	1,78000	51,285	8,0
49	1,75400	52,102	6,0
50	1,70800	53,615	6,0
51	1,68900	54,267	6,0
52	1,65500	55,477	8,0
53	1,63300	56,291	6,0
54	1,62100	56,745	6,0
55	1,59000	57,955	6,0
56	1,54000	60,026	4,0
57	1,52300	60,766	4,0
58	1,49300	62,121	12,0
59	1,47300	63,060	6,0

Stick Pattern

2 Of 3



NiSO₄·2H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 12:55:32

File: 1;20 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-017-0483
Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
Empirical formula: H₄NiO₆S
Chemical formula: NiSO₄ · 2H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Unknown

RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Common Phase
Corrosion
Forensic
Inorganic
Quality: Low precision (O)

Comments

Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Intensities obtained by planimetry of diffractometer trace. Sample Preparation: Sample prepared by dehydration of the tetrahydrate.

References

Primary reference: Kohler, K., Zaska, P., Mineralogisches Institut, Freie Universitat Berlin, Germany., Private Communication

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1				5,81000	15,238	8,0
2				5,42000	16,341	10,0
3				5,05000	17,548	8,0
4				4,88000	18,164	10,0
5				4,75000	18,666	75,0
6				4,51000	19,668	10,0
7				4,36000	20,352	70,0
8				4,23000	20,985	4,0
9				4,08000	21,765	6,0
10				3,99000	22,263	18,0
11				3,80000	23,391	10,0
12				3,67000	24,232	2,0
13				3,61000	24,641	4,0

1 Of 2

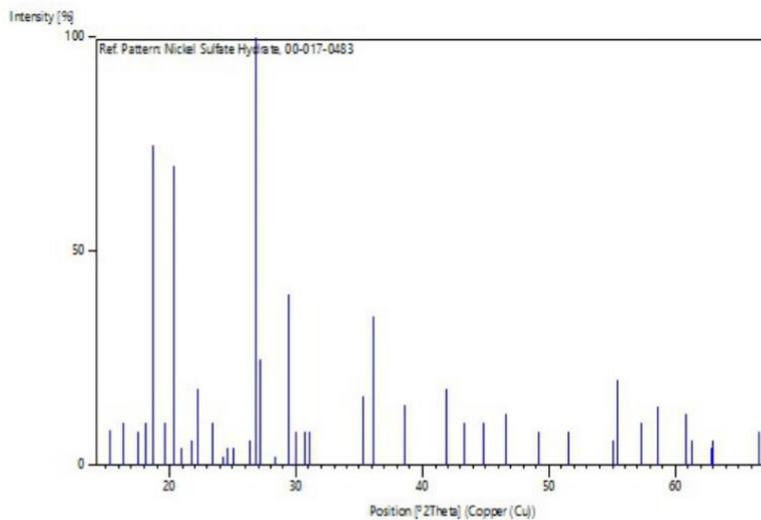
Date: 29/06/2022 Time: 12:55:32

File: 1;20 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian

14	3,55000	25,064	4,0
15	3,38000	26,347	6,0
16	3,32000	26,832	100,0
17	3,28000	27,165	25,0
18	3,15000	28,309	2,0
19	3,03000	29,455	40,0
20	2,97600	30,002	8,0
21	2,90900	30,710	8,0
22	2,87800	31,049	8,0
23	2,53600	35,365	16,0
24	2,48400	36,131	35,0
25	2,33200	38,576	14,0
26	2,15200	41,948	18,0
27	2,08900	43,276	10,0
28	2,01800	44,880	10,0
29	1,94700	46,611	12,0
30	1,85000	49,212	8,0
31	1,77200	51,533	8,0
32	1,66600	55,080	6,0
33	1,65700	55,404	20,0
34	1,60700	57,285	10,0
35	1,57400	58,601	14,0
36	1,52000	60,899	12,0
37	1,51100	61,300	6,0
38	1,47800	62,823	4,0
39	1,47500	62,965	6,0
40	1,40300	66,602	8,0

Stick Pattern



2 Of 2

NiSO₄·7H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 14:40:12

File: 1;25 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-001-0403
Mineral name: Morenosite, syn
Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
Empirical formula: H₁₄NiO₁₁S
Chemical formula: NiSO₄·7H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic
Space group: P212121
Space group number: 19
a (Å): 11,8600
b (Å): 12,0800
c (Å): 6,8100
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 1,91
Measured density (g/cm³): 1,98
Volume of cell (10⁶ pm³): 975,66
Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Common Phase
Corrosion
Forensic
Inorganic
Mineral
Quality: Indexed (I)

Comments

Color: Green
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Optical Data: A=1.4693, B=1.489, Q=1.4923, Sign=-, 2V=42°
Color: Green. Transforms to NiSO₄·6H₂O (II) at 31.5 loses 6H₂O at 103
Additional Patterns: See ICSD 15980 (PDF 01-085-0450); See ICSD 39419 (PDF 01-077-0681).

