

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH JUMLAH REKRISTALISASI
BERTAHAP PADA KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ HASIL
PRESIPITASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL*
MENGUNAKAN ADITIF CaCO_3**

FADHLAN WARITHDIN MUHAMMAD
NRP. 02511840000129

Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
NIP. 196809302000031001
Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.
NIP. 198405152014042003

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 JUMLAH REKRISTALISASI
BERTAHAP PADA KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ HASIL
PRESIPITASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL*
MENGUNAKAN ADITIF CaCO_3**

FADHLAN WARITHDIN MUHAMMAD
NRP. 02511840000129

Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
NIP. 196809302000031001
Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.
NIP. 198405152014042003

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 OF THE EFFECT OF THE NUMBER OF STAGED RECRYSTALLIZATION ON THE PRECIPITATION RESULTS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTION USING CaCO_3 ADDITIVES

FADHLAN WARITHDIN MUHAMMAD
NRP. 02511840000129

Advisor

Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.

NIP. 196809302000031001

Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.

NIP. 198405152014042003

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 left blank)

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH JUMLAH REKRISTALISASI BERTAHAP PADA KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ HASIL PRESIPITASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3

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 : **FADHLAN WARITHDIN MUHAMMAD**
NRP 02511840000129

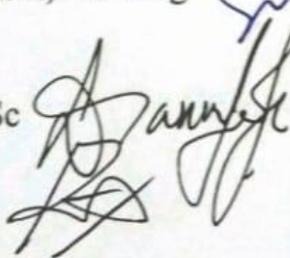
Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng



Pembimbing

2. Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc

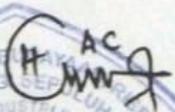


Ko-Pembimbing

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

Penguji

4. Haniffudin Nurdiansah, S.T.M.T



Penguji



SURABAYA

Juli, 2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

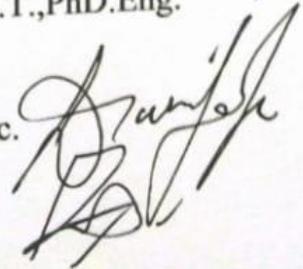
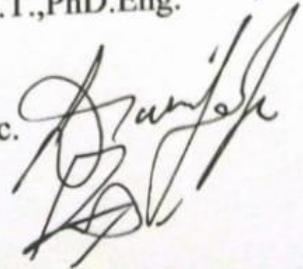
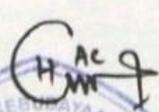
ANALYSIS OF THE EFFECT OF THE NUMBER OF STAGED RECRISTALLIZATION ON THE PRESIPITATION RESULTS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTION USING CaCO_3 ADDITIVES

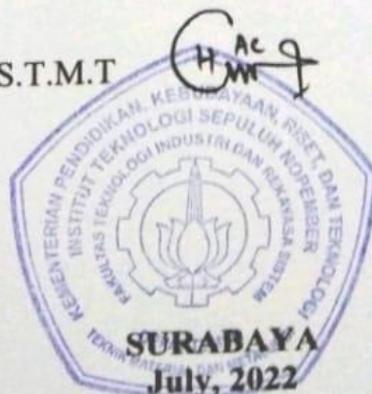
FINAL PROJECT

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 : **FADHLAN WARITHDIN MUHAMMAD**
NRP 02511840000129

Approved by Final Project Examiner Team :

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



(This page is intentionally left blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP : Fadhlan Warithdin Muhammad/02511840000129
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing/NIP : Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.Eng.
/196809302000031001

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “ANALISIS PENGARUH JUMLAH REKRISTALISASI BERTAHAP PADA KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ HASIL PRESIPITASI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3 ” 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.

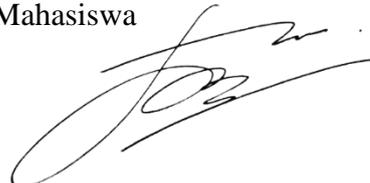
Surabaya, 8 Juli 2022

Mengetahui
Dosen Pembimbing



Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
NIP. 196809302000031001

Mahasiswa



Fadhlan Warithdin Muhammad
NRP. 02511840000129

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : Fadhlan Warithdin Muhammad/02511840000129
Departement : Materials and Metallurgical Engineering
Advisor/NIP : Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.Eng.
/196809302000031001

Hereby declare that the Final Project with the title of “ANALYSIS OF THE EFFECT OF THE NUMBER OF STAGED RECRYSTALLIZATION ON THE PRESIPATION RESULTS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTION USING CaCO_3 ADDITIVES” 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

Student



Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
NIP. 196809302000031001



Fadhlan Warithdin Muhammad
NRP. 02511840000129

(This page is intentionally left blank)

**ANALISIS PENGARUH JUMLAH REKRISTALISASI BERTAHAP PADA KRISTAL
NiSO₄.6H₂O HASIL PRESIPITASI DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL*
MENGUNAKAN ADITIF CaCO₃**

Nama Mahasiswa / NRP : Fadhlan Warithdin Muhammad / 02511840000129
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing 1 : Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
Dosen Pembimbing 2 : Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.

Abstrak

Salah satu komponen penting pada mobil listrik adalah baterai dengan nickel mangan cobalt (NMC) sebagai salah satu jenis baterai terbaik. Senyawa nikel (II) sulfat heksahidrat (NiSO₄.6H₂O) dibutuhkan sebagai material penyusun katoda baterai NMC. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh rekristalisasi bertahap pada kristal NiSO₄.6H₂O untuk meningkatkan kandungan dari nikel. Bahan yang digunakan ialah ferronickel hasil smelting dari mini blast furnace. Proses leaching dilakukan dengan larutan H₂SO₄ 2M sebanyak 120 ml, pada temperatur 90°C selama 6 jam dengan kecepatan pengadukan sebesar 200 rpm. Proses presipitasi dilakukan pada temperatur 90°C menggunakan larutan CaCO₃ hingga pH 3,01. Filtrat hasil presipitasi dipanaskan pada temperatur 90°C selama 24 jam. Kemudian, filtrat hasil pemanasan dikristalisasi pada temperatur 60°C selama 4 jam. filtrat hasil pencucian melalui proses rekristalisasi bertahap, dimana filtrat hasil pencucian dikristalisasi. Kemudian, kristal dicuci menggunakan aquadest. Setelah itu, filtrat hasil pencucian dikristalisasi kembali (rekristalisasi bertahap satu kali). Pada rekristalisasi bertahap dua kali, kristal hasil rekristalisasi bertahap satu kali dicuci kembali dengan aquadest dan filtrat dikristalisasi kembali. Proses ini dilakukan secara terus-menerus hingga tiga dan empat kali pengulangan dengan hasil akhir berupa kristal NiSO₄.6H₂O. Hasil terbaik rekristalisasi bertahap diperoleh pada variasi dua kali dengan kandungan 52,5% Ni dan recovery Ni sebesar 98,57%.

Kunci : *ferronickel, leaching, presipitasi, rekristalisasi bertahap*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALYSIS OF THE EFFECT OF THE NUMBER OF STAGED
RECRYSTALLIZATION ON THE PRECIPITATION RESULTS OF NiSO₄.6H₂O
CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTION USING CaCO₃
ADDITIVES**

Student Name / NRP : Fadhlan Warithdin Muhammad / 0251184000129
Departement : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Advisor : Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,PhD.Eng.
Co-Advisor : Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.

Abstract

One of the important components in electric cars is a battery with nickel manganese cobalt (NMC) as one of the best types of batteries. nickel (II) sulfate hexahydrate (NiSO₄.6H₂O) compounds are needed as a material for the cathode of NMC batteries. This study aimed to analyze the effect of staged recrystallization on crystals to increase the nickel content. The material used is ferronickel smelted from a mini blast furnace. The leaching process was carried out with 120 ml of 2M H₂SO₄ solution, at a temperature of 90°C for 6 hours with a stirring speed of 200 rpm. The precipitation process was carried out at a temperature of 90°C using a CaCO₃ solution up to a pH of 3.01. The precipitated filtrate was heated at a temperature of 90°C for 24 hours. Then, the heated filtrate was crystallized at a temperature of 60°C for 4 hours. The washed filtrate goes through a staged recrystallization process, in which the washed filtrate is crystallized. Then, the crystals were washed using aquadest again. After that, the filtrate from the washing was re-crystallized again (once staged recrystallization). In two stages of recrystallization, the crystals resulting from once stages of recrystallization are washed again with distilled water and the filtrate is crystallized again (twice recrystallized in stages). This process is carried out continuously for three and four repetitions with the final result in the form of NiSO₄.6H₂O crystals. The best results of staged recrystallization were obtained at twice variation with content of 52,5% Ni and Ni recovery of 98,57%.

Keywords: ferronickel, leaching, precipitation, staged recrystallization

(This page is intentionally left blank)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	iii
ABSTRAK	xiii
DAFTAR ISI	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Permasalahan.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nikel.....	1
2.2 Nikel Laterit.....	2
2.3 <i>Ferronickel</i>	2
2.4 Hidrometalurgi.....	3
2.5 Proses <i>Leaching</i>	4
2.6 Proses Presipitasi.....	5
2.7 Proses Kristalisasi.....	5
2.8 Nikel Sulfat Heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).....	6
2.9 Baterai <i>Nickel Manganese Cobalt</i> (NMC).....	7
2.10 Pengaruh Rekrystalisasi Bertahap terhadap Kristal Hasil Presipitasi Larutan <i>Leaching</i>	8
2.11 Penelitian Sebelumnya.....	10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	13
3.2 Metode Penelitian.....	15
3.2.1 Preparasi Sampel <i>Ferronickel</i>	15
3.2.2 Proses <i>Leaching</i>	15
3.2.3 Proses Presipitasi.....	15
3.2.4 Proses Pemanasan.....	15
3.2.5 Proses Kristalisasi.....	15
3.2.6 Proses Pencucian.....	16
3.2.7 Perhitungan <i>Recovery</i>	16
3.3 Bahan dan Alat Penelitian.....	16
3.3.1 Bahan Penelitian.....	16
3.3.2 Alat Penelitian Setiap Proses.....	16
3.4 Pengujian.....	17
3.4.1 Pengujian <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	17
3.4.2 Pengujian <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD).....	17
3.5 Rancangan Penelitian.....	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Karakteristik Bahan Penelitian.....	21
4.1.1 Karakteristik Sampel <i>Ferronickel</i>	21
4.1.2 Karakterisasi Sampel Kristal Sebelum Rekrystalisasi Bertahap.....	21
4.1.3 Karakterisasi Sampel Kristal Setelah Rekrystalisasi Bertahap.....	21
4.2 Pengaruh Jumlah Rekrystalisasi Bertahap terhadap Komposisi Kimia Kristal.....	22

4.3	Pengaruh Variasi Jumlah Rekrystalisasi Bertahap terhadap Recovery	25
4.4	Pengaruh Jumlah Rekrystalisasi Bertahap terhadap Senyawa yang Terbentuk.....	26
BAB V SARAN DAN KESIMPULAN		
5.1	Saran	29
5.2	Kesimpulan	29
DAFTAR PUSTAKA.....		31
LAMPIRAN.....		35
UCAPAN TERIMA KASIH		57
BIODATA PENULIS.....		60

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Grafik kebutuhan nikel dunia hingga 2035.	1
Gambar 2. 2	<i>Ferronickel</i>	2
Gambar 2. 3	Nikel sulfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	7
Gambar 2. 4	Skema baterai Li-ion	8
Gambar 2. 5	Skema proses rekristalisasi bertahap	9
Gambar 2. 6	Pengaruh rekristalisasi bertahap	9
Gambar 3. 1	Diagram alir penelitian	14
Gambar 3. 2	Skema peralatan proses leaching	17
Gambar 3. 3	Skema peralatan proses presipitasi	18
Gambar 3. 4	Skema proses kristalisasi	18
Gambar 3. 5	Skema proses pencucian	18
Gambar 4. 1	Grafik tren komposisi kimia Ni dan Ca pada kristal	23
Gambar 4. 2	Grafik tren komposisi kimia Fe dan Co pada kristal	23
Gambar 4. 3	Kristal hasil rekristalisasi bertahap	24
Gambar 4. 4	Grafik tren <i>recovery</i> unsur Ni dan Co	25
Gambar 4. 5	Hasil pengujian XRD kristal hasil rekristalisasi bertahap	27

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Produksi dan cadangan nikel dunia	1
Tabel 2. 2 Komparasi lapisan-lapisan pada nikel laterit	2
Tabel 2. 3 Komposisi kimia ore nikel laterit.....	2
Tabel 2. 4 Perbandingan <i>high grade</i> dan <i>low grade ferronickel</i>	3
Tabel 2. 5 Jenis teknologi ekstraksi nikel hidrometalurgi	4
Tabel 2. 6 Komparasi performa kelima jenis baterai Li-ion.....	7
Tabel 2. 7 Kandungan penyusun utama baterai NMC.....	7
Tabel 2. 8 Konsentrasi unsur setelah dua kali pencucian	11
Tabel 2. 9 Kandungan pengotor (wt.%) Mg dan Ca dengan rekristalisasi bertahap.	11
Tabel 3. 1 Rancangan penelitian.....	19
Tabel 3. 2 Jadwal penelitian.....	19
Tabel 4. 1 Hasil pengujian XRF sampel <i>ferronickel</i>	21
Tabel 4. 2 Hasil pengujian XRF sampel kristal sebelum rekristalisasi bertahap.....	21
Tabel 4. 3 Hasil pengujian XRF sampel kristal setelah rekristalisasi bertahap	22

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan zaman menimbulkan problematika baru bagi umat manusia, yaitu fenomena perubahan iklim yang dipicu oleh penggunaan bahan bakar fosil yang berasal dari minyak bumi dan batubara. Fenomena global ini diawali dengan penumpukan gas yang dihasilkan dari pembakaran senyawa yang mengandung karbon (emisi karbon), seperti karbon dioksida (CO_2), metana (CH_4), nitrous oksida (N_2O) pada atmosfer yang mengakibatkan suhu atmosfer bumi semakin meningkat (Santoso, 2015). Untuk mengatasi permasalahan tersebut penggunaan kendaraan listrik semakin digencarkan. Menurut Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), jumlah kendaraan listrik di seluruh dunia diperkirakan meningkat dari 1,13 milyar pada tahun 2011 menjadi 2,25 milyar pada 2050 (Puspita, 2021).

Kendaraan listrik memanfaatkan teknologi baterai sebagai sumber energi penggerakannya. Terdapat beberapa jenis baterai berdasarkan material penyusun katodanya, antara lain LCO, NMC, NCA, LMO, dan LFP. Baterai NMC (*Nickel Manganese Cobalt*) dipilih karena mempunyai sifat paling unggul untuk diaplikasikan pada *Electric Vehicle* adalah baterai NMC (Campagnol et al., 2017). Katoda baterai NMC tersusun atas material mangan, kobalt, dan nikel sebagai unsur utama. Oleh karena itu, dibutuhkan nikel dengan kandungan tinggi yang dapat diperoleh melalui pengolahan nikel sulfida dan nikel laterit. *Output* yang didapatkan dari pengolahan nikel laterit sendiri berupa senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan kandungan nikel yang tinggi.

Tahapan yang dilalui untuk mengolah nikel laterit diawali dengan proses pirometalurgi. Pada proses ini dilakukan peleburan menggunakan *blast furnace* pada nikel laterit untuk memperoleh *ferronickel*. Kemudian, dilanjutkan dengan proses hidrometalurgi, yaitu pemisahan logam nikel dengan mineral pengotor. Proses pemisahan logam Ni dengan logam pengotor dimulai dengan proses *leaching*, kemudian dilakukan proses presipitasi. Setelah itu, dilanjutkan dengan proses kristalisasi dari hasil presipitasi untuk mendapatkan kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan di laboratorium pengolahan mineral ITS, didapatkan bahwasannya variabel optimal untuk mendapatkan presentase ekstraksi terbaik pada proses *leaching* nikel laterit adalah dengan metode *Atmospheric Pressure Acid Leaching* (APAL) menggunakan kecepatan pengadukan 200 RPM, temperatur yang digunakan $\pm 90^\circ\text{C}$, ukuran partikel *ferronickel* homogen 50 mikron, dan menggunakan larutan H_2SO_4 2M, serta asam peroksida (H_2O_2) 30% sebagai oksidator kuat. Kemudian, dilakukan proses presipitasi menggunakan metode titrasi dengan aditif CaCO_3 hingga mencapai pH 3,01. Selanjutnya, dilakukan pemanasan pada larutan hasil presipitasi dengan temperatur 90°C selama 24 jam. Terakhir, proses kristalisasi dilakukan dengan temperatur 60°C , kemudian dilakukan pencucian menggunakan *aquadest*. Namun setelah proses kristalisasi, masih terdapat senyawa garam pengotor berupa CaSO_4 yang terbentuk. Sehingga, kandungan nikel pada produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menurun.

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan pada tahun 2021. Menurut Houyang Chen, salah satu cara untuk menghilangkan kandungan pengotor pada kristal adalah dengan melakukan rekristalisasi bertahap menggunakan asam sulfat. Meskipun kandungan logam Ni yang didapatkan tinggi sebesar 32,3%, nilai *recovery* Ni terbilang rendah sebesar 80,54%. Hal ini dikarenakan jumlah rekristalisasi bertahap yang dilakukan terlalu banyak, yaitu enam kali. Berdasarkan hasil tersebut, penelitian ini berusaha untuk mengimplementasikan penelitian tersebut dengan *raw material* yang berbeda, yaitu *ferronickel*. Namun dengan variasi jumlah rekristalisasi bertahap yang lebih sedikit, yaitu satu hingga empat kali untuk meningkatkan *recovery* nikel yang didapatkan pada produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan menghilangkan senyawa pengotor CaSO_4 yang terkandung di dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

1.2 Rumusan Permasalahan

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pengaruh rekristalisasi bertahap terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Pengaruh rekristalisasi bertahap terhadap *recovery* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
3. Pengaruh rekristalisasi bertahap terhadap senyawa dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.

