

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN
KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DARI LARUTAN *LEACHING*
FERRONICKEL MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3
TERHADAP HASIL KRISTALISASI**

FAZAFI IZZUL MA'RUF
NRP. 02511840007001

Dosen Pembimbing
Fahreza Abdul, S.T., M.T.
NIP. 199102172015041002
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 VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN
KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DARI LARUTAN *LEACHING*
FERRONICKEL MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3
TERHADAP HASIL KRISTALISASI**

FAZAFI IZZUL MA'RUF
NRP. 02511840007001

Dosen Pembimbing
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.
NIP. 199102172015041002
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 THE EFFECT OF VARIATIONS OF WASHING
TEMPERATURE OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM
FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3
ADDITIVES ON CRYSTALLIZATION RESULTS**

FAZAFI IZZUL MA'RUF
NRP. 02511840007001

Advisor
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.
NIP 199102172015041002
Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc.
NIP. 198405152014042003

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

(This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN KRISTAL NiSO₄.6H₂O DARI LARUTAN LEACHING FERRONICKEL MENGGUNAKAN ADITIF CaCO₃ TERHADAP HASIL KRISTALISASI

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 : **FAZAFI IZZUL MA'RUF**
NRP. 02511840007001

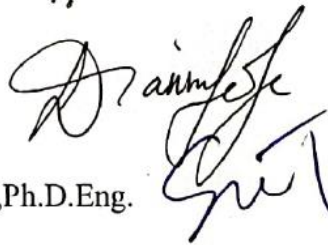
Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

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



Pembimbing

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



Ko-Pembimbing

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



Penguji

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



Penguji



SURABAYA

Juli, 2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET





ANALYSIS THE EFFECT OF VARIATIONS OF WASHING TEMPERATURE OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES ON CRYSTALLIZATION RESULTS

FINAL PROJECT

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

By : **FAZAFI IZZUL MA'RUF**
NRP. 02511840007001

Approved by Final Project Examiner Team :

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



SURABAYA
July, 2022

(This page is intentionally blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP : Fazafi Izzu Ma'ruf
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing/NIP : Fakhreza Abdul, S.T.,M.T. /199102172015041002

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3 TERHADAP HASIL KRISTALISASI” 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



(Fakhreza Abdul, S.T.,M.T.)
NIP. 199102172015041002

Mahasiswa



(Fazafi Izzul Ma'ruf)
NRP. 02511840007001

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : Fazafi Izzu Ma'ruf
Departement : Teknik Material dan Metralurgi
Advisor/NIP : Fakhreza Abdul, S.T.,M.T. /199102172015041002

Hereby declare that the Final Project with the title of "ANALYSIS THE EFFECT OF VARIATIONS OF WASHING TEMPERATURE OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES ON CRYSTALLIZATION RESULTS" 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, 8th July 2022

Acknowledged
Advisor



(Fakhreza Abdul, S.T.,M.T.)
NIP. 199102172015041002

Student



(Fazafi Izzul Ma'ruf)
NRP. 02511840007001

(This page is intentionally blank)

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN KRISTAL
NiSO₄.6H₂O DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN
ADITIF CaCO₃ TERHADAP HASIL KRISTALISASI**

Nama Mahasiswa / NRP : Fazafi Izzul Ma'ruf / 02511840007001
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS
Pembimbing : Fakhreza Abdul, S.T.,M.T.
Ko-Pembimbing : Dian Mughni Fellicia,S.T.,M.Sc.

Abstrak

Baterai Li-ion telah diteliti secara luas selama beberapa tahun terakhir. Umumnya kendaraan listrik menggunakan jenis baterai li-ion Nickel Manganese Cobalt (NMC). Untuk memproduksi baterai NMC, dibutuhkan material kristal nickel (II) sulphate hexahydrate (NiSO₄.6H₂O) sebagai material penyusun katoda baterai NMC. Kristal NiSO₄.6H₂O dapat diproduksi melalui proses hydrometallurgy dari material nickel pig iron, ferronickel, dan nickel matte. Pada penelitian ini, kristal NiSO₄.6H₂O diproduksi melalui proses hydrometallurgy dengan material ferronickel. Pengotor yang umum ditemukan pada produk akhir kristal NiSO₄.6H₂O ialah pengotor Fe dan Ca. Penelitian ini bertujuan untuk menghilangkan semaksimal mungkin pengotor Fe dan Ca untuk mendapatkan produk kristal dengan kemurnian yang tinggi. Proses pencucian kristal NiSO₄.6H₂O dilakukan dengan memvariasikan temperatur larutan pencuci yakni Aq.RT, Aq.50°C, Aq.75°C, dan Aq.100°C. Serbuk Ferronickel diproses melalui proses leaching dibawah tekanan atmosfer menggunakan 120 mL H₂SO₄ 2M pada temperatur 90°C selama 6 jam, dilanjutkan dengan proses neutralization menggunakan aditif CaCO₃ hingga pH 3,01. Selanjutnya, dilakukan proses pemanasan pada temperatur 90°C selama 24 jam. Setelah itu, dilakukan proses evaporative crystallization pada temperatur 60°C. Produk kristal hasil kristalisasi kemudian dicuci menggunakan akuades dan dikristalisasi kembali pada temperatur 60°C untuk mendapat produk akhir berupa kristal NiSO₄.6H₂O. Variasi temperatur pencucian Aq.100°C menghasilkan produk kristal dengan kadar Ni sebesar 24,36 wt% dengan kadar pengotor Ca dan Fe berturut-turut sebesar 1,01 wt% dan 0,25 wt%. Recovery Ni yang dihasilkan pada variasi Aq.100°C paling tinggi yakni sebesar 99,51%.