References

Primary reference: Hanawalt, J., Rinn, H., Frevel, L., Anal. Chem., **10**, 457, (1938)
Unit cell: Wyckoff., The Structure of Crystals, **1**

1 Of 3

Date: 29/06/2022 Time: 14:40:12

File: 1;25 NISO4 6H2O

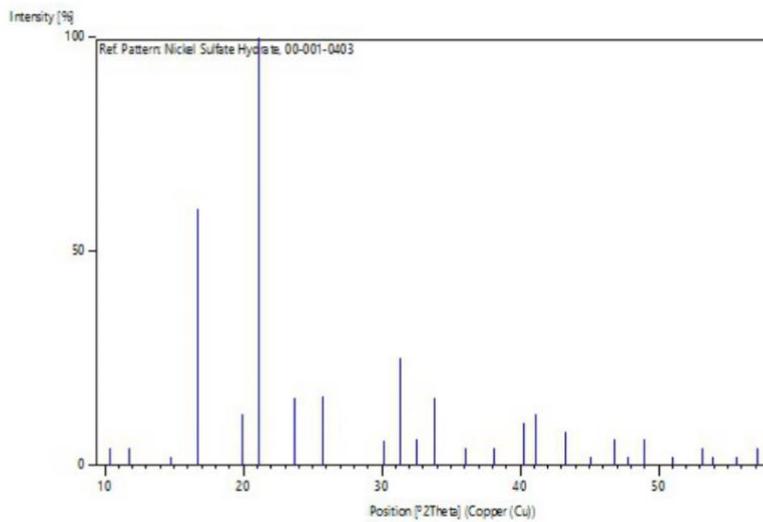
User: Fahny Ardian

Optical data: Winchell., Elements of Optical Mineralogy

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	0	8,50000	10,399	4,0
2				7,50000	11,790	4,0
3	0	2	0	6,00000	14,752	2,0
4	1	1	1	5,30000	16,714	60,0
5	2	0	1	4,45000	19,936	12,0
6	2	1	1	4,20000	21,136	100,0
7	3	1	0	3,75000	23,707	16,0
8	0	3	1	3,45000	25,803	16,0
9	4	0	0	2,96000	30,168	6,0
10	2	1	2	2,85000	31,362	25,0
11	0	4	1	2,75000	32,533	6,0
12	4	1	1	2,65000	33,797	16,0
13	4	2	1	2,49000	36,041	4,0
14	1	5	0	2,36000	38,101	4,0
15	5	0	1	2,24000	40,227	10,0
16	1	1	3	2,19000	41,187	12,0
17	1	2	3	2,09000	43,254	8,0
18	0	6	0	2,01000	45,068	2,0
19	3	1	3	1,94000	46,789	6,0
20	6	0	1	1,90000	47,835	2,0
21	5	4	0	1,86000	48,930	6,0
22	1	4	3	1,79000	50,978	2,0
23	6	3	1	1,72000	53,212	4,0
24	0	0	4	1,70000	53,888	2,0
25	3	4	3	1,65000	55,660	2,0
26	2	7	1	1,61000	57,168	4,0

Stick Pattern



2 Of 3

CaSO₄·2H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 12:32:47

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-036-0432
 Mineral name: Gypsum
 Compound name: Calcium Sulfate Hydrate
 PDF index name: Calcium Sulfate Hydrate
 Empirical formula: CaH₄O₆S
 Chemical formula: CaSO₄ · 2H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
 Space group: I2/a
 Space group number: 15
 a (Å): 5,6800
 b (Å): 15,1800
 c (Å): 6,5200
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 118,3830
 Gamma (°): 90,0000
 Calculated density (g/cm³): 2,31
 Volume of cell (10⁶ pm³): 494,59
 Z: 4,00
 RIR: 1,70

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Quality: Calculated (C)

Comments

Creation Date: 01/01/1970
 Modification Date: 01/01/1970
 Sample Source or Locality: Specimen from Utah, USA.