1.3 Batasan Masalah

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

1. Komposisi *ferronickel* yang digunakan diasumsikan homogen.
2. Pengurangan volume selama proses *leaching* dan presipitasi berlangsung 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 rekristalisasi bertahap terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Menganalisis pengaruh rekristalisasi bertahap terhadap *recovery* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
3. Menganalisis pengaruh rekristalisasi bertahap terhadap senyawa dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk memberikan informasi empiris mengenai pengaruh pencucian berulang terhadap hasil presipitasi larutan *leaching ferronickel* dengan menggunakan CaCO_3 pada proses *leaching* terhadap komposisi kimia, *recovery*, 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 *Electric Vehicle*.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel

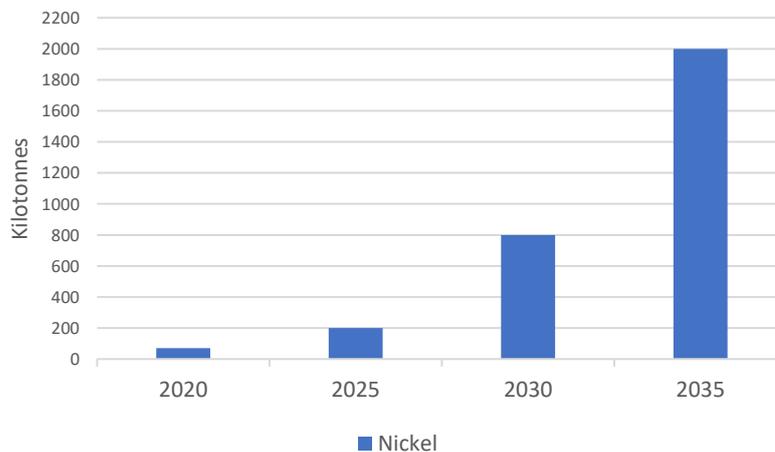
Nikel adalah unsur ke-24 yang paling melimpah di kerak bumi atau sekitar 3% komposisi bumi. Nikel juga merupakan unsur terberat ke-5 setelah besi, oksigen, magnesium, dan silikon. Pada tabel periodik, nikel adalah logam dengan simbol Ni yang terletak di golongan ke-10 dengan nomor atom 28, nilai massa jenis 8907 kg/m^3 , dan massa atom 58,71 g/mol. Sebagai logam transisi, nikel tahan terhadap korosi oleh udara, air dan alkali, tetapi mudah larut dalam asam pengoksidasi encer (Cempel M. & Nikel G., 2006). Selain itu, unsur ini memiliki sifat yang ringan, kuat, keras, mudah ditempa, sedikit ferromagnetis, dan konduktor yang terbilang baik terhadap panas dan listrik (John L. Everhart, 2004).

Dalam dunia industri, nikel digunakan untuk produksi baja tahan karat dan sebagai unsur campuran pada *metal alloy* karena sifatnya yang tahan pada temperatur tinggi dan lingkungan korosif. Sedangkan, pada industri kendaraan listrik, nikel diaplikasikan dalam bentuk nikel sulfat (NiSO_4) sebagai baterai. Tabel 2.1 menunjukkan produksi dan cadangan nikel diberbagai negara.

Tabel 2. 1 Produksi dan cadangan nikel dunia (McRae, 2021).

Negara	Produksi		Cadangan
	2019	2020	
Amerika Serikat	13.500	13.500	100.000
Australia	159.000	170.000	20.000.000
Brasil	60.600	73.000	16.000.000
Kanada	181.000	150.000	2.800.000
Cina	120.000	120.000	2.800.000
Indonesia	853.000	760.000	21.000.000
Rusia	279.000	280.000	6.900.000

Bijih nikel terbagi menjadi 2 jenis, yaitu nikel sulfida dan nikel laterit. Saat ini, lebih dari 50% dari total produksi pengolahan nikel didominasi oleh bijih nikel sulfida karena kandungan nikelnya yang lebih tinggi dibandingkan bijih nikel laterit, yaitu sebesar 1.5% - 3% Ni (Crundwell et al., 2011). Namun, jumlah nikel sulfida hanya 30% di alam, sedangkan jumlah nikel sulfida di alam sebesar 70%. Oleh karena itu, jumlah nikel sulfida semakin menipis seiring dengan kebutuhan produksinya. Pada Gambar 2.1 menunjukkan kebutuhan nikel pada 2035 yang diperkirakan hingga mencapai 2000kt.



Gambar 2. 1 Grafik kebutuhan nikel dunia hingga 2035 (The Faraday Institution, 2020).

2.2 Nikel Laterit

Nikel laterit merupakan mineral logam berwarna coklat kemerahan yang didapatkan dari proses pelapukan kimiawi pada batuan *ultrafamic* yang tersusun atas Ni, Fe, MgO, dan Co. Pelapukan pada batuan menghasilkan komposisi dan profil nikel laterit yang berbeda, antara lain *limonite*, *saprolite*, dan *bedrock* (Lintjewas et al., 2019). Pada Tabel 2.2 menunjukkan nikel laterit yang terbagi menjadi tiga lapisan berdasarkan kedalamannya. Untuk menghasilkan *ferronickel* dengan kandungan nikel yang lebih tinggi.

Tabel 2. 2 Komparasi lapisan-lapisan pada nikel laterit (Elias, 2002).

Lapisan	Fe	MgO	Ni	Co
<i>Limonite</i>	40-50%	0,5-5%	0,8-1,5%	0,1-0,2%
<i>Saprolite</i>	10-25%	15-35%	1,5%	0,02-0,1%
<i>Bedrock</i>	5%	35-45%	0,3%	0,001%

Saprolite dengan rumus kimia $(Mg[Ni,Co])_3Si_2O_5(OH)_4$ merupakan lapisan yang paling kaya akan nikel, kandungan besi rendah, dan MgO yang tinggi dengan mineral yang ditemukan dalam saprolit adalah *magnesium hydroxysilikat*, yaitu *chysotile*, dan $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ (Crundwell et al., 2011). Pada Tabel 2.3 tertera komposisi dari *ore* nikel laterit. Kemudian, dilakukan peleburan pada bijih nikel menggunakan *smelter* untuk meningkatkan kandungan nikel.

Tabel 2. 3 Komposisi kimia ore nikel laterit (Sihotang et al., 2018).

Element	Fe	Ni	Al	Cr	Si	MnO
Content (wt%)	45,67	1,13	2,06	1,42	2,00	1,26

2.3 Ferronickel

Ferronickel adalah paduan besi dan nikel berwarna *silver metallic* seperti ditunjukkan pada Gambar 2.2 dengan densitas sebesar 3,8 g/cm³, titik leleh 1500°C, dan titik didih sebesar 2900°C. Biasanya, *ferronickel* digunakan sebagai bahan baku *stainless steel* karena kandungan nikelnya yang membuat paduan ini tahan terhadap korosi dan temperatur tinggi (Elliott et al., 2017).



Gambar 2. 2 *Ferronickel* (Sun et al., 2019).

Ferronickel didapatkan dari ekstraksi bijih nikel, dan menghasilkan variasi *grade* dengan komposisi yang berbeda-beda. *Ferronickel* terbagi menjadi dua jenis berdasarkan kandungan nikelnya, yaitu *high grade ferronickel* dan *low grade ferronickel*. Dimana pada *grade* rendah, kandungan nikel relatif rendah dengan kandungan besi yang tinggi. Sehingga, nilai *recovery* nikel dan besi besar karena potensial reduksi pada proses pengolahannya lebih besar dibandingkan dengan *grade* tinggi (Keskinkilic, 2019). Pada Tabel 2.5 menunjukkan perbandingan antara keduanya dengan kandungan nikel dan nilai *recovery* yang berbeda.

Tabel 2. 4 Perbandingan *high grade* dan *low grade ferronickel* (Keskinkilic, 2019).

Kategori	<i>High Grade Ferronickel</i>	<i>Low Grade Ferronickel</i>
Kandungan nikel	≤ 40%	20-25%
<i>Recovery</i> nikel	Rendah (90%)	Tinggi (95%)
<i>Recovery</i> besi	15-30%	45-65%
Kebutuhan energi	Rendah	Tinggi

2.4 Hidrometalurgi

Hidrometalurgi merupakan ilmu yang mempelajari metode ekstraksi (pengolahan) dari bijih logam yang dilarutkan menggunakan pelarut. Biasanya, proses yang digunakan dalam hidrometalurgi adalah *leaching* dan *separation*. Proses *leaching* digunakan untuk merubah logam menjadi larutan, dimana pada proses ini terjadi reaksi antara *leaching agent* dan konsentrat (*ore*). Kemudian, pada proses *separation*, logam dipisahkan dari pengotornya, sehingga proses ekstraksi logam maksimal (Golightly, 2019). Teknologi hidrometalurgi untuk pengolahan nikel laterit masih dalam tahap pengembangan dan diaplikasikan berdasarkan skala produksi dan target pengolahan yang dilakukan. Pada skala besar digunakan proses pengolahan secara HPAL (*High Pressure Acid Leaching*), Caron, dan *Heap Leaching*. Sedangkan, pada skala produksi yang lebih kecil digunakan proses seperti, proses *direct nickel* dan *Atmospheric Leaching* (AL).

Meskipun proses ekstraksi bijih nikel laterit menggunakan proses hidrometalurgi dapat menghasilkan logam nikel dan kobalt dengan baik, pirometalurgi masih menjadi teknologi yang lebih dominan untuk mengekstraksi bijih nikel laterit. Hidrometalurgi belum dapat bersaing dengan efisiensi yang didapatkan dengan menggunakan metode pirometalurgi. HPAL (*High Pressure Acid Leaching*) dapat bersaing dengan pirometalurgi, tetapi biaya modal dan operasional yang dikeluarkan pada teknologi ini masih cukup besar. Akan tetapi teknologi hidrometalurgi tetap memiliki daya tarik besar dalam pengolahan bijih nikel, hanya saja perlu dikembangkan terkait efisiensi dalam hal kompleksitas proses, biaya, waktu leaching, dan faktor lainnya (Stanković et al., 2020).

Tabel 2. 5 Jenis teknologi ekstraksi nikel hidrometalurgi (Stanković et al., 2020).

Proses	Tipe Ore	Larutan	Waktu <i>Leaching</i>	Suhu (°C)	Tekanan (KPa)	Ekstraksi Ni dan Co (%)
<i>High Pressure Acid Leaching (HPAL)</i>	<i>Limonite</i>	H ₂ SO ₄	90 menit	245-250	4000	90-95
Caron	<i>Limonite</i>	NH ₃ - (NH ₄) ₂ CO ₃	-	850	Ruangan	80-85
<i>Heap Leaching (HL)</i>	<i>Saprolite</i>	H ₂ SO ₄	120-150 hari	Ruangan	Ruangan	70-80
<i>Atmospheric Leaching (AL)</i>	<i>Limonite & Saprolite</i>	H ₂ SO ₄	12 jam	95	Ruangan	85-95

2.5 Proses *Leaching*

Proses pelindian atau *leaching* bertujuan untuk mengubah padatan menjadi larutan dengan reaksi kimia (Engelsen, 2020). Proses *leaching* nikel biasanya menggunakan asam sulfat (asam anorganik) atau asam nitrat (asam organik). Hal ini dikarenakan kedua asam tersebut dapat menghasilkan nilai *recovery* logam yang lebih tinggi dibandingkan dengan jenis asam lainnya (Astuti et al., 2016). Pada 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, 2.5, dan 2.6 menunjukkan reaksi yang terjadi ketika asam peroksida dan asam sulfat direaksikan dengan *ferronickel* untuk membentuk nikel sulfat.



Faktor yang dapat mempengaruhi nilai *recovery* logam pada proses *leaching*, yaitu:

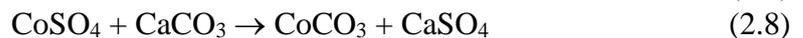
1. Temperatur *Leaching*
Berpengaruh terhadap energi kinetik pada reaksi selama proses *leaching*. Kenaikan temperatur dapat meningkatkan nilai *recovery* dari logam.
2. Ukuran partikel
Semakin kecil ukuran partikel, semakin luas permukaan total yang mengalami kontak dengan agen *leaching*. Sehingga, hasil *recovery* dapat meningkat.
3. Kecepatan Agitasi
Semakin tinggi kecepatan pengadukan, tumbukan molekul juga semakin besar, sehingga laju reaksi pada proses *leaching* meningkat dan nilai *recovery* logam semakin tinggi.
4. Penambahan Senyawa
Senyawa tambahan, seperti hidrogen peroksida dan sulfur dioksida berperan sebagai reduktor atau oksidator yang dapat mempengaruhi reaksi redoks dalam proses *leaching*. Sehingga, dapat meningkatkan nilai *recovery* logam.
5. Waktu
Durasi atau waktu pada proses *leaching* berpengaruh terhadap proses reduksi *leaching agent* terhadap bijih logam. Semakin lama proses *leaching* terjadi, maka hasil *recovery* logam akan semakin tinggi.

2.6 Proses Presipitasi

Presipitasi adalah proses pengendapan unsur logam yang ikut terlarut pada proses *leaching* dengan penambahan agen pengendap untuk mendapatkan nikel dengan nilai *recovery* yang tinggi (Mbedzi et al., 2017). Senyawa agen yang biasa digunakan adalah larutan basa agar dapat meningkatkan pH (mengurangi tingkat keasaman) pada larutan dan menurunkan kelarutan unsur logam, sehingga terbentuk endapan. Sebagai contoh, penggunaan agen MgO untuk menaikkan *recovery* nikel dan kobalt dengan mengendapkan unsur-unsur lain yang tidak dibutuhkan. Pada proses presipitasi terdapat dua variabel yang berpengaruh, antara lain penggunaan kisaran pH yang tepat, dan penambahan jenis agen pengendap yang tepat agar reaksi pengendapan dapat berjalan dengan baik (Oustadakis et al., 2006).

Pada proses pengendapan dan kristalisasi diawali dengan pembentukan kondisi supersaturasi, nukleasi, dan terakhir pertumbuhan kristal. Dalam menentukan pembentukan endapan dari larutan, parameter yang digunakan adalah kejenuhan. Terdapat empat parameter untuk mencapai titik jenuh, antara lain perubahan temperatur, penambahan agen presipitasi sebagai bahan kimia pengendap, perubahan pada komposisi larutan dengan penambahan atau pengurangan, dan penguapan pelarut (Mubarok & Lieberto, 2013).

Senyawa atau agen yang digunakan pada proses pengendapan, antara lain sodium hidroksida (NaOH), soda ash (Na₂CO₃), *high purity limestone* (CaCO₃), *dolomite limestone* (CaCO₃.MgCO₃), *quicklime* (CaO), *hydrated lime* (Ca(OH)₂), *dolomite* (CaO.MgO) and ammonia (NH₃). Dimana, setiap agen memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing (Petkov et al., 2017). Seperti penggunaan agen penetral MgO yang memberikan laju presipitasi yang baik, namun terbentuk endapan atau padatan di dalam larutan. Sedangkan, agen CaCO₃ memiliki laju presipitasi yang tidak sebaik MgO, meskipun mudah untuk ditemukan (Mubarok & Lieberto, 2013). Pada persamaan 2.7, 2.8, dan 2.9 merupakan reaksi yang terjadi pada proses presipitasi.



Hasil yang didapatkan dari reaksi kimia diatas adalah terbentuknya endapan, dimana pengendalian pH berpengaruh terhadap unsur yang akan dipisahkan. Penambahan pada larutan *leaching* dapat mengubah pH larutan, sehingga mempengaruhi konsentrasinya. Oleh karena itu, dilakukan secara bertahap agar pH larutan tetap terkendali. pH 3,01 merupakan kisaran pH yang digunakan untuk mengendapkan pengotor besi dengan hasil yang didapatkan berupa nilai *recovery* nikel tinggi sebesar 98,5% (Kilangy, 2021).

2.7 Proses Kristalisasi

Kristalisasi adalah proses pembentukan partikel padatan homogen dalam bentuk kristal dengan kemurnian yang tinggi. Kristal sendiri merupakan padatan yang tersusun atas molekul atom atau ion yang tersusun dalam suatu pola tertentu (A. Rasyidi Fachry, 2008). Dalam proses pembentukannya, terdapat faktor-faktor yang harus diperhatikan, yaitu nukleasi, pertumbuhan kristal, supersaturasi, dan aglomerasi.

2.7.1 Nukleasi

Nukleasi merupakan proses pembentukan inti kristal yang terjadi secara spontan akibat tercapainya kondisi supersaturasi (kejenuhan). Salah satu faktor yang menghambat proses ini adalah *impurities*. Semakin tinggi muatan kation-kation pengotor semakin besar hambatannya, atau bahkan dapat memecah struktur kristal.

2.7.2 Pertumbuhan Kristal

Pertumbuhan kristal adalah bertambah besarnya ukuran kristal. Kondisi supersaturasi yang tidak terlalu tinggi dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal, daripada pembentukan inti kristal. Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi proses pertumbuhan, antara lain:

1. Temperatur

Temperatur pertumbuhan kristal pada temperatur tinggi dikontrol oleh difusi (*diffusion controlled*), sedangkan pada temperatur rendah dikontrol oleh *surface integration*.

2. Ukuran kristal

Kecepatan pertumbuhan pada kristal dengan ukuran yang lebih kecil, cenderung lebih cepat daripada kristal dengan ukuran besar.

3. *Impurities*

Impurities dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal dengan berbagai cara, antara lain merubah sifat larutan dan konsentrasi kesetimbangan. Selain itu, *impurities* dapat teradsorpsi pada permukaan yang mengakibatkan penghambatan pertumbuhan pada permukaan kristal

2.7.3 Kelarutan dan Supersaturasi

Kelarutan adalah kuantitas padatan yang terkandung di dalam larutan. Sedangkan, supersaturasi merupakan keadaan dimana konsentrasi terlarut lebih tinggi daripada konsentrasi kesetimbangan, sehingga terjadi kejenuhan (supersaturasi). Kondisi supersaturasi dapat dicapai dengan beberapa cara, yaitu penurunan temperatur, penguapan, dan penambahan zat ketiga.

2.7.4 Aglomerasi

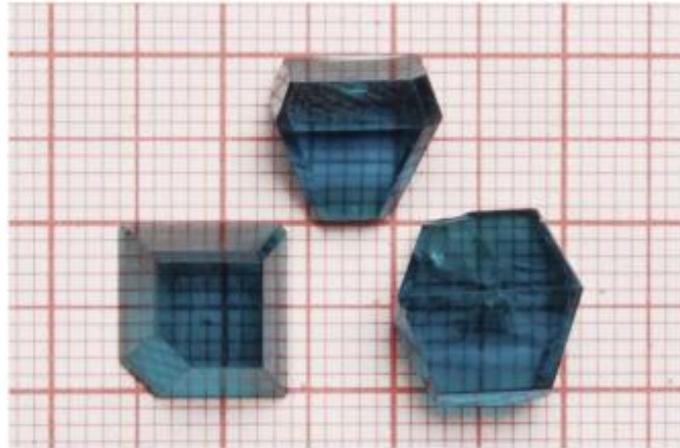
Selain pertumbuhan kristal, perbesaran kristal juga dapat disebabkan oleh aglomerasi. Aglomerasi merupakan proses penggabungan partikel-partikel kristal. Namun, struktur aglomerat lebih rapuh daripada struktur kristal, sehingga tidak diharapkan saat proses kristalisasi.