Kata Kunci: *ferronickel, leaching, neutralization, NiSO₄.6H₂O, NMC battery, washing*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS THE EFFECT OF VARIATIONS OF WASHING TEMPERATURE OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ CRYSTALS FROM FERRONICKEL LEACHING SOLUTIONS USING CaCO_3 ADDITIVES ON CRYSTALLIZATION RESULTS

Student Name / NRP : Fazafi Izzul Ma'ruf / 02511840007001
Departement : Materials and Metallurgical Engineering INDSYS ITS
Advisor : Fakhreza Abdul, S.T.,M.T.
Co-Advisor : Dian Mughni Fellicia,S.T.M.Sc.

Abstract

Li-ion batteries have been extensively researched over the past few years. Generally, electric vehicles use li-ion Nickel Manganese Cobalt (NMC) batteries. To produce NMC batteries, nickel (II) sulfate hexahydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) crystal material is needed as the material for the NMC battery cathodes. $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystals can be produced through the hydrometallurgy process from nickel pig iron, ferronickel, and nickel matte materials. In this study, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystals were produced through the hydrometallurgy process with ferronickel material. The impurities commonly found in the final product of $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystals are Fe and Ca impurities. This study aims to remove as many as possible Fe and Ca impurities to obtain crystal products with high purity. The $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystal washing process was carried out by varying the temperature of the washing solution, namely Aq.RT, Aq.50°C, Aq.75°C, and Aq.100°C. Ferronickel powder was leached under atmospheric pressure using 120 mL of 2M H_2SO_4 at a temperature of 90°C for 6 hours, followed by a neutralization process using CaCO_3 additives to pH 3.01. Furthermore, the heating process is carried out at a temperature of 90°C for 24 hours. After that, the evaporative crystallization process was carried out at a temperature of 60°C. The crystallized product was then washed using distilled water and re-crystallized at a temperature of 60°C to get the final product in the form of $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystals. The variation of washing temperature Aq.100°C resulted in a crystalline product with a Ni content of 24.36 wt% with impurity content of Ca and Fe of 1.01 wt% and 0.25 wt%, respectively. The Ni recovery produced at the highest variation of Aq.100°C is 99.51%.

Keywords: *ferronickel, leaching, neutralization, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NMC battery, washing*

(This page is intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran rahmat dan karunias Allah SWT sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian tugas akhir yang berjudul **“ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3 TERHADAP HASIL KRISTALISASI”** untuk memenuhi Mata Kuliah Tugas Akhir yang menjadi salah satu syarat kelulusan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Selama proses penelitian, penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu dan memberi dukungan kepada penulis, diantaranya adalah :

1. Keluarga saya yang selalu memberi support baik secara moril maupun materi
2. Bapak Fakhreza Abdul, S.T., M.T. dan Ibu Dian Mughni Fellicia, S.T., M.Sc. selaku pembimbing tugas akhir atas bimbingannya selama pelaksanaan dan penyusunan laporan tugas akhir.
3. Ibu Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si. selaku dosen wali penulis yang selalu memberikan arahan selama masa perkuliahan
4. Tim tugas akhir laboratorium ekstraksi yang selalu mendukung penulis selama pelaksanaan tugas akhir.