References

Primary reference: Smith, D., Schultz, K., Dept. of Geosciences, Penn State Univ., University Park, PA, USA., ICDD Grant-in-Aid, (1985)
 Unit cell: Atoji, M., Rundle, R., J. Chem. Phys., **29**, 1306, (1958)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	2	0	7,59000	11,650	77,0

1 Of 3

LAPORAN TUGAS AKHIR
DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL FI-ITS



Date: 29/06/2022 Time: 12:32:47

File: 1;10 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian

2	1	1	0	4,74700	18,677	3,0
3	-1	2	1	4,27900	20,742	100,0
4	0	4	0	3,79500	23,422	13,0
5	-1	1	2	3,16800	28,145	4,0
6	-1	4	1	3,06100	29,150	55,0
7	1	2	1	2,87500	31,082	42,0
8	-2	1	1	2,78900	32,066	8,0
9	0	2	2	2,68300	33,369	31,0
10	1	5	0	2,59500	34,536	3,0
11	2	0	0	2,49900	35,907	8,0
12	-2	3	1	2,47500	36,267	2,0
13	-2	2	2	2,45100	36,635	5,0
14	1	4	1	2,40400	37,377	2,0
15	-1	5	2	2,21500	40,701	9,0
16	2	4	0	2,08700	43,320	11,0
17	-1	2	3	2,07900	43,495	8,0
18	1	1	2	2,07500	43,583	9,0
19	-2	1	3	2,04500	44,256	3,0
20	1	7	0	1,98930	45,563	2,0
21	2	1	1	1,95650	46,371	2,0
22	0	6	2	1,89730	47,907	9,0
23	-1	4	3	1,87810	48,428	8,0
24	-3	1	2	1,86560	48,774	2,0
25	-2	6	2	1,80980	50,381	8,0
26	-3	2	1	1,80000	50,674	4,0
27	-1	8	1	1,77780	51,353	6,0
28	-3	4	1	1,66500	55,116	3,0
29	-2	0	4	1,61990	56,787	5,0
30	0	8	2	1,58250	58,256	2,0
31	1	4	3	1,43960	64,699	2,0
32	0	7	3	1,43420	64,972	2,0
33	-2	6	4	1,36390	68,774	2,0
34	-1	2	5	1,23910	76,875	2,0
35	2	8	2	1,20200	79,710	2,0

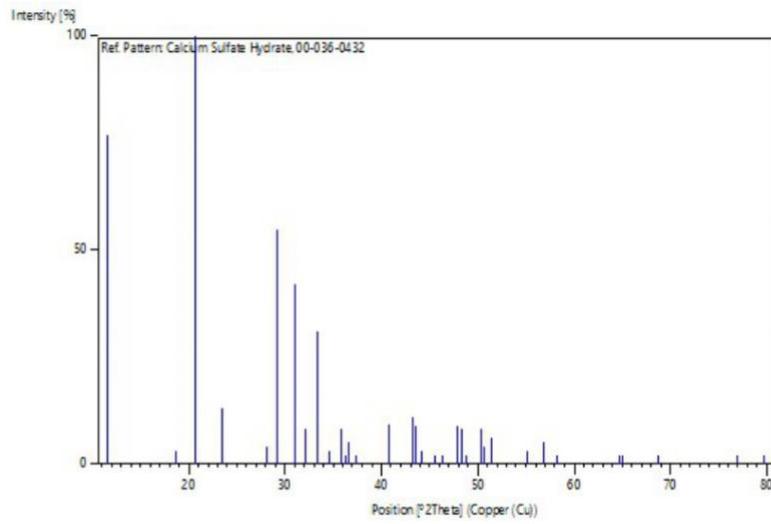
Stick Pattern

2 Of 3

Date: 29/06/2022 Time: 12:32:47

File: 1;10 NISO4 6H2O

User: Fahny Ardian



3 Of 3

CaSO₄·2H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 12:33:49

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-016-0304
Mineral name: Moorhouseite
Compound name: Cobalt Sulfate Hydrate
PDF index name: Cobalt Sulfate Hydrate
Empirical formula: CoH₁₂O₁₀S
Chemical formula: CoSO₄ · 6H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: C2/c
Space group number: 15
a (Å): 10,0400
b (Å): 7,2340
c (Å): 24,3000
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 98,3400
Gamma (°): 90,0000
Calculated density (g/cm³): 2,00
Measured density (g/cm³): 1,97
Volume of cell (10⁶ pm³): 1746,23
Z: 8,00
RIR: 1,30