2.8 Nikel Sulfat Heksahidrat (NiSO₄·6H₂O)

Nickel (II) Sulphate Hexahydrate adalah senyawa hidrat yang didapatkan dari pengolahan bijih nikel secara hidrometalurgi dengan komponen utama air, nikel, dan asam sulfat. Secara visual, NSH merupakan kristal berwarna biru atau *emerald-green* seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3. Fase dari senyawa ini dapat ditemui dalam dua bentuk, yaitu kristal alpha (α -NSH) dan beta (β -NSH).

Secara visual, kristal α -NSH berwarna biru dengan bentuk kristal *tetragonal* dengan sp. gr. *P41212* dan sel unit parameter $a = b = 6,780 \text{ \AA}$ dan $c = 18,285 \text{ \AA}$. Kristal ini mengalami proses kristalisasi dari larutannya pada temperatur diatas 31.5°C . Sedangkan, pada saat temperatur diatas $53,8^{\circ}\text{C}$ kristal akan terkonversi menjadi β -NSH (Masalov et al., 2015)

Kristal β -NSH berwarna hijau terang dengan bentuk kristal berupa *monoclinic* dengan sp. gr. *C2/c* dan sel unit parameter $a = 9,880 \text{ \AA}$, $b = 7,228 \text{ \AA}$, $c = 18,285 \text{ \AA}$, $\beta = 9,88^{\circ}$, dan $Z = 8$ (Jenssen et al., 2021). Temperatur pembentukan kristal hidrat dapat diubah dengan menambahkan H₂SO₄ ke larutan yang akan berpengaruh pada efisiensi proses kristalisasi (Kathiravan et al., 2016).



Gambar 2. 3 Nikel sulfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Kathiravan et al., 2016).

2.9 Baterai *Nickel Manganese Cobalt* (NMC)

Baterai Li-ion dibedakan menjadi lima jenis berdasarkan material penyusun katodanya, yaitu *lithium cobalt oxide* (LCO), *nickel manganese cobalt* (NMC), *lithium nickel cobalt aluminium* (NCA), *lithium iron phosphate* (LFP), dan *lithium manganese oxide* (LMO). Pada Tabel 2.7 menunjukkan komparasi performa dari kelima jenis baterai, dimana baterai NMC memiliki performa yang lebih baik dengan densitas energi yang tinggi sebesar 0,6 kWh/kg, *life cycle* cukup tinggi, dan mampu untuk melakukan proses pengisian ulang sekitar 2000-3000 kali (Masalov et al., 2015).

Tabel 2. 6 Komparasi performa kelima jenis baterai Li-ion (Campagnol et al., 2017)

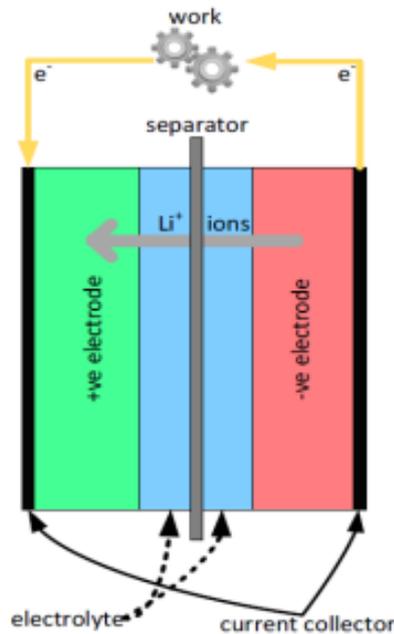
Material	Cost (USD/kWh)	Energy Density (kWh/Kg)	Kandungan Ni
LCO	Low	0,58	0
NMC	Mid	0,60	0,69 (51wt%)
LMO	High	0,41	0
NCA	Mid	0,72	0
LFP	High	0,53	0,68 (49wt%)

Pada baterai *Nickel Manganese Cobalt* (NMC) terdiri dari katoda dan anoda. Katoda NMC tersusun dari campuran nikel, mangan, dan kobalt. Sedangkan anodanya menggunakan lithium. Elektroda dari baterai NMC menggunakan daya spesifik tinggi, dan juga kepadatan yang tinggi. Hal ini dikarenakan nikel memiliki energi spesifik yang tinggi, namun stabilitasnya rendah. Sedangkan, mangan pada baterai NMC memiliki nilai energi spesifik yang rendah karena memiliki manfaat untuk membentuk struktur spinel, sehingga tercapai resistensi internal yang rendah. Penggabungan mangan dan nikel menghasilkan katoda dengan sifat yang unggul, dan juga menjadikan baterai NMC dengan sistem Li-ion yang baik dan cocok digunakan sebagai power unit pada *electric vehicle*. Pada Tabel 2.7 menunjukkan kandungan unsur utama pada produk baterai NMC.

Tabel 2. 7 Kandungan penyusun utama baterai NMC (Golightly, 2019).

Unsur	Ni	Ca	Fe	Co
%berat	22,3	0,001	0,0003	0,01

Secara umum, baterai Li-ion berfungsi untuk menyimpan energi yang tergantung pada reaksi penyisipan antara kedua elektrodanya, dimana litium berperan sebagai pembawa ion negatifnya. Terdapat berbagai macam elektrolit pada baterai NMC, tergantung dari jenis elektroda yang digunakan. Tetapi pada umumnya campuran garam litium dan solven organik yang digunakan karena aliran ion litium dapat melewati elektroda dengan mencegah korsleting internal (Campagnol et al., 2017). Pada Gambar 2.4 menggambarkan skema dari baterai Li-ion.



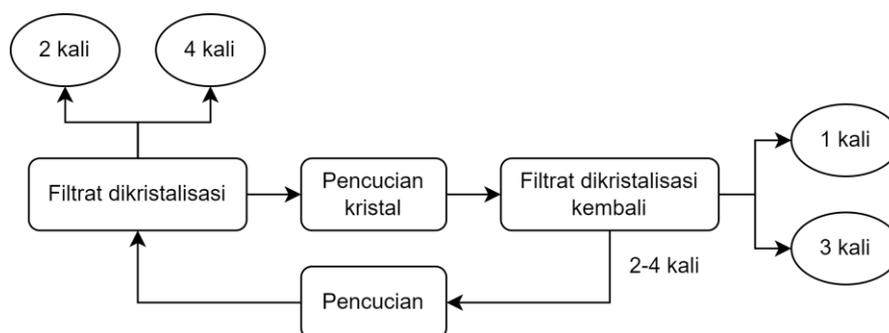
Gambar 2. 4 Skema baterai Li-ion (Miao et al., 2019).

2.10 Pengaruh Rekristalisasi Bertahap terhadap Kristal Hasil Presipitasi Larutan *Leaching*

Melalui proses pemanasan dengan temperatur 90°C selama 24 jam pada hasil presipitasi yang berguna untuk mengendapkan pengotor berupa CaSO_4 dan FeCO_3 . Kemudian, dilakukan proses kristalisasi untuk mendapatkan kristal dari filtrat hasil presipitasi yang nantinya akan dilakukan pencucian menggunakan *aquadest* dengan kertas saring untuk memisahkan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan pengotor. Terakhir, dilakukan kristalisasi kembali (rekristalisasi). Idealnya, setelah melalui proses pencucian pengotor akan terpisah dari senyawa berharga, namun masih terdapat pengotor yang masuk ke dalam kristal yang sedang tumbuh pada saat rekristalisasi (Franco, 2017). Hal ini disebabkan saat proses kristalisasi terjadi proses *mass transfer*, dimana zat terlarut akan berdifusi dari larutan dan menjadi kristal disetiap lapisan demi lapisan permukaan (inklusi), dimana pada saat proses ini impuritas terperangkap. Oleh karena itu, diperlukan rekristalisasi bertahap untuk meminimalisir *impurities* pada produk akhir.

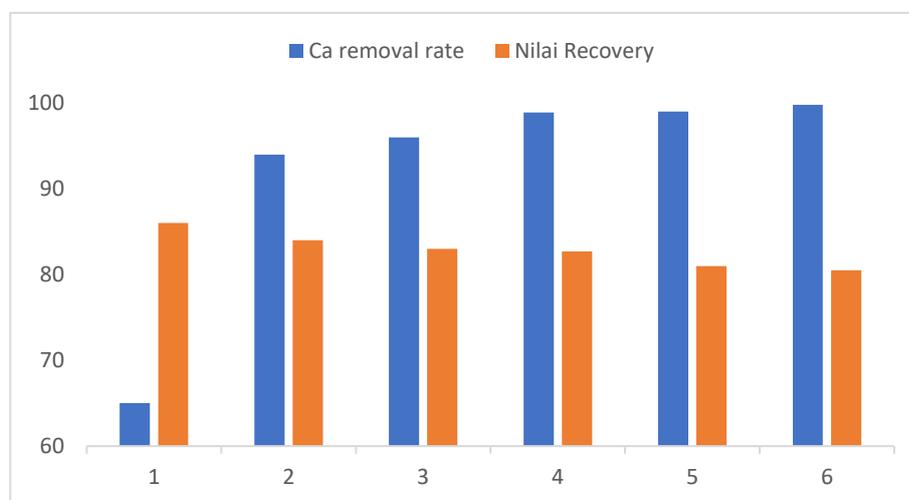
Rekristalisasi bertahap merupakan proses pemurnian kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dimana sejumlah kecil pengotor dihilangkan dari suatu senyawa (Franco, 2017). Prinsip dasar dari rekristalisasi adalah perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan zat pengotor. Dimana pada proses pencucian, Ni memiliki kelarutan yang tinggi terhadap *aquadest* (mudah larut), sedangkan Ca memiliki kelarutan yang rendah terhadap *aquadest* (sukar larut). Sehingga, pengotor akan mengendap. Rekristalisasi bertahap dilakukan dengan cara kristalisasi dilakukan berulang kali, dimana diantara jeda kristalisasi, dilakukan proses

pencucian menggunakan *aquadest* dengan produk akhir berupa kristal (Pinalia, 2012). Pada Gambar 2.5 menunjukkan skema proses rekristalisasi bertahap.



Gambar 2. 5 Skema proses rekristalisasi bertahap

Semakin banyak jumlah pengulangan, semakin tinggi laju pemisahan pengotor pada senyawa berharga, namun nilai *recovery* dari Ni semakin rendah seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2. 6 Pengaruh rekristalisasi bertahap (Chen et al., 2021).

Impurities atau ketidakmurnian pada proses kristalisasi tidak selalu pengotor, dapat juga zat ketiga yang sengaja ditambahkan dalam larutan induk. Ketidakmurnian dan kation-kation dapat menghambat proses nukleasi, dimana semakin tinggi muatannya, semakin besar hambatan yang diterima. Nukleasi merupakan proses pembentukan inti kristal yang disebabkan tercapainya kondisi supersaturasi. Kondisi ini terjadi ketika konsentrasi terlarut melebihi konsentrasi yang dapat dilarutkan oleh pelarut (larutan jenuh). Salah satu cara untuk membangkitkan kondisi supersaturasi adalah dengan cara penguapan pelarut (*solvent*) melalui proses evaporasi. Apabila pelarut pada larutan jenuh dikurangi, maka konsentrasi jenuh larutan tersebut akan turun, sehingga kondisi supersaturasi tercapai dan kristal terbentuk (A. Rasyidi Fachry, Juliyadi Tumanggor, 2008).

Pada proses pembentukan inti kristal, Ca^{2+} dapat memecah struktur kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Kemudian, Fe^{3+} dapat memperlama waktu yang dibutuhkan hingga inti *kristal* terbentuk (waktu induksi). Selain itu, *impurities* juga dapat mengubah bentuk dan ukuran rata-rata kristal (A. Rasyidi Fachry, Juliyadi Tumanggor, 2008). Pengotor terdiri dari dua kategori, yaitu pengotor pada permukaan kristal dan pengotor yang ada di dalam kristal. Pengotor pada

permukaan kristal dapat dipisahkan melalui proses pencucian dengan larutan yang mempunyai sifat dapat melarutkan senyawa berharga tetapi tidak melarutkan pengotor. Sedangkan, pengotor yang terdapat di dalam kristal tidak dapat dihilangkan dengan cara pencucian. Sehingga, dibutuhkan proses rekristalisasi, yaitu melarutkan kristal tersebut dengan larutan kemudian mengkristalkannya kembali. Rekristalisasi bertahap dengan pencucian berguna untuk menurunkan kandungan pengotor, baik di permukaan, maupun di dalam kristal seminimal mungkin, sehingga didapatkan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan kandungan Ni yang tinggi (Setyoprato, 2003). Pada Tabel 2.8 menunjukkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.

2.11 Penelitian Sebelumnya

Pada tahun 2021, Sungging Pintowantoro melakukan penelitian pada pengaruh variasi waktu leaching feronikel dari *mini blast furnace* terhadap *yield elements* Fe, Ni, dan Co untuk sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Penelitian berfokus pada proses *leaching* feronikel dengan variasi waktu 2,4,6,8, dan 10 jam menggunakan reagen pelarut H_2SO_4 . Hasil pengujian AAS pada filtrat hasil *leaching* menunjukkan 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 kandungan 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, dilakukan penelitian oleh Danny Momat Kilangy yang berfokus pada proses netralisasi larutan nikel sulfat hasil dari proses *atmospheric leaching* menggunakan aditif CaCO_3 . Pada larutan nikel sulfat hasil dari proses *leaching* konsentrasi logam Ni, Fe, dan Co masing-masing sebesar 4671 ppm, 6184 ppm, dan 86,80 ppm. Dikarenakan konsentrasi Fe yang tinggi, sehingga dilakukan percobaan pada proses netralisasi dengan variasi pH. Setelah proses netralisasi didapatkan hasil konsentrasi optimal pada pH 3,01, dimana konsentrasi Ni meningkat menjadi 5037 ppm, sedangkan konsentrasi Fe dan Co menurun hingga 301 ppm dan 73,5 ppm. Hasil akhir dari penelitian ini mendapatkan kandungan logam Ni sebesar 22,61%, Fe 2,24%, dan Ca 3,8%. Penelitian ini menyarankan untuk melakukan penelitian lanjutan untuk menghilangkan pengotor Ca yang tidak diinginkan (Kilangy, 2021).

Pada tahun 2021, Kresna Sirajuddin Hakim melakukan penelitian yang berfokus pada pengendapan pengotor dalam larutan. Setelah melalui proses netralisasi menggunakan bubuk CaCO_3 hingga pH 3,8, dilakukan proses pengendapan dengan variasi temperatur 70°C , 80°C , dan 90°C untuk mengendapkan pengotor dalam larutan. Selanjutnya dilakukan proses kristalisasi untuk menghasilkan senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Didapatkan hasil terbaik pada temperatur pemanasan 90°C dengan konsentrasi Ni sebesar 93,25%, *recovery* Ni 93% dan kandungan Ni sebesar 18,65%. Namun, kandungan pada Ni masih rendah, sehingga diperlukan proses tambahan setelah proses kristalisasi untuk meningkatkan kandungan Ni (Hakim, 2021).

Pada tahun 2015, Xin Zhang melakukan penelitian yang berfokus pada peningkatan kandungan nikel pada ammonium nikel sulfat heksahidrat (ANSH) dari abu biomassa tanaman *hiperakumulator alyssum murale* untuk menghilangkan pengotor kalium dengan metode pencucian berulang pada abu. Kandungan unsur-unsur utama pada abu sebesar 12,7%, 12,5%, 10,7%, 3,0%, dan 0,5% berat masing-masing untuk Ni, Ca, K, Mg dan Fe. Kemudian, dilakukan proses pencucian pada abu sebanyak dua kali menggunakan *aquadest*. Didapatkan laju penyisihan kalium meningkat dari 63,3% menjadi 76,1%. Pada proses kristalisasi pada ANSH dilakukan secara dua tahap. Pada Tabel 2.8 menunjukkan konsentrasi hasil kristalisasi

yang didapat. Nilai *recovery* pada produk yang dihasilkan dari proses pencucian berulang, yaitu Ni sebesar 64,1%, Ca sebesar 0%, K sebesar 7,2%, Mg sebesar 3,7%, dan Fe sebesar 0%. Terakhir, konsentrasi Ni mencapai 90,9%. Namun, konsentrasi Ni dapat ditingkatkan dengan menambahkan jumlah pengulangan pada proses pencucian dan kristalisasi (siklus rekristalisasi) (Zhang et al., 2016).

Tabel 2. 8 Konsentrasi unsur setelah dua kali pencucian (Zhang et al., 2016).

Tahap kristalisasi	Ni	Ca	K	Mg	Fe
Konsentrasi $mg\ g^{-1}$					
1	137,36	0,18	17,65	2,85	0,03
2	149,43	0,03	18,80	0,87	-

Telah dilakukan penelitian sebelumnya oleh Houyang Chen pada 2021 yang berfokus pada penghilangan pengotor kalsium dan magnesium dengan penambahan pelarut H_2SO_4 untuk mendapatkan $MnSO_4$ dengan kemurnian tinggi melalui rekristalisasi bertahap. Rekristalisasi bertahap dipilih karena sifat kimia mangan sangat mirip dengan kalsium dan magnesium pada larutan $MnSO_4$, sehingga sulit untuk dipisahkan. Setelah dilakukan proses *leaching*, konsentrasi masing-masing Mn, Mg, dan Ca dalam larutan *leaching* $MnSO_4$ sebesar 139,2 mg/L, 1726,39 mg/L dan 544,95 mg/L. Pada proses kristalisasi, 15mL H_2SO_4 ditambahkan secara perlahan untuk melarutkan 50mL larutan $MnSO_4$ dengan pengadukan konstan. Setelah kristal terbentuk, 15mL H_2SO_4 ditambahkan kembali pada $MnSO_4$. Proses ini dilakukan sebanyak enam kali hingga terbentuk siklus pengulangan. Setelah melewati rekristalisasi bertahap terjadi pengurangan residu yang cukup signifikan. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.9 dengan syarat kandungan pengotor sebesar ≤ 0.0050 wt.%, pengotor Ca membutuhkan dua kali pengulangan, sedangkan pengotor Mg membutuhkan enam kali pengulangan. Laju penyisihan Ca dan Mg masing-masing adalah 99,68% dan 99,17%. Hal ini dikarenakan laju penyisihan meningkat dengan meningkatnya rasio H_2SO_4 . Rasio 30% H_2SO_4 terhadap $MnSO_4$ dipilih karena dianggap optimal. Pengulangan pada proses pencucian dan kristalisasi sebanyak enam kali menghasilkan kadar Mn sebesar 99,3%, *recovery* Mn sebesar 80,54%, dan kandungan Mn sebesar 32,3% (Chen et al., 2021).

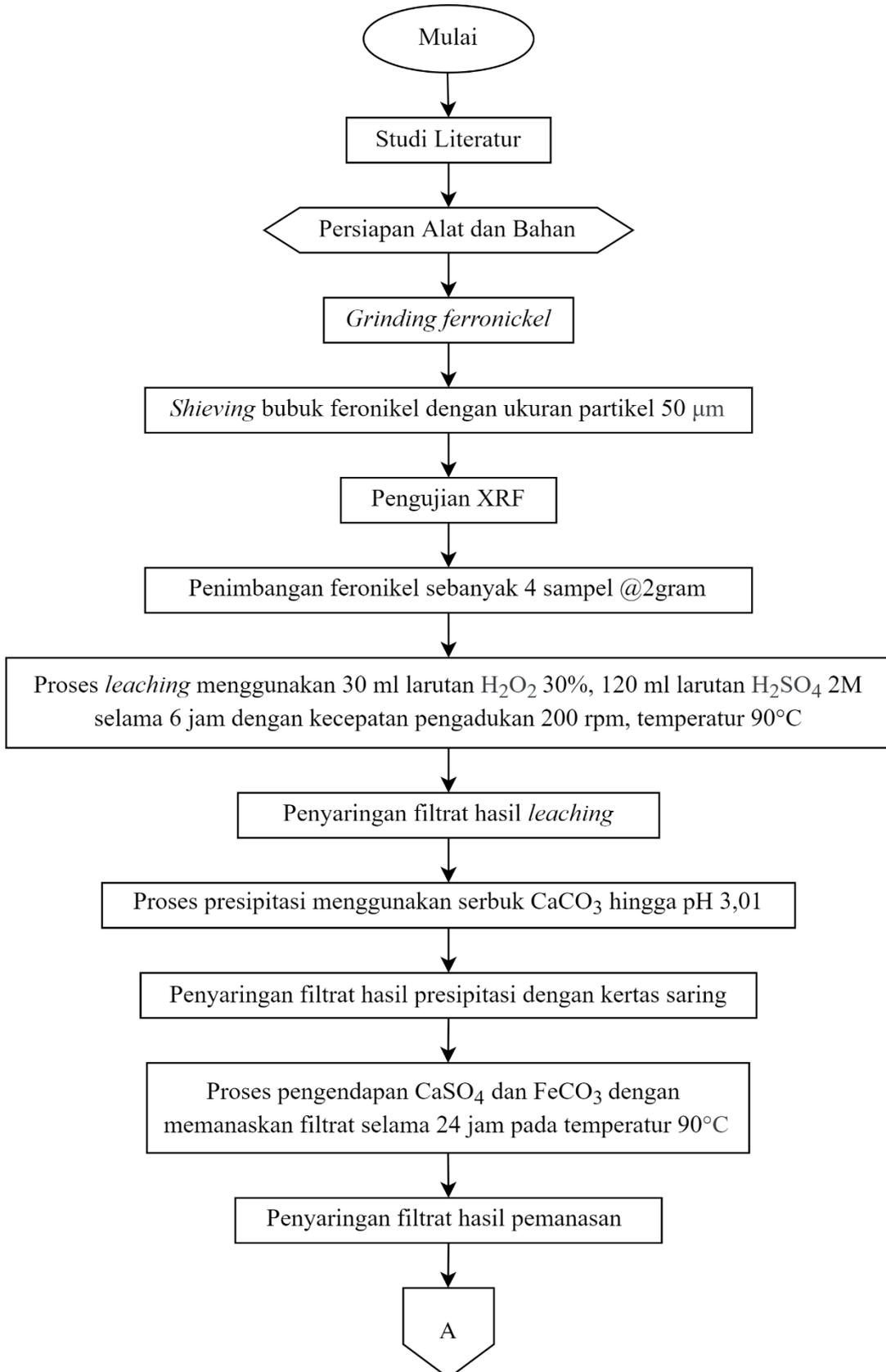
Tabel 2. 9 Kandungan pengotor (wt.%) Mg dan Ca dengan rekristalisasi bertahap (Chen et al., 2021).

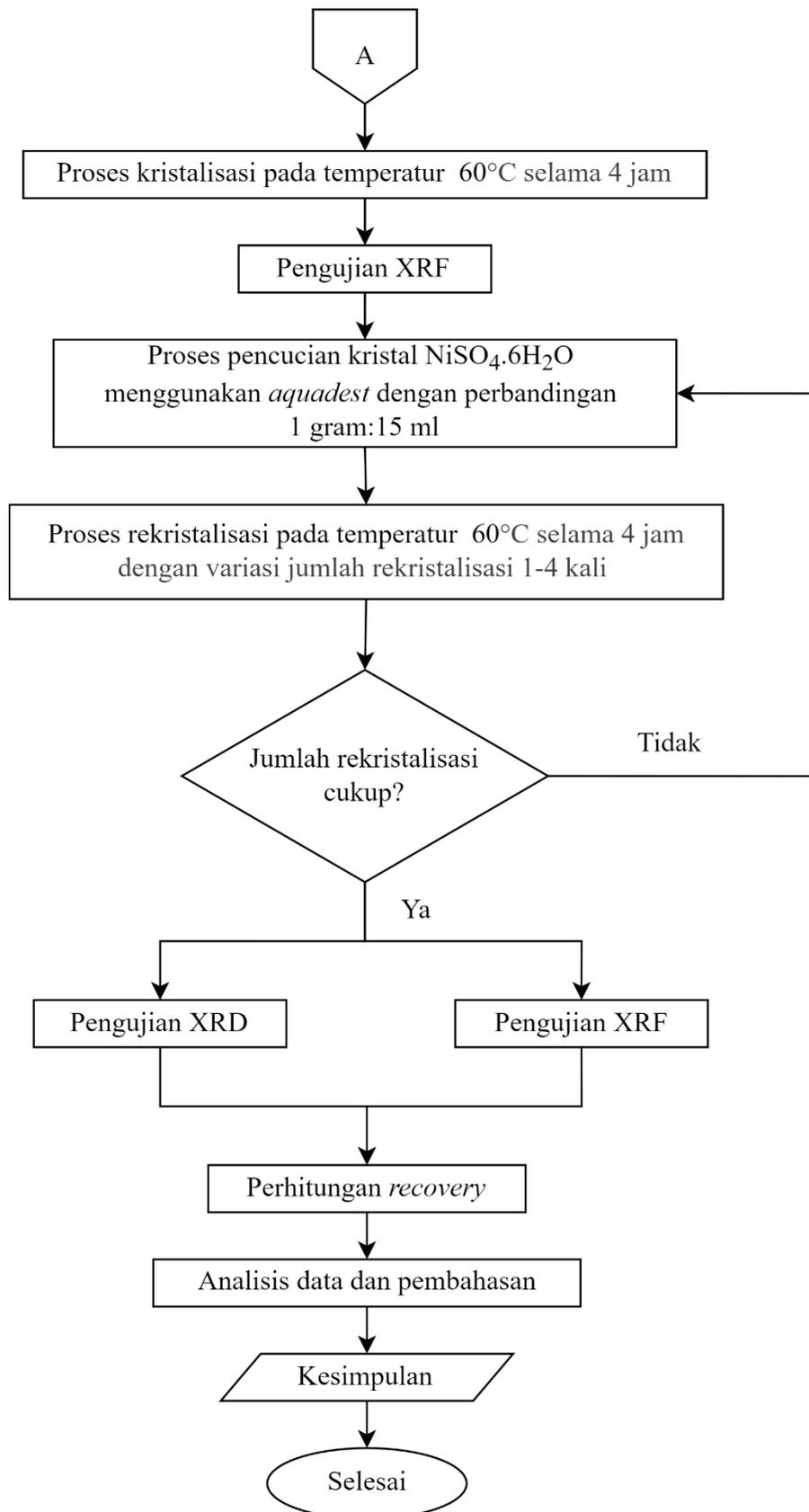
Variasi	Mg/wt.%	Ca/wt.%
1	0,11	0,042
2	0,062	0,004
3	0,044	0,003
4	0,016	0,001
5	0,0078	0,00044
6	0,0031	0,00039

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

3.2 Metode Penelitian

Berikut adalah langkah-langkah untuk memproses percobaan, yaitu:

3.2.1 Preparasi Sampel *Ferronickel*

Ferronickel yang digunakan pada penelitian ini merupakan hasil peleburan bijih nikel menggunakan *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 μm (mikron) yang homogen.
2. Melakukan pengujian XRF pada sampel *ferronickel* untuk mengetahui komposisi kimianya.
3. Menimbang keempat sampel *ferronickel* dengan berat masing-masing 2 gram.

3.2.2 Proses *Leaching*

Larutan yang digunakan adalah larutan asam sulfat sebanyak 120 ml 2M. Proses *leaching* dilakukan pada temperatur 90°C selama 6 jam. Setelah proses *leaching* selesai, dilakukan proses penyaringan untuk memisahkan antara filtrat dan residu dari produk *leaching*. Adapun teknik untuk proses *leaching* adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan larutan asam sulfat 2M dalam 120 mL menggunakan persamaan 3.1 di bawah ini.

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \quad (3.1)$$

Dimana, M_1 adalah konsentrasi larutan awal dan V_1 adalah volume larutan awal, M_2 adalah konsentrasi larutan akhir dan V_2 adalah volume larutan akhir.

2. Menyiapkan larutan *leaching* dengan cara mencampurkan larutan asam sulfat 2M sebanyak 120 mL dengan larutan asam peroksida 30% sebanyak 30 mL.
3. Melakukan proses *leaching* pada temperatur 90°C selama 6 jam dengan kecepatan pengadukan 200 rpm.
4. Melakukan penyaringan untuk memisahkan antara filtrat dengan residu dari hasil proses *leaching*.

3.2.3 Proses Presipitasi

Proses presipitasi dilakukan untuk mengendapkan pengotor besi (Fe) yang ikut larut pada saat proses *leaching*, menaikkan pH larutan *leaching*, dan meningkatkan *recovery* dari nikel. Adapun prosedur presipitasi adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan serbuk CaCO_3 sebagai agen penetral.
2. Melakukan proses presipitasi dengan cara menambahkan serbuk CaCO_3 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.

3.2.4 Proses Pemanasan

Pemanasan dilakukan untuk mengendapkan pengotor yang tersisa setelah proses presipitasi. Berikut merupakan prosedur pemanasan:

1. Filtrat hasil presipitasi disiapkan di dalam botol steril.
2. Dilakukan proses pemanasan terhadap filtrat di dalam oven selama 24 jam pada temperatur 90°C sampai terbentuk endapan.
3. Filtrat disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dengan endapan pengotor.

3.2.5 Proses Kristalisasi

Tujuan dari proses kristalisasi adalah untuk mendapatkan kristal dari filtrat presipitasi. Adapun prosedur kristalisasi adalah sebagai berikut:

1. Diamkan filtrat hasil pemanasan di dalam oven pada temperatur 60°C selama 4 jam.

2. Menimbang hasil kristalisasi.

3.2.6 Proses Pencucian

Proses pencucian bertujuan untuk memisahkan kristal nikel sulfat yang larut dalam *aquadest* dengan kristal kalsium sulfat yang tidak larut. Adapun prosedur pencuciannya adalah sebagai berikut.

1. Kristal nikel sulfat dilarutkan dengan *aquadest* dengan perbandingan 1g kristal/15mL *aquadest* menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 100 RPM hingga seluruh kristal nikel sulfat larut.
2. Menyaring larutan dengan kertas saring untuk memisahkan filtrat nikel sulfat dan residu pencucian.
3. Melakukan pengujian XRF dan XRD untuk mengetahui komposisi kimia dan senyawa yang terbentuk dari proses pencucian berulang.

3.2.7 Perhitungan Recovery

Perhitungan *recovery* bertujuan untuk mengetahui efisiensi proses dengan membandingkan kandungan unsur pada produk dengan kandungan unsur pada sampel. Nilai *recovery* dapat diketahui menggunakan rumus 3.2 di bawah ini.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{kadar logam dalam produk} \times \text{massa produk}}{\text{kadar logam dalam sampel} \times \text{massa sampel}} \times 100\% \quad (3.2)$$

3.3 Bahan dan Alat Penelitian

Bahan dan alat yang digunakan pada percobaan ini, yaitu:

3.3.1 Bahan Penelitian

1. *Ferronickel*
Ferronickel adalah bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah yang merupakan hasil *smelting* dari *mini blast furnace*.
2. Larutan H₂O₂
Hidrogen peroksida adalah zat pengoksidasi kuat yang digunakan untuk mempercepat oksidasi pada *ferronickel*.
3. Larutan H₂SO₄
Larutan H₂SO₄ digunakan sebagai pelarut untuk mengekstrak *ferronickel* pada proses *leaching*. Larutan H₂SO₄ yang digunakan dalam percobaan ini memiliki konsentrasi 2M.
4. Bubuk CaCO₃
Bubuk kalsium karbonat digunakan pada proses presipitasi untuk mengendapkan *impurities* (kotoran) dalam larutan *leaching*.
5. *Aquadest*
Aquadest digunakan dalam pembuatan larutan H₂SO₄ 2M dan sebagai pelarut pada proses pencucian.

3.3.2 Alat Penelitian Setiap Proses

1. Preparasi
Ferronickel digiling dengan *grinder* untuk diubah ke dalam bentuk serbuk dan diayak menggunakan ayakan hingga berukuran 50 mikron. Kemudian, massa *ferronickel* dihitung menggunakan timbangan digital sebesar 2 gram per sampel.
2. *Leaching*
Serbuk *ferronickel* dicampurkan dengan larutan H₂O₂ dan H₂SO₄ di dalam *beaker glass*. Kemudian, larutan dituangkan ke dalam tabung kepala tiga yang diletakkan diatas *hot plate* dan *magnetic stirrer* untuk menjaga temperatur tetap konstan dengan bantuan putaran *magnetic bar* pada kecepatan 200 RPM di dalam tabung kepala tiga agar *ferronickel* dan larutan asam dapat bereaksi. Tabung kepala tiga disambungkan dengan kondensor yang terhubung dengan pompa air untuk menyalurkan air ke kondensor agar

dapat mendinginkan kembali tabung kepala tiga dengan cara mengembunkan gas yang diuapkan selama proses *leaching* untuk menghindari keluarnya gas H_2SO_4 . Setelah proses *leaching* selesai, larutan disaring menggunakan kertas saring.

3. Presipitasi

Larutan *leaching* dituangkan ke dalam gelas *beaker*. Kemudian diletakkan diatas *hot plate* pada temperatur $90^\circ C$ dengan kecepatan pengadukan 200 RPM. Pada proses ini, larutan ditambahkan serbuk $CaCO_3$ menggunakan spatula secara perlahan hingga pH mencapai 3,01. Pengecekan pH secara kontinu dilakukan menggunakan pH meter digital. Setelah proses presipitasi selesai, larutan disaring menggunakan kertas saring.

4. Pemanasan dan Kristalisasi

Pemanasan filtrat presipitasi menggunakan oven pada temperatur $90^\circ C$ selama 24 jam. Sedangkan, kristalisasi pada temperatur $60^\circ C$ selama 5 jam.

5. Pencucian

Gelas *beaker* berisi kristal dan *aquadest* diletakan diatas *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 100 RPM agar kristal dapat larut. Kemudian, kristal disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan larutan berharga dengan pengotor.

3.4 Pengujian

Dalam penelitian ini, digunakan tiga metode pengujian sebagai berikut:

3.4.1 Pengujian X-Ray Fluorescence (XRF)

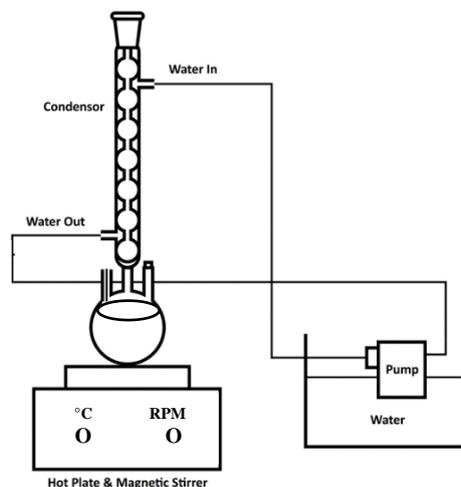
Pengujian EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia dari serbuk *ferronickel*, kristal nikel sulfat sebelum dilakukan rekristalisasi bertahap, dan kristal nikel sulfat yang terbentuk setelah rekristalisasi bertahap. Pengujian XRF dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan ITS.

3.4.2 Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada kristal $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ hasil rekristalisasi bertahap. Pengujian XRD dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS menggunakan alat XRD PAN Analytical.

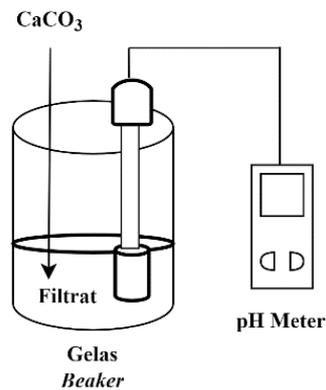
3.5 Rancangan Penelitian

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

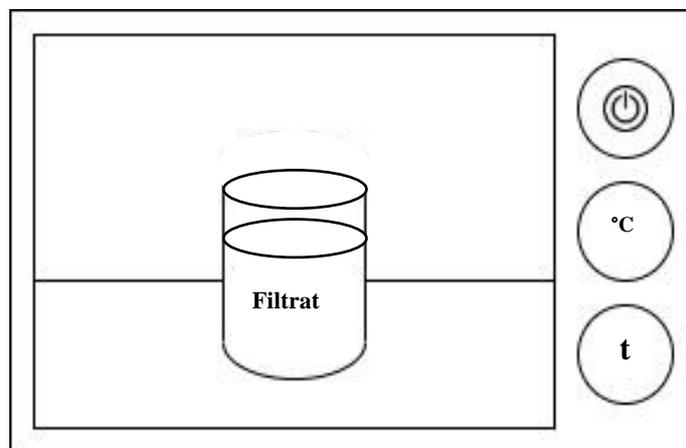


Gambar 3. 2 Skema peralatan proses leaching

Gambar 3.3 dan 3.4 di bawah ini menunjukkan skematik peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk proses presipitasi dan kristalisasi.