Subfiles and quality

Subfiles: Corrosion
Forensic
Inorganic
Mineral
Quality: Indexed (I)

Comments

Color: Pink
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Sample Source or Locality: Specimen from Walton, Nova Scotia, Canada
Optical Data: A=1.470, Q=1.496, Sign=-, 2V=20(10)°
Color: Pink.

References

Primary reference: de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands., ICDD Grant-in-Aid
Optical data: Jambor, Boyle., Can. Mineral., **8**, 166, (1965)

1 Of 3

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	0	4	6,01000	14,728	6,0
2	1	1	0	5,85000	15,133	25,0
3	1	1	1	5,57000	15,898	4,0
4	-1	1	2	5,45000	16,251	30,0
5	1	1	2	5,09000	17,409	25,0
6	2	0	0	4,97000	17,832	20,0
7	-1	1	3	4,93000	17,978	4,0
8	-2	0	2	4,85000	18,277	16,0
9	1	1	3	4,54000	19,537	6,0
10	-1	1	4	4,38000	20,258	100,0
11	-2	0	4	4,14000	21,446	18,0
12	1	1	4	4,02000	22,094	55,0
13	-1	1	5	3,88000	22,902	6,0
14	0	2	0	3,62000	24,572	14,0
15	2	0	4	3,58000	24,851	16,0
16	0	2	2	3,46000	25,727	2,0
17	-1	1	6	3,45000	25,803	8,0
18	-2	0	6	3,37000	26,426	8,0
19	0	2	3	3,30000	26,998	2,0
20	1	1	6	3,18000	28,037	8,0
21	0	2	4	3,10000	28,776	1,0
22	-1	1	7	3,08000	28,967	4,0
23	-3	1	1	3,04000	29,356	2,0
24	-3	1	2	3,02000	29,555	8,0
25	3	1	0	3,01000	29,655	8,0
26	-3	1	3	2,95000	30,273	6,0
27	-2	2	1	2,93300	30,453	6,0
28	2	0	6	2,92000	30,591	18,0
29	-2	2	2	2,89800	30,829	18,0
30	2	2	1	2,87400	31,093	2,0
31	-3	1	4	2,84700	31,396	6,0
32	-2	2	3	2,82600	31,635	4,0
33	2	2	2	2,78800	32,078	8,0
34	-1	1	8	2,77100	32,280	1,0
35	-2	0	8	2,75400	32,485	4,0
36	-3	1	5	2,72000	32,902	4,0
37	3	1	3	2,70400	33,103	1,0
38	0	2	6	2,68500	33,344	8,0
39	2	2	3	2,67400	33,485	6,0
40	-2	2	5	2,59900	34,481	2,0
41	1	1	8	2,58500	34,674	8,0
42	3	1	4	2,56000	35,023	1,0
43	2	2	4	2,54600	35,222	2,0
44	-1	1	9	2,51300	35,700	6,0
45	-4	0	2	2,50600	35,803	6,0
46	0	2	7	2,48800	36,071	2,0
47	-2	2	6	2,46400	36,435	2,0
48	-4	0	4	2,42200	37,089	4,0
49	1	3	0	2,34200	38,405	1,0
50	-2	2	7	2,32600	38,680	2,0
51	0	2	8	2,31200	38,923	6,0
52	-1	1	10	2,29400	39,241	2,0
53	-3	1	8	2,28400	39,420	8,0
54	-1	3	3	2,27000	39,673	10,0
55	1	3	3	2,22900	40,435	2,0
56	-1	3	4	2,20900	40,817	6,0