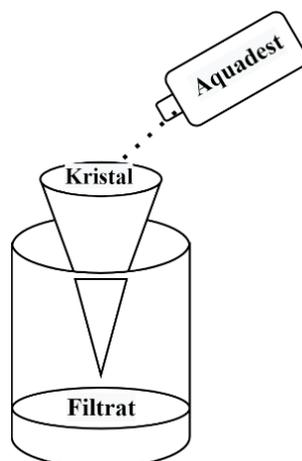


Gambar 3. 3 Skema peralatan proses presipitasi



Gambar 3. 4 Skema proses kristalisasi

Gambar 3.5 di bawah ini menunjukkan skematik peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk proses pencucian menggunakan *aquadest*.



Gambar 3. 5 Skema proses pencucian

Tabel 3. 1 Rancangan penelitian

Nama Spesimen	Metode pencucian	Karakterisasi		Perhitungan <i>Recovery</i>
		XRF	XRD	
<i>Ferronickel</i>	-	✓	-	
Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O sebelum pencucian	-	✓		-
RKB1	1x	✓	✓	✓
RKB2	2x	✓	✓	✓
RKB3	3x	✓	✓	✓
RKB4	4x	✓	✓	✓

Penamaan spesimen diambil dari singkatan Rekrystalisasi Bertahap (RKB) dengan angka yang menunjukkan jumlah rekrystalisasi bertahap dilakukan.

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													█	█	█	█

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakteristik Bahan Penelitian

Pada penelitian ini, pengujian XRF dilakukan untuk sampel *ferronickel* dan kristal sebelum pencucian. Sedangkan, kristal hasil rekristalisasi bertahap dengan variasi satu kali, dua kali, tiga kali, hingga empat kali dilakukan pengujian XRF dan XRD. Berdasarkan tujuan penelitian ini sendiri untuk menganalisis pengaruh rekristalisasi bertahap pada *recovery*, komposisi kimia, dan senyawa yang terbentuk dari produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.1.1 Karakteristik Sampel *Ferronickel*

Pengujian XRF dilakukan pada sampel *ferronickel* yang merupakan produk dari *Mini Blast Furnace* untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung pada *ferronickel*. Pada Tabel 4.1 menunjukkan hasil dari pengujian XRF dari sampel *ferronickel*.

Tabel 4. 1 Hasil pengujian XRF sampel *ferronickel*

Unsur	%berat
Fe	70,14
Co	0,94
Ni	24,50
S	2,02
K	0,80
P	1,60

Pada Table 4.1 diatas menunjukkan kandungan unsur Ni pada *ferronickel* sebesar 22,10%. Sedangkan, kandungan Fe terbilang tinggi, yaitu sebesar 51,52%. Hal ini menandakan bahwa *ferronickel* yang digunakan merupakan *low grade ferronickel*.

4.1.2 Karakterisasi Sampel Kristal Sebelum Rekristalisasi Bertahap

Sebelum melalui proses pencucian, kristal yang telah terbentuk setelah melewati proses pemanasan selama 24 jam dan kristalisasi diuji menggunakan XRF. Hasil pengujian dari sampel kristal nikel sulfat heksahidrat ditampilkan pada Tabel 4.2 berikut ini.

Tabel 4. 2 Hasil pengujian XRF sampel kristal sebelum rekristalisasi bertahap

Unsur	Ni	Ca	Fe	Co	Al	P	S	Sr	K
%berat	33,61	8,96	7,95	1,37	8,87	7,68	30,1	0,16	1,3

Jika dibandingkan dengan hasil pengujian XRF pada *ferronickel*, terjadi peningkatan kandungan pada unsur Ni sebesar 9,11%. Sedangkan penurunan terbesar terjadi pada unsur Fe sebesar 62,19% yang merupakan pengotor.

4.1.3 Karakterisasi Sampel Kristal Setelah Rekristalisasi Bertahap

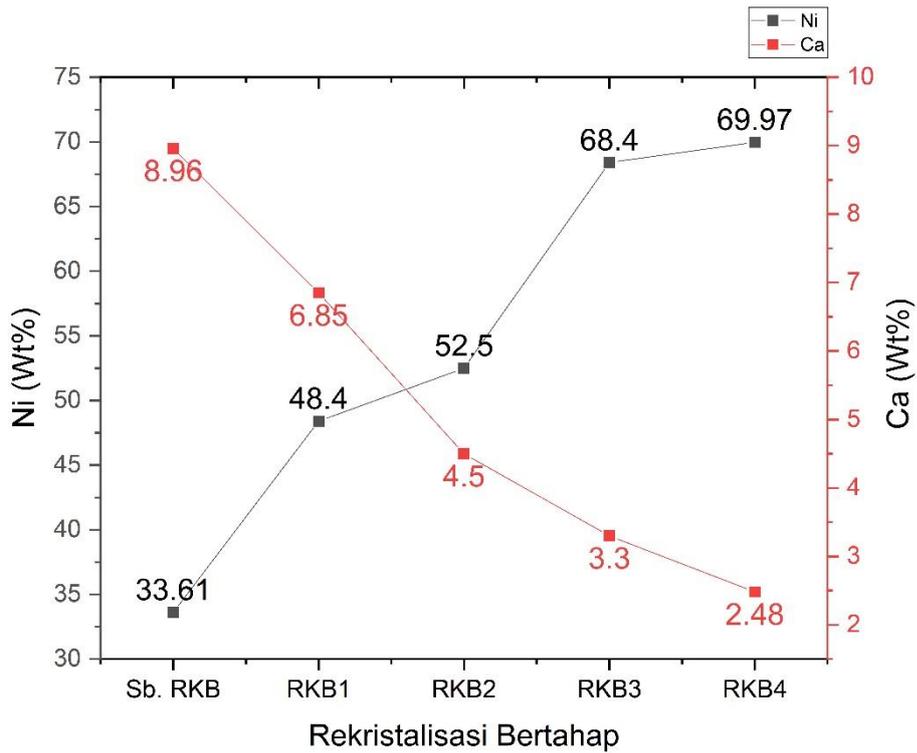
Kristal yang telah terbentuk dicuci menggunakan *aquadest*, kemudian dilakukan kristalisasi kembali. Setelah itu dicuci dan dikristalisasi kembali, atau dapat disebut juga sebagai rekristalisasi bertahap dengan hasil akhir berupa kristal. Rekristalisasi bertahap bertujuan untuk memisahkan nikel sulfat dengan pengotor CaSO_4 semaksimal mungkin. Kristal hasil rekristalisasi bertahap diuji dengan pengujian XRF dan XRD untuk mengetahui unsur dan senyawa yang terbentuk. Pada Tabel 4.3 menunjukkan hasil pengujian XRF produk kristal. Setelah pengujian XRF, dilakukan analisis terhadap hasil pengujian XRD.

Tabel 4. 3 Hasil pengujian XRF sampel kristal setelah rekristalisasi bertahap

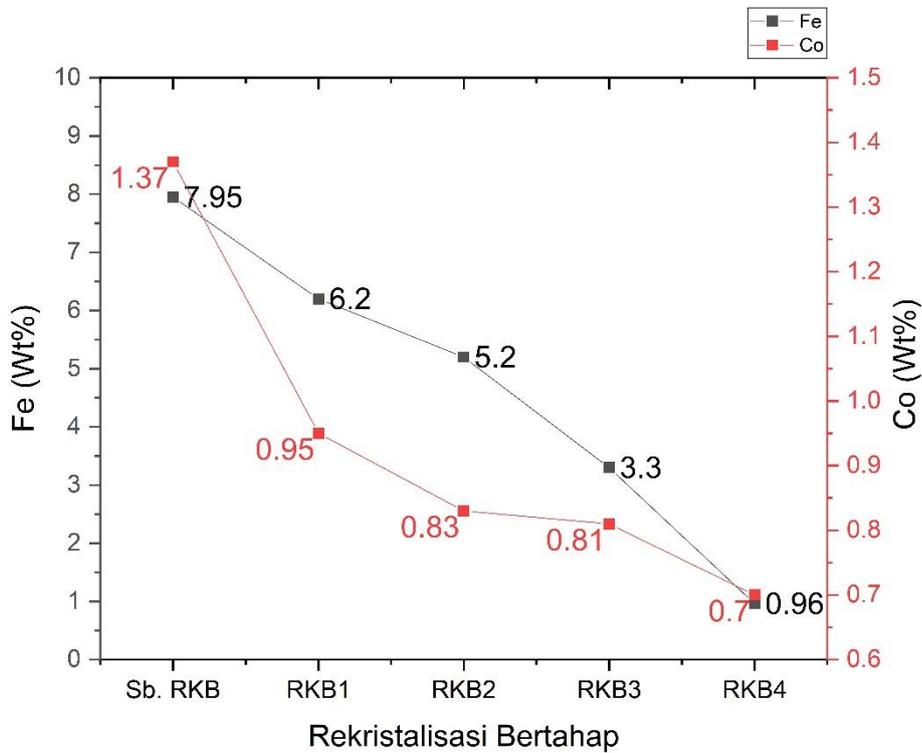
Sampel	Senyawa	%berat	Unsur	%berat
RKB1	Al ₂ O ₃	8,00	Al	7,82
	P ₂ O ₅	20,00	P	1,10
	SO ₃	25,00	S	27,78
	CaO	9,40	Ca	6,85
	Fe ₂ O ₃	0,96	Fe	6,20
	Co ₃ O ₄	0,53	Co	0,95
	NiO	35,20	Ni	48,40
RKB2	Al ₂ O ₃	3,00	Al	12,00
	P ₂ O ₅	7,70	P	1,00
	SO ₃	39,10	S	23,97
	CaO	3,90	Ca	4,50
	Fe ₂ O ₃	0,97	Fe	5,20
	Co ₃ O ₄	0,63	Co	0,83
	NiO	44,60	Ni	52,5
RKB3	Al ₂ O ₃	5,70	Al	4,00
	P ₂ O ₅	4,70	P	1,90
	SO ₃	32,00	S	18,62
	K ₂ O	0,61	K	0,84
	CaO	3,00	Ca	3,30
	Fe ₂ O ₃	1,20	Fe	2,13
	Co ₃ O ₄	0,72	Co	0,81
	NiO	52,1	Ni	68,40
RKB4	SO ₃	36,40	S	25,43
	K ₂ O	0,20	K	0,30
	Fe ₂ O ₃	5,16	Ca	2,48
	Co ₃ O ₄	2,31	Fe	0,96
	NiO	0,85	Co	0,70
	Fe ₂ O ₃	54,98	Ni	69,97
	SrO	0,11	Sr	0,16

4.2 Pengaruh Jumlah Rekristalisasi Bertahap terhadap Komposisi Kimia Kristal

Pengaruh variasi jumlah rekristalisasi bertahap pada unsur Ni, Ca, Fe dan Co dapat dilihat dari hasil pengujian XRF pada kristal hasil rekristalisasi bertahap pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 dibawah ini.



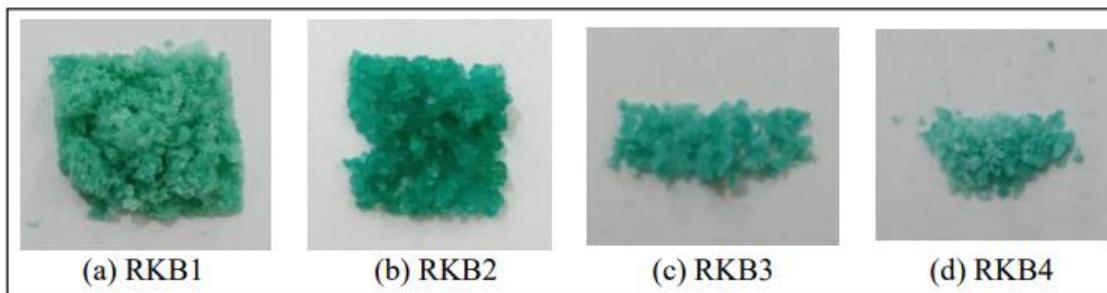
Gambar 4. 1 Grafik tren komposisi kimia Ni dan Ca pada kristal



Gambar 4. 2 Grafik tren komposisi kimia Fe dan Co pada kristal

Berdasarkan hasil pengujian XRF yang dilakukan pada setiap variasi, didapatkan unsur-unsur penyusun kristal. Pada RKB1 diperoleh komposisi kimia 48,4% Ni, 6,85% Ca, 6,2% Fe, dan 0,95% Co. Pada RKB2 diperoleh komposisi kimia 52,5% Ni, 4,5% Ca, 5,2% Fe, dan 0,83% Co. Pada RKB3 diperoleh komposisi kimia 68,4% Ni, 3,3% Ca, 3,3% Fe, dan 0,81% Co. Sedangkan, pada RKB4 diperoleh komposisi kimia 69,97% Ni, 2,48% Ca, 0,96% Fe, dan 0,7% Co. Pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 terlihat bahwa tren untuk setiap pengotor, cenderung turun. Hal ini disebabkan oleh proses pencucian yang dilakukan berulang kali dengan tujuan untuk memisahkan unsur berharga dengan pengotor dengan begitu kemurnian dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat ditingkatkan. Selain itu, proses pencucian berpengaruh pada proses selanjutnya, yaitu rekristalisasi. Efektivitas dari proses rekristalisasi bergantung pada perbandingan antara kristal dengan *aquadest* sebagai pelarut, dimana apabila konsentrasi pelarut lebih rendah daripada konsentrasi unsur berharga, maka keadaan supersaturasi (kejenuhan) semakin mudah diperoleh. Agar dapat dibandingkan, volume *aquadest* yang digunakan untuk semua variasi adalah 15 ml/banyaknya pencucian. Oleh karena itu, pada RKB1 15 ml/1x pencucian, RKB2 7,5 ml/1x pencucian, RKB3 5 ml/1x pencucian, dan RKB4 3,75 ml/1x pencucian.

Pada Gambar 4.1 menunjukkan komposisi unsur Ni yang semakin meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah rekristalisasi. Dimana, nikel merupakan unsur yang mudah larut di dalam *aquadest* (Gad, 2005). Hal ini menandakan kesesuaian dengan tujuan rekristalisasi bertahap, yaitu untuk meningkatkan kemurnian kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan cara mengeluarkan pengotor yang terperangkap ke dalam kristal seiring dengan larutnya kristal dalam pelarut. Hal ini dapat terjadi karena konsentrasi pengotor lebih kecil daripada konsentrasi Ni (Pinalia, 2012). Kandungan nikel tertinggi terdapat pada RKB4. Namun, jika ditinjau dari nilai *recovery* dan juga dari segi efisiensi, maka RKB2 merupakan variasi terbaik dengan kandungan Ni sebesar 52,5%. Kristal hasil rekristalisasi bertahap dapat dilihat pada Gambar 4.3 berikut.



Gambar 4. 3 Kristal hasil rekristalisasi bertahap

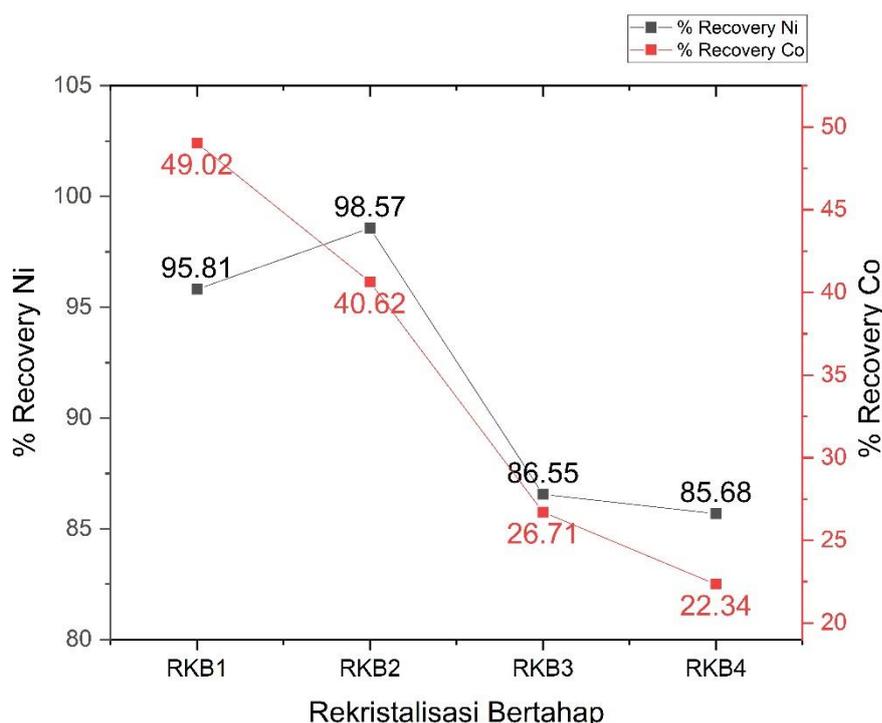
Komposisi unsur Ca pada Gambar 4.1 menunjukkan tren penurunan pada komposisi. Hal ini disebabkan karena unsur Ca merupakan unsur yang sukar untuk larut dalam *aquadest* (M Ana Hidayati and Edy, 2005). Sehingga, kristal CaSO_4 akan mengendap dan terpisah dari senyawa berharga. Oleh karena itu semakin banyak pengulangan pencucian, semakin banyak pengotor Ca yang mengendap. Kandungan Ca terendah terdapat pada RKB4 dengan 2,48%.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan grafik komposisi unsur Fe dan Co dengan penurunan kandungan yang tidak terlalu signifikan. Hal ini dikarenakan *aquadest* sebagai pelarut tidak terlalu berpengaruh terhadap unsur Fe dan Co yang menyebabkan endapan yang terbentuk rendah, dan sebagaimana unsur Fe dan Co larut, dan juga terlibat dalam proses pembentukan kristal. Co sendiri merupakan unsur yang mudah larut di dalam *aquadest* (Sole et al., 2019). Pada Gambar 4.2, kandungan Co terendah terdapat pada RKB4 sebesar 0,7%. Sama halnya

dengan Co, Fe juga larut di dalam *aquadest* (Davis et al., 1961). Pengurangan pengotor Fe terendah sendiri terjadi pada saat proses presipitasi. Pada RKB4 kandungan pengotor di dalam kristal terendah, yaitu sebesar 0,96%.

4.3 Pengaruh Jumlah Rekrystalisasi Bertahap terhadap *Recovery*

Perhitungan *recovery* dilakukan untuk mengetahui efisiensi proses dengan cara membandingkan kandungan unsur yang didapat pada produk dengan kandungan unsur pada sampel. Perhitungan *recovery* pada unsur Ni dapat dilakukan menggunakan hasil pengujian XRF. Pada Gambar 4.4 menunjukkan grafik tren perhitungan *recovery* unsur Ni dan Co.



Gambar 4. 4 Grafik tren *recovery* unsur Ni dan Co

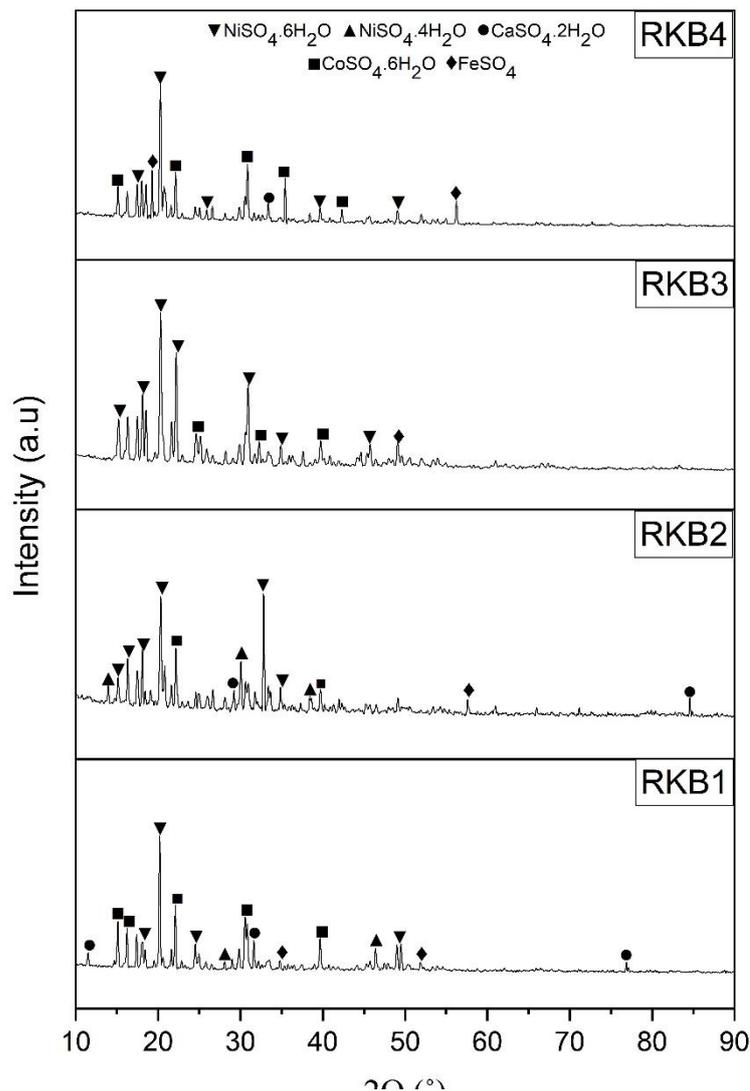
Berdasarkan perhitungan menggunakan rumus 3.2, didapatkan *recovery* Ni sebesar 95,81% untuk RKB1, 98,57% untuk RKB2, 86,55% untuk RKB3, dan 85,68% untuk RKB4. Nilai *recovery* Ni terbesar terdapat pada RKB2 dan terendah pada RKB4. Jika melihat pada Gambar 4.1, kandungan Ni cenderung meningkat seiring dengan bertambahnya rekrystalisasi bertahap, dimana hal ini berbanding terbalik dengan nilai *recovery* yang fluktuatif. Hal tersebut dipengaruhi oleh massa produk setelah proses pencucian dan rekrystalisasi. Dimana, Pada saat proses pencucian, volume *aquadest* yang digunakan untuk semua variabel adalah 15 ml/banyaknya pencucian yaitu, pada RKB1 15 ml/1x pencucian, RKB2 7,5 ml/1x pencucian, RKB3 5 ml/1x pencucian, dan RKB4 3,75 ml/1x pencucian. Dimana, semakin banyak pencucian, volume larutan untuk sekali pencucian semakin berkurang. Sehingga, massa pada kristal juga berkurang. Selain itu, pengendapan pengotor pada saat proses pencucian juga menurunkan massa dari kristal. Sedangkan, pada saat proses rekrystalisasi, untuk membentuk kristal dibutuhkan keadaan supersaturasi pada larutan, dimana untuk mencapai keadaan tersebut dibutuhkan proses pemanasan pada temperatur 60°C, sehingga larutan mengalami evaporasi yang berakibat pada pengurangan massa untuk kristal. *Recovery* tertinggi terdapat pada variasi RKB2 dengan nilai sebesar 98,57%.

4.4 Pengaruh Jumlah Rekristalisasi Bertahap terhadap Senyawa yang Terbentuk

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dari kristal nikel sulfat heksahidrat setelah melalui rekristalisasi bertahap menggunakan *software High Score Plus* dengan cara menyesuaikan *peak* hasil pengujian dengan *database* yang terdapat pada *software*, yaitu *International Centre for Diffraction Data (ICDD)*. Pada Tabel 4.4 menunjukkan kode referensi, bentuk kristal, dan parameter kisi dari senyawa. Kemudian, hasil analisis data pengujian diolah menggunakan *software Origin Pro* dengan hasil berupa grafik yang menunjukkan fasa atau senyawa yang terbentuk ditiap *peak*. Hasil dari grafik XRD masing-masing variasi jumlah rekristalisasi ditunjukkan pada Gambar 4.5.

Tabel 4. 4 ICDD senyawa pengujian XRD

Senyawa	Kode referensi	Bentuk kristal	Parameter kisi
NiSO ₄ .6H ₂ O	00-033-0955	<i>Monoclinic</i>	a = 24.1880
			b = 7.2410
			c = 9.8950
NiSO ₄ .4H ₂ O	00-019-0843	<i>Monoclinic</i>	a = 5.9130
			b = 13.4800
			c = 7.9020
NiSO ₄ .2H ₂ O	00-001-0385	<i>Monoclinic</i>	a = 5.6700
			b = 15.1500
			c = 6.5100
CoSO ₄ .6H ₂ O	00-016-0304	<i>Monoclinic</i>	a = 10.0400
			b = 7.2340
			c = 24.3000
FeSO ₄	00-001-0703	Tidak diketahui	Tidak diketahui



Gambar 4. 5 Hasil pengujian XRD kristal hasil rekristalisasi bertahap

Senyawa nikel sulfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) terbentuk pada masing-masing variasi, yaitu RKB1, RKB2, RKB3, dan RKB4. Senyawa kompleks $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang merupakan bentuk kristal dari NiSO_4 terbentuk pada saat proses kristalisasi pada temperatur di atas $31,5^\circ\text{C}$ (Masalov et al., 2015). NiSO_4 sendiri terbentuk dari proses *leaching*, yaitu NiO bereaksi dengan H_2SO_4 menghasilkan NiSO_4 dalam bentuk larutan sesuai dengan reaksi 2.4. Namun, pada RKB1 dan RKB2 juga terbentuk $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Hal ini dapat disebabkan oleh proses kristalisasi yang dilakukan pada temperatur di atas stabilitas β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yaitu, 100°C . Sehingga, nikel sulfat kehilangan beberapa air kristal (evaporasi) dan berubah fasa menjadi nikel sulfat tetrahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Selain itu proses kristalisasi yang terlalu lama juga dapat menghilangkan struktur kristal air yang menyebabkan berubahnya fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menjadi $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Jenssen et al., 2021). Selain itu, senyawa lainnya juga dapat terbentuk pada kristal yang dikategorikan sebagai pengotor. Senyawa pengotor merupakan senyawa yang tidak dibutuhkan karena dapat mengurangi kemurnian $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada kristal. Senyawa pengotor tersebut antara lain, kalsium sulfat dihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), kobalt sulfat heksahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), dan besi (II) sulfat (FeSO_4).

Pada awalnya senyawa $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ merupakan senyawa CaSO_4 yang terbentuk selama proses presipitasi. Pada proses ini, filtrat hasil *leaching* direaksikan dengan CaCO_3 membentuk CaSO_4 . Seharusnya proses presipitasi bertujuan untuk memisahkan pengotor dengan senyawa berharga. Meskipun pada Gambar 4.1 kandungan Ca semakin menurun, seiring dengan bertambahnya jumlah rekristalisasi bertahap. Namun pada Gambar 4.5, sampel RKB4 masih terbentuk kristal $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang merupakan pengotor. Hal ini disebabkan pada proses kristalisasi, temperatur yang digunakan sebesar 60°C , dimana pada temperatur tersebut $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cenderung stabil (*range* temperatur $27\text{-}102^\circ\text{C}$) jika dibandingkan fasa lainnya (Tang et al., 2019).

Pada mulanya, senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk dari proses *leaching*, dimana CoO bereaksi dengan H_2SO_4 membentuk CoSO_4 (reaksi 2.5). Kemudian, pada reaksi 2.8 yang terjadi saat proses presipitasi, CoSO_4 bereaksi dengan CaCO_3 membentuk endapan CoCO_3 yang seharusnya terpisah dari senyawa berharga. Namun, CoSO_4 tidak sepenuhnya terpisah dan ikut larut ke dalam larutan filtrat yang nantinya akan melalui proses kristalisasi. Hal ini sesuai dengan Gambar 4.2, dimana tidak terjadi pengurangan signifikan pada pengotor Co. Pada proses ini senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ tumbuh ketika larutan filtrat mencapai kejenuhan pada temperatur $50\text{-}55^\circ\text{C}$ (Sole et al., 2019).

Senyawa FeSO_4 terbentuk dari proses *leaching*, sesuai dengan reaksi 2.6 FeO bereaksi dengan H_2SO_4 membentuk FeSO_4 . Kemudian pada proses presipitasi, FeSO_4 bereaksi dengan CaCO_3 membentuk endapan FeCO_3 (reaksi 2.7) yang seharusnya terpisah dari larutan filtrat. Namun, dikarenakan unsur Fe mudah larut di dalam *aquadest*, dan pada Gambar 4.2 tidak terjadi pengurangan signifikan pada pengotor Fe. Sehingga, pada produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ masih ditemukan senyawa FeSO_4 .

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berikut merupakan kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini, antara lain:

1. Komposisi kimia terbaik dari produk hasil rekristalisasi bertahap terdapat pada rekristalisasi bertahap dua kali dengan kandungan Ni sebesar 52,5%, Fe sebesar 5,2%, Co sebesar 0,83%, dan Ca sebesar 4,5%.
2. Nilai *recovery* terbaik terdapat pada produk hasil rekristalisasi bertahap pada variasi rekristalisasi bertahap dua kali dengan *recovery* Ni sebesar 98,57% dan *recovery* Co sebesar 40,62%.
3. Pada keseluruhan variasi rekristalisasi bertahap terbentuk senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Namun, kristal NiSO_4 juga membentuk fasa lainnya $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Selain itu, terdapat senyawa lainnya yang merupakan pengotor, seperti $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan FeSO_4 .

5.2 Saran

Berikut saran yang dapat diberikan dari penelitian ini, yaitu:

1. Melakukan pemisahan larutan dengan pengotor pada hasil presipitasi menggunakan alat *vacuum* sebelum menggunakan kertas saring untuk memaksimalkan volume filtrat yang dihasilkan.
2. Menyempurnakan proses pencucian menggunakan *hot plate* dan *magnetic stirrer* terkait kecepatan pengadukan dan waktu yang dibutuhkan.
3. Memperhatikan faktor-faktor yang mempengaruhi ketika melakukan pencucian kristalisasi untuk mendapatkan produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan senyawa yang dibutuhkan.
4. Melakukan penelitian lanjutan mengenai waktu dan temperatur yang dibutuhkan untuk membentuk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- A. Rasyidi Fachry, Juliyadi Tumanggor, N. P. E. Y. L. (2008). PENGARUH WAKTU KRISTALISASI DENGAN PROSES PENDINGINAN DARI LARUTANNYA A . Rasyidi Fachry , Juliyadi Tumanggor , Ni Putu Endah Yuni L . Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(April), 9–16.
- 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>
- Campagnol, N., Hoffman, K., Lala, A., & Ramsbottom, O. (2017). The future of nickel: a class act. *Basic Materials*, November, 1–16.
- Cempel M., & Nikel G. (2006). Nickel: A Review of Its Sources and Environmental Toxicology. *Polish Journal of Environmental Studies*, 15(3), 375–382. <http://www.pjoes.com/Nickel-A-Review-of-Its-Sources-and-Environmental-Toxicology,87881,0,2.html>
- Chen, H., Wang, K., Ming, X., Zhan, F., Muhammad, Y., Wei, Y., Li, W., & Zhan, H. (2021). The efficient removal of calcium and magnesium ions from industrial manganese sulfate solution through the integrated application of concentrated sulfuric acid and ethanol. *Metals*, 11(9), 0–9. <https://doi.org/10.3390/met11091339>
- Crundwell, F., Moats, M., Robinson, T., Ramachandran, V., & Davenport, W. . (2011). Extractive Metallurgy of Nickel and Cobalt. In *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum Group Metals*.
- Davis, H. T., Rice, S. A., & Sengers, J. V. (1961). 濟無No Title No Title No Title. *J Chem Phys*, 35, 2210–2233.
- Elias, M. (2002). Nickel laterite deposits – geological overview , resources and exploitation. *Centre for Ore Deposit Research, University of Tasmania, CODES Special Publication 4*, 205–220.
- 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>
- Franco, J. (2017). Purifying Compounds by Recrystallization. *Journal of Visualized Experiments*, 4–6. <https://www.jove.com/pdf/10184/jove-science-education-10184-purifying-compounds-by-recrystallization>
- Gad, S. C. (2005). Nickel chloride. *Encyclopedia of Toxicology*, Ii, 223–225. <https://doi.org/10.1016/B0-12-369400-0/00680-3>
- Golightly, J. P. (2019). Progress in Understanding the Evolution of Nickel Laterites. *The Challenge of Finding New Mineral Resources<sub>title>Global Metallogeny, Innovative Exploration, and New Discoveries</Subtitle>*, September. <https://doi.org/10.5382/sp.15.2.07>
- Hakim, K. S. (2021). STUDI PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PEMANASAN TERHADAP HASIL NETRALISASI LARUTAN LEACHING FERRONICKEL MENGGUNAKAN CaCO₃ UNTUK SINTESIS NiSO₄.6H₂O. *Jurnal Teknik ITS*, X(X), 1–8.
- Jenssen, I. B., Bøckman, O., Andreassen, J., & Ucar, S. (2021). *The Effect of Reaction Conditions and Presence of Magnesium on the Crystallization of Nickel Sulfate*. 1–15.
- John L. Everhart, P. E. (2004). Engineering Properties of Nickel And Nickel Alloys. In *American Water Works Association* (Vol. 44, Issue 5).
- 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>
- Keskinilic, E. (2019). Nickel Laterite Smelting Processes and Some. *Metals*, 9(974), 1–16.
- Kilangy, D. M. (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*, 10, 1–7.
- Lintjewas, L., Setiawan, I., & Kausar, A. Al. (2019). Profil Endapan Nikel Laterit di Daerah Palangga, Provinsi Sulawesi Tenggara. *RISSET Geologi Dan Pertambangan*, 29(1), 91. <https://doi.org/10.14203/risetgeotam2019.v29.970>
- M Ana Hidayati and Edy. (2005). Penetapan Kadar Senyawa Abrasive (Kalsium) pada pasta gigi. *Jurnal Litbang Universitas Muhammadiyah Semarang*, 43–47.
- Masalov, V. M., Zhokhov, A. A., Manomenova, V. L., Rudneva, E. B., Voloshin, A. E., & Emelchenko, G. A. (2015). Growth of nickel sulfate hexahydrate ($\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) single crystals under steady-state conditions of temperature difference. *Crystallography Reports*, 60(6), 963–969. <https://doi.org/10.1134/S1063774515060206>
- Mbedzi, N., Ibane, D., Dyer, L., & Browner, R. (2017). The effect of oxidant addition on ferrous iron removal from multi-element acidic sulphate solutions. *AIP Conference Proceedings*, 1805(May 2021). <https://doi.org/10.1063/1.4974413>
- McRae, M. E. (2021). NICKEL. *Mineral Commodity Summaries*, 37(12), 37Sup-314-37Sup – 314. <https://doi.org/10.5860/choice.37sup-314>
- Miao, Y., Hynan, P., Von Jouanne, A., & Yokochi, A. (2019). Current li-ion battery technologies in electric vehicles and opportunities for advancements. *Energies*, 12(6), 1–20. <https://doi.org/10.3390/en12061074>
- Mubarok, M. Z., & Lieberto, J. (2013). Precipitation of Nickel Hydroxide from Simulated and Atmospheric-leach Solution of Nickel Laterite Ore. *Procedia Earth and Planetary Science*, 6(December 2013), 457–464. <https://doi.org/10.1016/j.proeps.2013.01.060>
- Oustadakis, P., Agatzini-Leonardou, S., & Tsakiridis, P. E. (2006). Nickel and cobalt precipitation from sulphate leach liquor using MgO pulp as neutralizing agent. *Minerals Engineering*, 19(11), 1204–1211. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.11.006>
- Petkov, K., Stefanova, V., Stamenov, L., & Iliev, P. (2017). A study of the partial neutralization process of solutions obtained during autoclave dissolution of pyrite concentrate. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 52(2), 270–276.
- Pinalia, A. (2012). Penentuan Metode Rekristalisasi Yang Tepat Untuk Meningkatkan Kemurnian Kristal Amonium Perklorat (Ap). *Majalah Sains Dan Teknologi Dirgantara*, 6(2), 64–70. http://103.16.223.15/index.php/majalah_sains_tekgan/article/view/1635
- 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 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Synthesis. *Journal of Physics: Conference Series*, 2117(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2117/1/012024>
- Puspita, A. N. G. (2021). PELUANG PERTUMBUHAN DAN PROSPEK PASAR DAUR ULANG BATERAI DI ASIA PASIFIK. *Jurnal Rekayasa Pertambangan*, 1(1), 25–33.
- Santoso, W. Y. (2015). Kebijakan Nasional Indonesia dalam Adaptasi dan Mitigasi Perubahan Iklim. *Hasanuddin Law Review*, 1(3), 371. <https://doi.org/10.20956/halrev.v1i3.116>
- Setyoprato, P. (2003). STUDI EKSPERIMENTAL PEMURNIAN GARAM NaCl DENGAN CARA REKRISTALISASI. *Universitas Surabaya*, 11(2), 17–28. <http://repository.ubaya.ac.id/28/>
- Sihotang, I. H., Supriyatna, Y. I., Ismail, I., & Sulistijono. (2018). The effect of smelting time