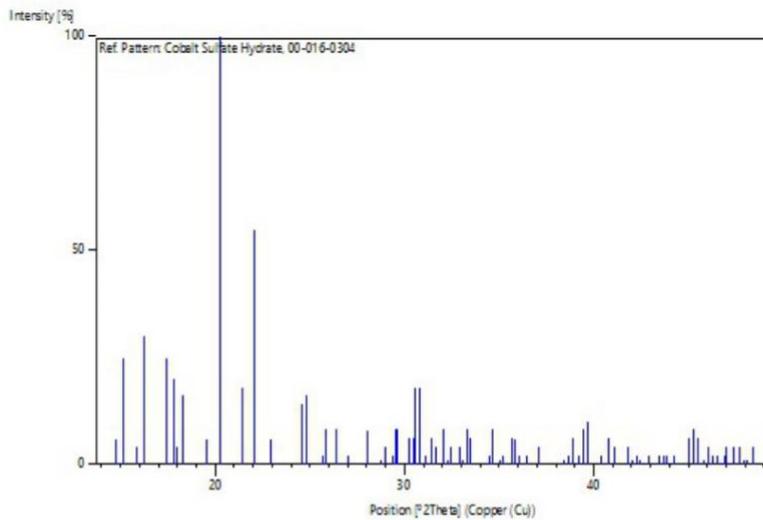
Date: 29/06/2022 Time: 12:33:49

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

57	-2	2	8	2,19200	41,148	4,0
58	1	3	4	2,15900	41,806	4,0
59	-3	1	9	2,14600	42,071	1,0
60	-1	3	5	2,13600	42,277	2,0
61	3	1	7	2,13000	42,402	1,0
62	-1	1	11	2,10800	42,867	2,0
63	1	3	5	2,07900	43,495	2,0
64	-4	0	8	2,06800	43,738	2,0
65	-4	2	1	2,06100	43,894	2,0
66	4	2	0	2,04600	44,233	2,0
67	-4	2	4	2,01300	44,997	6,0
68	3	1	8	2,00000	45,306	8,0
69	1	3	6	1,99300	45,474	6,0
70	4	2	2	1,98000	45,790	1,0
71	-4	2	5	1,97000	46,035	4,0
72	-2	0	12	1,95800	46,334	2,0
73	3	3	0	1,94900	46,560	2,0
74	-5	1	2	1,93500	46,917	2,0
75	3	3	1	1,93000	47,046	4,0
76	5	1	0	1,91600	47,411	4,0
77	-5	1	4	1,90400	47,728	4,0
78	2	2	9	1,89400	47,996	1,0
79	5	1	1	1,88900	48,131	1,0
80	3	1	9	1,87900	48,404	4,0

Stick Pattern



3 Of 3

FeSO₄·4H₂O

Date: 06/07/2022 Time: 14:14:16

File: 1;10 NiSO4 6H2O

User: Fahny Ardian

Name and formula

Reference code: 00-001-0201
 Compound name: Iron Sulfate Hydrate
 PDF index name: Iron Sulfate Hydrate
 Empirical formula: FeH₈O₈S
 Chemical formula: FeSO₄ · 4H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Unknown

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Low precision (0)

Comments

Color: Green
 Creation Date: 01/01/1970
 Modification Date: 01/01/1970
 Deleted Or Rejected By: Deleted: Berry Parcel August 24, 1964. (For 16-699 and 19-632). Optical Data: A=1.533, B=1.5358, 2V=very large. Color: Green. Unit Cell: Reference reports: Monoclinic.

References

Primary reference: Hanawalt et al., Anal. Chem., **10**, 475, (1938)
 Optical data: Winchell., Microscopic Character of Artificial Minerals, 2nd Ed.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1				6,90000	12,819	38,0
2				5,50000	16,102	100,0
3				4,49000	19,757	100,0
4				3,99000	22,263	75,0
5				3,60000	24,710	3,0
6				3,40000	26,189	50,0
7				3,24000	27,507	50,0
8				2,97000	30,064	75,0
9				2,75000	32,533	20,0
10				2,58000	34,743	38,0
11				2,43000	36,963	38,0
12				2,36000	38,101	38,0
13				2,27000	39,673	38,0
14				2,18000	41,385	3,0

1 Of 2

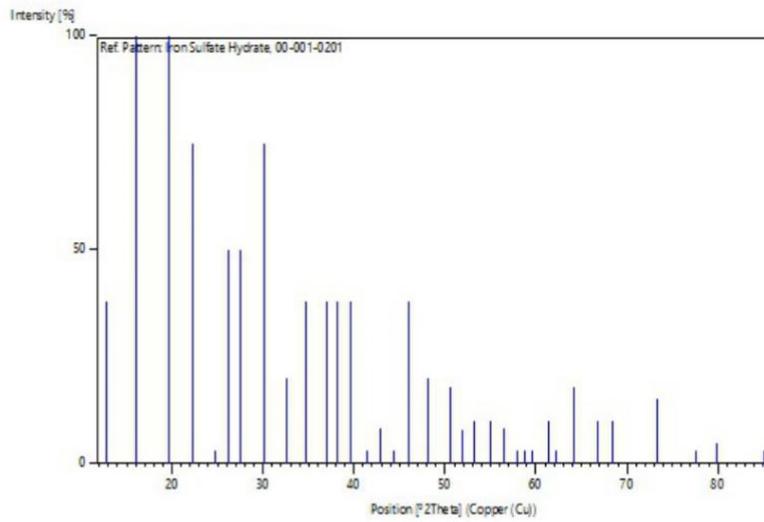
Date: 06/07/2022 Time: 14:14:16

File: 1;10 NISO46H2O

User: Fahny Ardian

15	2,11000	42,824	8,0
16	2,04000	44,370	3,0
17	1,97000	46,035	38,0
18	1,89000	48,104	20,0
19	1,80000	50,674	18,0
20	1,76000	51,911	8,0
21	1,72000	53,212	10,0
22	1,67000	54,937	10,0
23	1,63000	56,403	8,0
24	1,59000	57,955	3,0
25	1,57000	58,765	3,0
26	1,55000	59,599	3,0
27	1,51000	61,345	10,0
28	1,49000	62,260	3,0
29	1,45000	64,179	18,0
30	1,40000	66,763	10,0
31	1,37000	68,425	10,0
32	1,29000	73,330	15,0
33	1,23000	77,549	3,0
34	1,20000	79,870	5,0
35	1,14000	85,017	3,0

Stick Pattern



7. Dokumentasi Penelitian Proses *Leaching*



Penyaringan Filtrat *Leaching*



Proses Presipitasi



Penyaringan Filtrat Presipitasi



Proses Pemanasan Filtrat Presipitasi



Proses Penyaringan Filtrat Pemanasan



Proses Kristalisasi Sebelum Pencucian



Proses Pencucian dengan 4 Variasi Perbandingan *Solid:Liquid*



Proses Rekrystalisasi



UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam pengerjaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir “Analisis Pengaruh Variasi Perbandingan *Solid:Liquid* Pencucian Terhadap Hasil Kristalisasi Dari Larutan Leaching *Ferronickel* Menggunakan Aditif CaCO_3 Untuk Sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ” Menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, ucapan terima kasih tak lupa penulis sampaikan kepada pihak – pihak yang telah membantu, antara lain:

1. Tim Hidrometalurgi yang selalu membantu dan setia menemani sejak mahasiswa baru hingga berjuang bersama-sama menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Anggota Laboratorium Teknologi Pengolahan Mineral dan Material lainnya yang senantiasa membantu terkait penelitian dan analisis dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini.
3. Teman-teman MT 20 selaku angkatan penulisan yang telah membantu dan menghiasi masa-masa perkuliahan.

Akhir kata, Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak – pihak yang telah membantu dan memohon maaf apabila terdapat pihak – pihak yang belum dituliskan dalam halaman terima kasih ini. Semoga kebaikan yang telah kalian berikan dibalas oleh Allah. Semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat untuk pengembangan penelitian lebih lanjut.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Rachmat Binawan Priyono lahir di Depok, 4 September 2000. Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan mulai dari SDIT Al-Muhajirin, Sekolah Menengah Pertama Negeri 2 Depok, Sekolah Menengah Atas Negeri 1 Depok. Selanjutnya penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS pada tahun 2018. Selama menjadi mahasiswa penulis merupakan bagian dari Asisten Lab Pengolahan Mineral. Penulis juga merupakan bagian dari Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi periode kepengurusan 2019/2020 dan 2020/2021. Penulis menyelesaikan masa studi S-1 dengan mengambil bidang Pengolahan Mineral dan Material dengan topik pengolahan *ferronickel* sebagai bahan baku katoda baterai NMC.

Penulis dapat dihubungi melalui alamat *e-mail* dan nomor telepon: rachmatbinawan@gmail.com dan 082311523890