-
- and composition of palm kernel shell charcoal reductant toward extractive Pomalaa nickel laterite ore in mini electric arc furnace. *AIP Conference Proceedings*, 1945. <https://doi.org/10.1063/1.5030245>
- Sole, K. C., Parker, J., Cole, P. M., & Mooiman, M. B. (2019). Flowsheet Options for Cobalt Recovery in African Copper–cobalt Hydrometallurgy Circuits. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 40(3), 194–206. <https://doi.org/10.1080/08827508.2018.1514301>
- Stanković, S., Stopić, S., Sokić, M., Marković, B., & Friedrich, B. (2020). Review of the past, present, and future of the hydrometallurgical production of nickel and cobalt from lateritic ores. *Metallurgical and Materials Engineering*, 26(2), 199–208. <https://doi.org/10.30544/513>
- Sun, J., Feng, J., & Chen, Z. (2019). Effect of ferronickel slag as fine aggregate on properties of concrete. *Construction and Building Materials*, 206, 201–209. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.187>
- Tang, Y., Gao, J., Liu, C., Chen, X., & Zhao, Y. (2019). Dehydration Pathways of Gypsum and the Rehydration Mechanism of Soluble Anhydrite γ -CaSO₄ [Research-article]. *ACS Omega*, 4, 7636–7642. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b03476>
- The Faraday Institution. (2020). Faraday Insights - Issue 6 Udate: December 2020. , 1–6. https://faraday.ac.uk/wp-content/uploads/2020/12/Faraday_Insights_6_Updated_Dec2020.pdf
- Zhang, X., Laubie, B., Houzelot, V., Plasari, E., Echevarria, G., & Simonnot, M. O. (2016). Increasing purity of ammonium nickel sulfate hexahydrate and production sustainability in a nickel phytomining process. *Chemical Engineering Research and Design*, 106, 26–32. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2015.12.009>

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

1. Perhitungan Neraca Massa

Diketahui:

Massa *ferronickel* = 2 gram

Komposisi *ferronickel*

Fe-Ni (gram)	unsur	Massa relatif (gram/mol)	Persentase (%)	Massa Unsur dalam <i>Ferronickel</i>	Mol Unsur
2	Ni	58,7	15,35	0,307	0,005229
2	Co	58,9	2,30	0,046	0,000781
2	Fe	55,8	67,66	1,3532	0,024251

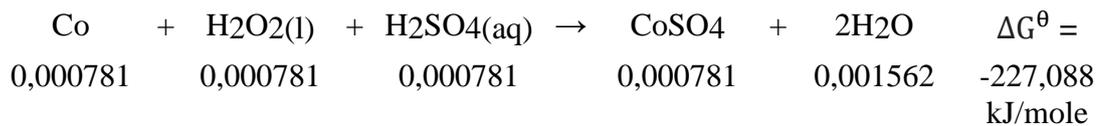
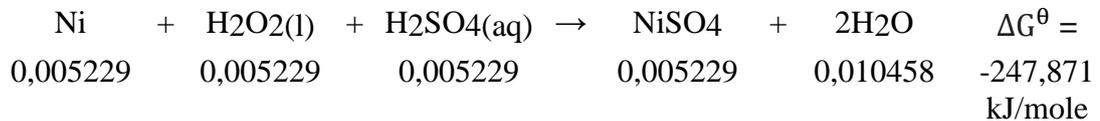
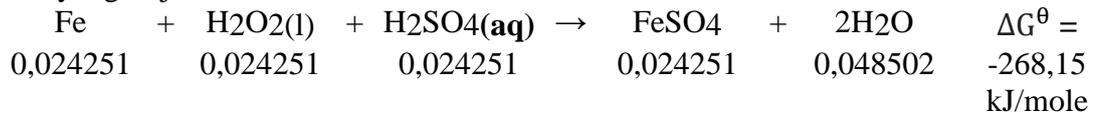
2. Perhitungan kebutuhan volume H₂O₂ 30%

Diketahui:

Mr H₂O₂ = 34 gr/mol

ρ H₂O₂ = 1,1 gr/mL

Reaksi yang terjadi:



Mol H₂O₂ yang bereaksi = 0,030261 mol

Massa H₂O₂ yang bereaksi = mol × Mr

$$= 1,028874$$

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

Jadi, kebutuhan H₂O₂ untuk proses *leaching* adalah sebanyak 1 mL

3. Perhitungan kebutuhan volume H₂SO₄ 98% untuk membuat larutan sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan

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

Dimana:

Mr H₂SO₄ = 98 gram/mol

% massa H₂SO₄ = 98 %

ρ H₂SO₄ = 1,84 kg/L

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

$$M = 18,4 M$$

H₂SO₄ 2M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$18,4 \times V_1 = 2 \times 120$$

$$V_1 = 13,04 \text{ mL}$$

Jadi, 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.

5. Perhitungan nilai *recovery* unsur Ni dan Co

Perhitungan dilakukan dengan menggunakan hasil uji XRF

Hasil uji XRF *ferronickel*

Unsur	Ni	Co
% Wt	22,10	0,94

Hasil uji XRF RKB1, RKB2, RKB3, dan RKB4

Rekristalisasi Bertahap	Kandungan (% wt)		Massa (gram)
	Ni	Co	
RKB1	55,20	0,85	0,78
RKB2	54,90	0,71	0,76
RKB3	45,30	0,63	0,48
RKB4	36,80	0,53	0,34

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{kadar logam dalam produk} \times \text{massa produk}}{\text{kadar logam dalam sampel} \times \text{massa sampel}} \times 100\%$$

Recovery Rekristalisasi Bertahap Satu Kali

- $\text{Recovery Ni (\%)} = \frac{48,4 \times 0,97}{24,5 \times 2} \times 100\% = 95,81\%$
- $\text{Recovery Co (\%)} = \frac{0,95 \times 0,97}{0,94 \times 2} \times 100\% = 49,02\%$

Recovery Rekristalisasi Bertahap Dua Kali

- $\text{Recovery Ni (\%)} = \frac{52,5 \times 0,92}{24,5 \times 2} \times 100\% = 98,57\%$
- $\text{Recovery Co (\%)} = \frac{0,83 \times 0,92}{0,94 \times 2} \times 100\% = 40,62\%$

Recovery Rekristalisasi Bertahap Tiga Kali

- $\text{Recovery Ni (\%)} = \frac{68,4 \times 0,62}{24,5 \times 2} \times 100\% = 86,55\%$
- $\text{Recovery Co (\%)} = \frac{0,81 \times 0,62}{0,94 \times 2} \times 100\% = 26,71\%$

- Komposisi kimia sebelum dan setelah rekristalisasi bertahap hasil Uji XRF

EL - 273											
Suhu : 24,9 C.											
Kelembaban : 65%											
Metode:											
1. Tanpa Standar											
2. Tanpa Filter											
3. Medium Udara											
4. Waktu 60											
5. Energi 30 KV											
Hasil:											
1. Pencucian 4x (Berat : 0,0045 gram).											
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
S	25.43	0%	S	20.8	0%	SO3	36.4	0%	SO3	36.4	0%
K	0.3	0%	K	0.22	0%	K2O	0.2	0%	K2O	0.2	0%
Ca	2.48	0%	Ca	5.47	0%	CaO	5.16	0%	CaO	5.18	0%
Fe	0.96	0%	Fe	2.45	0%	Fe2O3	2.31	0%	Fe2O3	2.3	0%
Co	0.7	0%	Co	0.982	0%	Co3O4	0.85	0%	Co3O4	0.852	0%
Ni	69.97	0%	Ni	69.91	0%	NiO	54.98	0%	NiO	54.99	0%
Sr	0.16	0%	Sr	0.15	0%	SrO	0.11	0%	SrO	0.12	0%
2. Sebelum Pencucian (Berat : 0,5645)											
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	8.87	0%	Al	8.86	0%	Al2O3	9	0%	Al2O3	8.9	0%
P	7.68	0%	P	7.67	0%	P2O5	8.15	0%	P2O5	8.16	0%
S	30.1	0%	S	30.18	0%	SO3	22.8	0%	SO3	23.11	0%
Ca	8.96	0%	Ca	8.97	0%	CaO	9.96	0%	CaO	9.97	0%
Fe	7.95	0%	Fe	7.96	0%	Fe2O3	7.96	0%	Fe2O3	7.93	0%
Co	1.37	0%	Co	1.38	0%	Co3O4	1.22	0%	Co3O4	1.21	0%
Ni	33.61	0%	Ni	33.5	0%	NiO	40.5	0%	NiO	40.3	0%
Sr	0.16	0%	Sr	0.17	0%	SrO	0.12	0%	SrO	0.13	0%
K	1.3	0%	K	1.31	0%	K2O	0.29	0%	K2O	0.29	0%

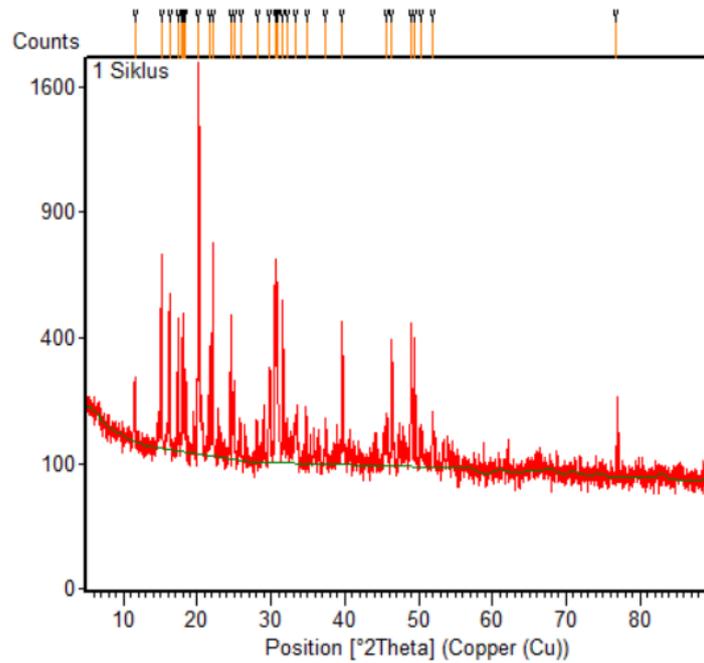
LAPORAN TUGAS AKHIR
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



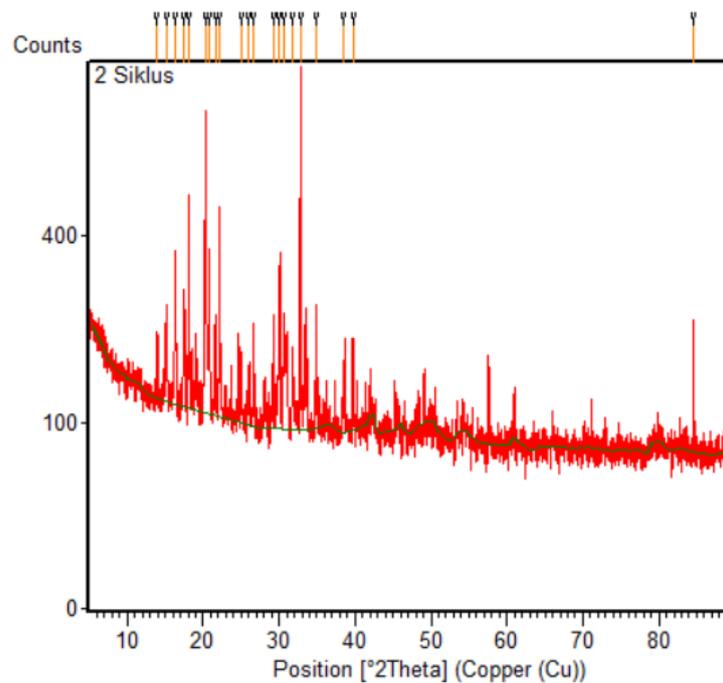
EL - 253											
Suhu : 24.5 C.											
Kelembaban : 63%											
Metode:											
1. Tanpa Standar											
2. Tanpa Filter											
3. Medium Udara											
4. Waktu 60											
5. Energi 30 KV											
Hasil:											
1. Pencucian 4x (Berat : 0.0149 gram).											
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	1.03	0%	Al	0.9	0%	Al2O3	0.9	0%	Al2O3	0.9	0%
P	0.93	0%	P	0.92	0%	P2O5	1.5	0%	P2O5	1.6	0%
S	15.5	0%	S	16.4	0%	SO3	29.7	0%	SO3	30	0%
Ca	2.48	0%	Ca	2.42	0%	CaO	2.41	0%	CaO	2.42	0%
Fe	1.9	0%	Fe	1.24	0%	Fe2O3	1.24	0%	Fe2O3	1.21	0%
Co	0.7	0%	Co	0.903	0%	Co3O4	0.82	0%	Co3O4	0.811	0%
Ni	77.19	0%	Ni	76.9	0%	NiO	63.3	0%	NiO	62.63	0%
Sr	0.19	0%	Sr	0.19	0%	SrO	0.12	0%	SrO	0.13	0%
Y	0.08	0%	Y	0.1	0%	Y2O3	0.07	0%	Y2O3	0.07	0%
2. Pencucian 3x (Berat : 0.0181 gram).											
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	4	0%	Al	4.2	0%	Al2O3	5.7	0%	Al2O3	5.7	0%
P	1.9	0%	P	2.95	0%	P2O5	4.7	0%	P2O5	4.5	0%
S	18.62	0%	S	18.4	0%	SO3	32	0%	SO3	31.4	0%
K	0.84	0%	K	0.76	0%	K2O	0.61	0%	K2O	0.51	0%
Ca	3.3	0%	Ca	3.3	0%	CaO	3	0%	CaO	2.9	0%
Fe	2.13	0%	Fe	1.3	0%	Fe2O3	1.2	0%	Fe2O3	1.17	0%
Co	0.81	0%	Co	0.8	0%	Co3O4	0.72	0%	Co3O4	0.71	0%
Ni	68.4	0%	Ni	68.2	0%	NiO	52.1	0%	NiO	53.1	0%

3. Pencucian 2x (Berat : 0,0048 gram).											
Compound	Conc	Unit	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	12	0%	Al	2	0%	Al2O3	3	0%	Al2O3	2	0%
P	1	0%	P	4.8	0%	P2O5	7.7	0%	P2O5	7.4	0%
S	23.97	0%	S	24	0%	SO3	39.1	0%	SO3	39.4	0%
Ca	4.5	0%	Ca	4.5	0%	CaO	3.9	0%	CaO	3.9	0%
Fe	5.2	0%	Fe	1.1	0%	Fe2O3	0.97	0%	Fe2O3	0.99	0%
Co	0.83	0%	Co	0.81	0%	Co3O4	0.63	0%	Co3O4	0.65	0%
Ni	52.5	0%	Ni	62.9	0%	NiO	44.6	0%	NiO	45.3	0%
4. Pencucian 1x (Berat : 0,0085 gram).											
Compound	Conc	Unit	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	7.82	0%	Al	8	0%	Al2O3	8	0%	Al2O3	7	0%
P	1.1	0%	P	14	0%	P2O5	20	0%	P2O5	20	0%
S	27.78	0%	S	16	0%	SO3	25	0%	SO3	26	0%
Ca	6.85	0%	Ca	10	0%	CaO	9.4	0%	CaO	8.8	0%
Fe	6.2	0%	Fe	1.1	0%	Fe2O3	0.96	0%	Fe2O3	0.97	0%
Co	0.95	0%	Co	0.69	0%	Co3O4	0.53	0%	Co3O4	0.55	0%
Ni	48.4	0%	Ni	49.9	0%	NiO	35.2	0%	NiO	36.8	0%

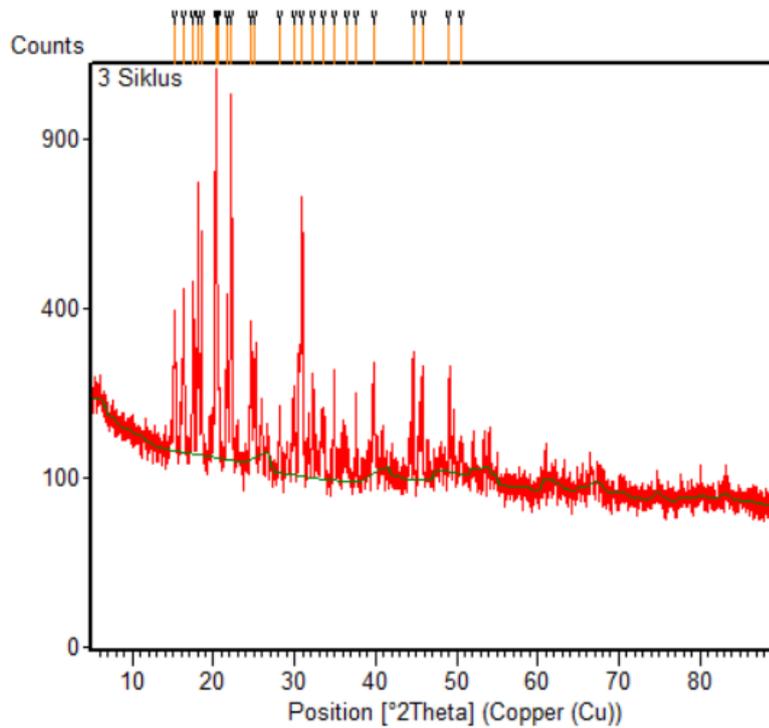
7. Pengujian XRD hasil rekristalisasi bertahap



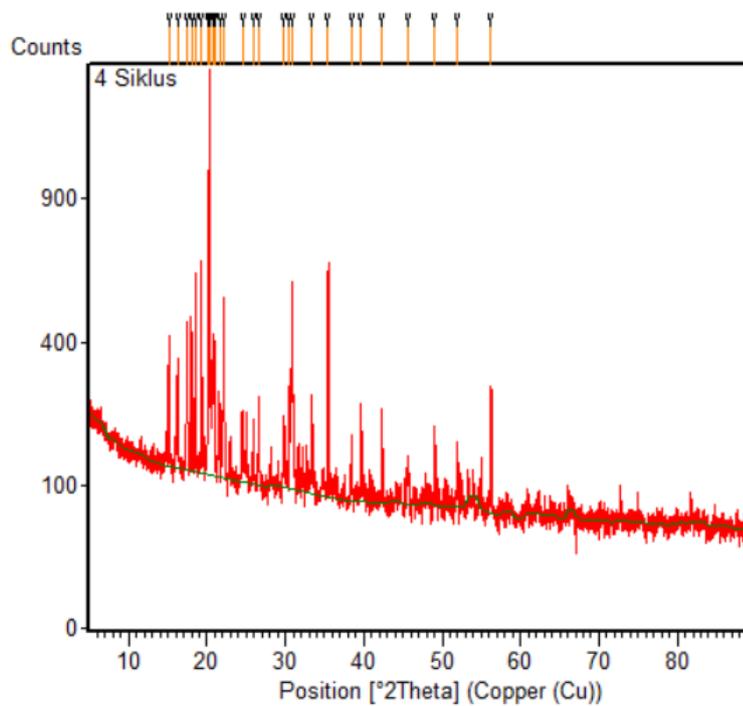
Grafik hasil Uji XRD rekristalisasi bertahap satu kali



Grafik hasil Uji XRD rekristalisasi bertahap dua kali



Grafik hasil Uji XRD rekristalisasi bertahap tiga kali



Grafik hasil Uji XRD rekristalisasi bertahap tiga kali

8. Data ICDD-JCPDS Senyawa Yang Terbentuk Pada Produk Kristal Variasi RKB

- $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Date: 7/6/2022 Time: 11:11:19 AM File: 4 Siklus User: Lenovc

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: $\text{H}_{12}\text{NiO}_{10}\text{S}$
Chemical formula: $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

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: 1/1/1970
Modification Date: 1/1/1970
Color: Green
Sample Preparation: Sample prepared by slow evaporation from a solution of nickel sulfate in an aqueous solution of H_3PO_4
Temperature of Data Collection: Pattern taken at 25 C
Additional Patterns: To replace 18-891 and 26-1288
Optical Data: $A=1.472$, $Q=1.502$, $\text{Sign}=-$.

References

Date: 7/6/2022 Time: 11:11:19 AM

File: 4 Siklus

User: Lenovc

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
53	-5	3	1	2.13500	42.298	1.0

LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



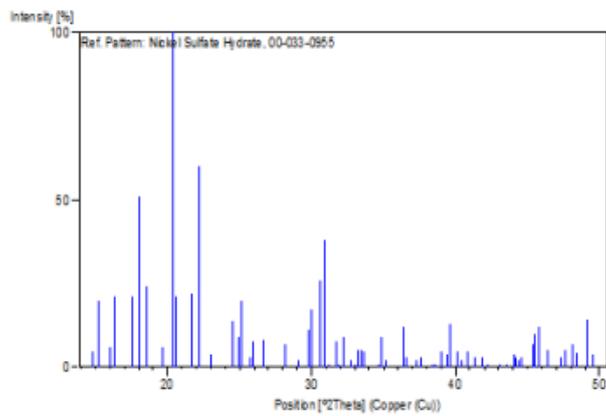
Date: 7/6/2022 Time: 11:11:19 AM

File: 4 Siklus

User: Lenovc

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



• **NiSO₄·4H₂O**

Date: 7/6/2022 Time: 11:20:43 AM

File: 4 Siklus

User: Lenovc

Name and formula

Reference code: 00-018-0892
 Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
 PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate
 Empirical formula: H₃NiO₃S
 Chemical formula: NiSO₄ ·4H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Unknown

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B)

Comments

Creation Date: 1/1/1970
 Modification Date: 1/1/1970
 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., Zaska, P., Mineral. Inst., Freie Univ. Berlin, Germany., *Private Communication*, (1965)

Peak list

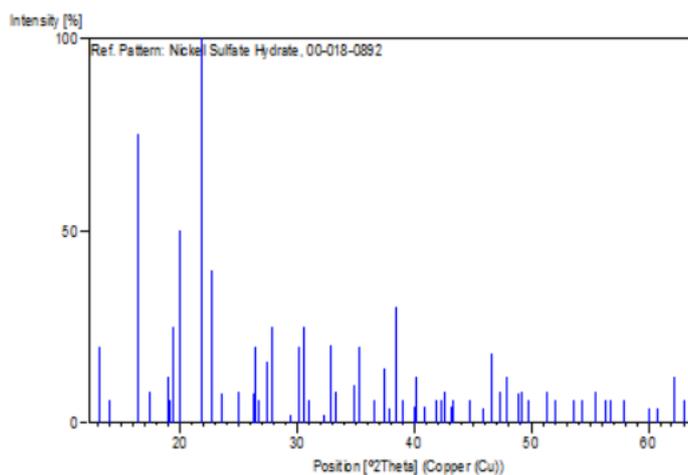
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				6.74000	13.125	20.0
2				6.35000	13.935	6.0
3				5.42000	16.341	75.0
4				5.10000	17.374	8.0
5				4.69000	18.907	12.0
6				4.64000	19.112	6.0
7				4.56000	19.451	25.0
8				4.43000	20.027	50.0
9				4.08000	21.765	100.0
10				3.92000	22.665	40.0
11				3.78000	23.517	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

LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI

Date: 7/6/2022 Time: 11:20:43 AM File: 4 Siklus User: Lenovc

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



• **CaSO₄·2H₂O**

Date: 7/6/2022 Time: 11:33:14 AM

File: 1 Siklus

User: Lenovc

Name and formula

Reference code: 00-001-0385
 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: C2/c
 Space group number: 15

a (Å): 5.6700
 b (Å): 15.1500
 c (Å): 6.5100
 Alpha (°): 90.0000
 Beta (°): 118.3800
 Gamma (°): 90.0000

Measured density (g/cm³): 2.32
 Volume of cell (10⁶ pm³): 492.00
 Z: 4.00

RIR: -

Status, subfiles and quality

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

Comments

Color: Colorless
 Creation Date: 1/1/1970
 Modification Date: 1/1/1970
 Deleted Or Rejected By: Delete: letter of April 1, 1956 from Post (see 6-46 and 21-816). Color: Colorless. Optical Data: A=1.521, B=1.523, Q=1.530, Sign=+, 2V=58°.

References

Primary reference: Hanawalt. et al., *Anal. Chem.*, **10**, 475, (1938)
 Unit cell: *Archs. Sci. Geneve*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	2	0	7.70000	11.483	50.0
2				4.29000	20.688	100.0

1 Of 2

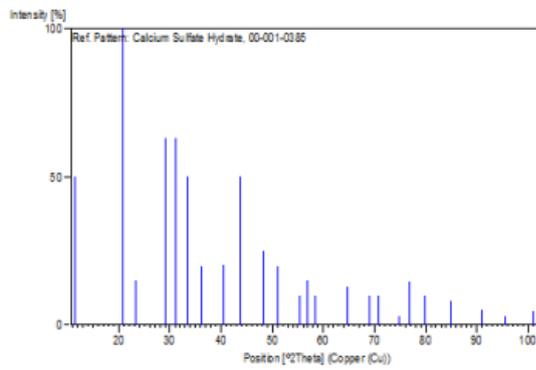
LAPORAN TUGAS AKHIR
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



Date: 7/6/2022 Time: 11:33:14 AM File: 1 Siklus User: Lenovc

3	0	4	0	3.81000	23.329	15.0
4	1	1	1	3.06000	29.160	63.0
5	0	0	2	2.87000	31.138	63.0
6	0	2	2	2.68000	33.408	50.0
7	2	0	0	2.48000	36.191	20.0
8	-1	5	2	2.22000	40.606	20.0
9	1	1	2	2.07000	43.694	50.0
10	-2	6	1	1.88000	48.376	25.0
11	0	8	1	1.79000	50.978	20.0
12	3	1	0	1.66000	55.296	10.0
13	-2	0	4	1.62000	56.783	15.0
14	0	8	2	1.58000	58.357	10.0
15	2	4	2	1.44000	64.678	13.0
16	-2	6	4	1.36000	68.999	10.0
17	-1	11	1	1.33000	70.785	10.0
18	-1	11	2	1.27000	74.679	3.0
19	2	2	3	1.24000	76.809	15.0
20	2	8	2	1.20000	79.870	10.0
21	1	5	4	1.14000	85.017	8.0
22	-2	0	6	1.08000	90.998	5.0
23	0	10	4	1.04000	95.578	3.0
24	-2	14	2	0.99800	101.039	5.0

Stick Pattern



• **CoSO₄·6H₂O**

Date: 7/6/2022 Time: 11:39:57 AM

File: 1 Siklus

User: Lenovc

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 (1)

Comments

Color: Pink
 Creation Date: 1/1/1970
 Modification Date: 1/1/1970
 Sample Source or Locality: Specimen from Walton, Nova Scotia, Canada
 Optical Data: A=1.470, Q=1.496, Sign=-, 2V=20(10)^o
 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)

LAPORAN TUGAS AKHIR
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



Date: 7/6/2022 Time: 11:39:57 AM

File: 1 Siklus

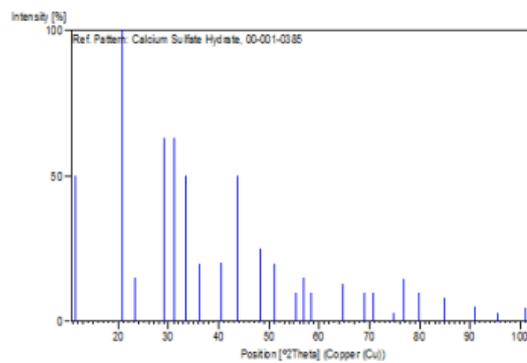
User: Lenovc

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: 7/6/2022 Time: 11:33:14 AM				File: 1 Siklus		User: Lenovc
3	0	4	0	3.81000	23.329	15.0
4	1	1	1	3.06000	29.160	63.0
5	0	0	2	2.87000	31.138	63.0
6	0	2	2	2.68000	33.408	50.0
7	2	0	0	2.48000	36.191	20.0
8	-1	5	2	2.22000	40.606	20.0
9	1	1	2	2.07000	43.694	50.0
10	-2	6	1	1.88000	48.376	25.0
11	0	8	1	1.79000	50.978	20.0
12	3	1	0	1.66000	55.296	10.0
13	-2	0	4	1.62000	56.783	15.0
14	0	8	2	1.58000	58.357	10.0
15	2	4	2	1.44000	64.678	13.0
16	-2	6	4	1.36000	68.999	10.0
17	-1	11	1	1.33000	70.785	10.0
18	-1	11	2	1.27000	74.679	3.0
19	2	2	3	1.24000	76.809	15.0
20	2	8	2	1.20000	79.870	10.0
21	1	5	4	1.14000	85.017	8.0
22	-2	0	6	1.08000	90.998	5.0
23	0	10	4	1.04000	95.578	3.0
24	-2	14	2	0.99800	101.039	5.0

Stick Pattern



• FeSO₄

Date: 7/6/2022 Time: 11:47:34 AM

File: 1 Siklus

User: Lenovc

Name and formula

Reference code: 00-017-0873
Compound name: Iron Sulfate
PDF index name: Iron Sulfate
Empirical formula: FeO₄S
Chemical formula: FeSO₄

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic
a (Å): 5.2600
b (Å): 8.0120
c (Å): 6.4520
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000
Volume of cell (10⁶ pm³): 271.91
Z: 4.00
RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Corrosion
Forensic
Inorganic
Quality: Blank (B)

Comments

Creation Date: 1/1/1970
Modification Date: 1/1/1970
Anhydrous Iron Sulfate. Additional Patterns: To replace 1-703, 12-68.

References

Primary reference: Pistorius., *Indian J. Phys.*, **33**, 363, (1959)

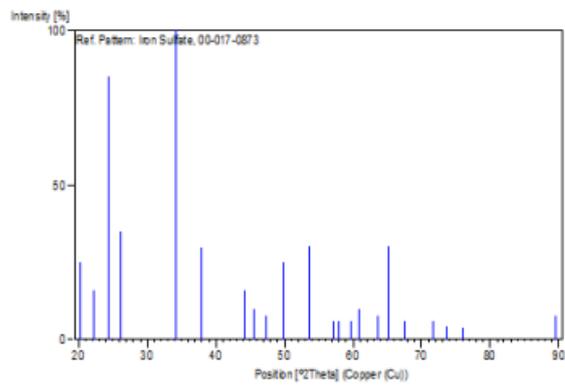
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	0	4.37000	20.305	25.0
2	0	2	0	3.98000	22.319	16.0
3	1	1	1	3.65000	24.367	85.0
4	0	2	1	3.41000	26.111	35.0
5	2	0	0	2.61800	34.223	100.0
6	1	3	0	2.37100	37.917	30.0
7	0	3	2	2.05100	44.119	16.0
8	1	0	3	1.99300	45.474	10.0

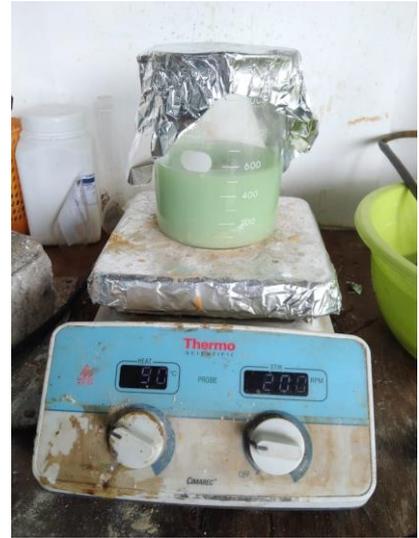
1 Of 2

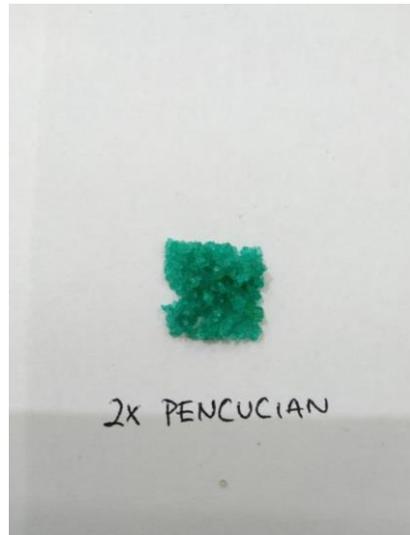
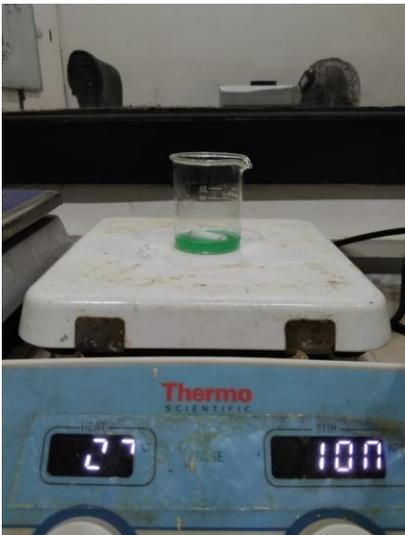
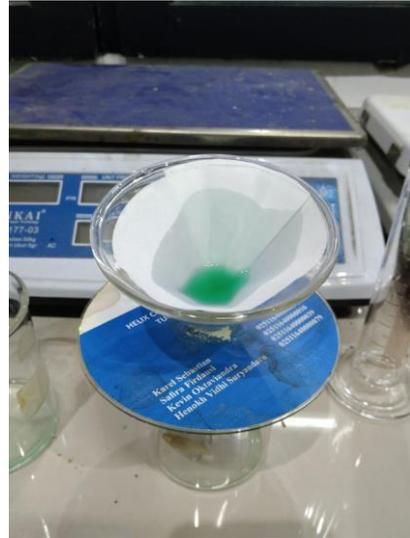
Date: 7/6/2022 Time: 11:47:34 AM				File: 1 Siklus		User: Lenovc
9	1	3	2	1.91900	47.332	8.0
10	2	2	2	1.82500	49.932	25.0
11	0	4	2	1.70600	53.683	30.0
12	3	2	0	1.60900	57.207	6.0
13	2	4	0	1.58900	57.995	6.0
14	2	4	1	1.54600	59.769	6.0
15	1	1	4	1.52000	60.899	10.0
16	3	3	0	1.46200	63.590	8.0
17	3	3	1	1.43100	65.135	30.0
18	1	5	2	1.38500	67.583	6.0
19	4	0	0	1.31400	71.779	6.0
20	0	5	3	1.28400	73.729	4.0
21	4	2	0	1.25100	76.012	4.0
22				1.09400	89.516	8.0

Stick Pattern



8. Dokumentasi





UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam pengerjaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir “Analisis Pengaruh Jumlah Rekristalisasi Bertahap Pada Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Hasil Presipitasi Larutan *Leaching Ferronickel* Menggunakan Aditif CaCO_3 ”, penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan ini tidak akan dapat terselesaikan dengan maksimal. Oleh karena itu, ucapan terima kasih penulis ucapkan kepada pihak-pihak yang telah mendukung dan membantu, antara lain:

1. Mamah, Papah, Teh Mpi, dan Ayu Icha yang selalu mendukung selama proses perkuliahan.
2. Bapak Sungging Pintowantoro, Bapak Fakhreza Abdul, dan Ibu Dian Mughni Fellicia selaku dosen pembimbing yang senantiasa membantu dari awal hingga akhir pengerjaan Tugas Akhir.
3. Teman - teman MT20 selaku angkatan penulis yang senantiasa mengisi hari-hari selama perkuliahan.
4. Rachmat, Zafi, dan seluruh teman - teman Laboratorium Ekstraksi yang selalu membantu dalam proses pengerjaan Tugas Akhir.

Akhir kata, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung sepenuh hati sekaligus memohon maaf apabila ada pihak-pihak yang belum dituliskan dalam halaman ucapan terima kasih ini. Semoga kebaikan dan ketulusan yang telah kalian berikan dibalas oleh Allah SWT. Semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan untuk pengembangan penelitian lebih lanjut.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Fadhlán Warithdín Muhammad lahir di Serang pada tanggal 8 Juli 2000. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan Sekolah Dasar di SDN 2 Banjarsari, pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMPN 1 Serang, dan Pendidikan Menengah Atas di SMAN 1 Serang. Selanjutnya, penulis melanjutkan pendidikan di Departemen Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember pada tahun 2018. Selama menjadi mahasiswa, penulis mengikuti beberapa organisasi dan kepanitiaan, di antaranya bergabung di BEM ITS periode 2020/2021 sebagai Staf Kementerian Kebijakan Publik dan lanjut pada periode 2021/2022 sebagai Direktorat Jenderal Isu Aktual, serta mengikuti organisasi di Senat Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi sebagai Koordinator pada periode 2020/2021. Penulis menyelesaikan masa studi sarjana dengan mengambil bidang Pengolahan Mineral dan Material dengan topik hidrometalurgi *ferronickel* untuk sintesis *nickel (II) sulfate hexahydrate* ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) sebagai bahan baku katoda baterai *nickel manganese cobalt* (NMC). Penulis dapat dihubungi melalui nomor 087888077872 dan alamat e-mail fadhlanwm77@gmail.com.