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

Surabaya, 8 Juli 2022
Penulis

Fazafi Izzul Ma'ruf

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
TITLE PAGE.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
APPROVAL SHEET.....	vii
PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ix
STATEMENT OF ORIGINALITY.....	xi
ABSTRAK.....	xiii
ABSTRACT.....	xv
KATA PENGANTAR.....	xvii
DAFTAR ISI.....	xix
DAFTAR GAMBAR.....	xxi
DAFTAR TABEL.....	xxiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	1
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Nikel.....	3
2.2 Nikel Laterit.....	4
2.3 <i>Ferronickel</i>	5
2.4 Hidrometalurgi.....	6
2.5 <i>Leaching</i>	8
2.6 <i>Precipitation</i>	9
2.7 <i>Crystallization</i>	10
2.8 <i>Nickel (II) Sulphate Hexahydrate</i> (NiSO ₄ .6H ₂ O).....	10
2.8 Baterai <i>Lithium Nickel Manganese Cobalt</i> (NMC).....	12
2.9 Pengaruh Variasi Temperatur pada Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi.....	13
2.10 Penelitian Sebelumnya.....	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	19
3.1 Diagram Alir.....	19
3.2 Metode Penelitian.....	20
3.2.1 Preparasi Sampel <i>Ferronickel</i>	20
3.2.2 Proses <i>Leaching</i>	21
3.2.3 Proses Presipitasi.....	21
3.2.4 Proses Pemanasan.....	21
3.2.5 Proses Kristalisasi.....	21
3.2.6 Proses Pencucian.....	21
3.3 Alat dan Bahan Penelitian.....	22
3.3.1 Alat Penelitian.....	22
3.3.2 Bahan Penelitian.....	22
3.4 Pengujian.....	22
3.4.1 Pengujian <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	23
3.4.2 Pengujian <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD).....	23

3.5	Perhitungan	23
3.6	Rancangan Penelitian	23
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1	Karakterisasi Bahan Penelitian	27
4.1.1	Karakterisasi Sampel <i>Ferronickel</i>	27
4.1.2	Karakterisasi Sampel Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O sebelum Pencucian	27
4.1.3	Karakterisasi Sampel Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O setelah Pencucian.....	28
4.2	Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap Senyawa dari Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O yang terbentuk	28
4.3	Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap Komposisi Kimia dari Produk Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O.....	31
4.4	Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap <i>Recovery</i> dari Produk Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O	36
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1	Kesimpulan	39
5.2	Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	45
UCAPAN TERIMA KASIH	71
BIODATA PENULIS	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Alur proses ekstraksi nikel dan <i>ferronickel</i> dari bijih laterit dan sulfida	4
Gambar 2. 2	Komposisi dan lapisan nikel laterit	5
Gambar 2. 3	Ferronickel	6
Gambar 2. 4	Skema proses hidrometalurgi	7
Gambar 2. 5	Pengaruh pH terhadap logam yang diendapkan	10
Gambar 2. 6	α -NiSO ₄ .6H ₂ O single crystals	11
Gambar 2. 7	Grafik konsentrasi nikel sulfat pada tiap temperatur	12
Gambar 2. 8	Kurva kelarutan <i>calcium sulfate hydrates</i> dalam air dengan variasi temperatur	14
Gambar 2. 9	Kurva kelarutan <i>nickel sulfate hydrates</i> dalam air dengan variasi temperatur ..	15
Gambar 2. 10	Recovery Ni dengan variasi kecepatan pengadukan	16
Gambar 3. 1	Diagram Alir	20
Gambar 3. 2	Skema peralatan proses leaching	23
Gambar 3. 3	Skema peralatan proses netralisasi	24
Gambar 3. 4	Skema proses kristalisasi	24
Gambar 3. 5	Skema Proses Pencucian	24
Gambar 4. 1	Grafik hasil pengujian XRD kristal NiSO ₄ .6H ₂ O	29
Gambar 4. 2	(a) Serbuk pengotor CaSO ₄ hasil dari variasi pencucian Aq.RT (b) serbuk pengotor CaSO ₄ hasil dari variasi pencucian Aq.50°C (c) serbuk pengotor CaSO ₄ hasil dari variasi pencucian Aq.75°C (d) serbuk pengotor CaSO ₄ hasil dari variasi pencucian Aq.100°C	32
Gambar 4. 3	(a) Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O dengan variasi pencucian Aq.RT (b) kristal NiSO ₄ .6H ₂ O dengan variasi pencucian Aq.50°C (c) kristal NiSO ₄ .6H ₂ O dengan variasi pencucian Aq.75°C (d) kristal NiSO ₄ .6H ₂ O dengan variasi pencucian Aq.100°C	33
Gambar 4. 4	Grafik tren komposisi unsur Ni dan Ca dari 4 variasi temperatur pencucian	33
Gambar 4. 5	Kertas saring hasil proses <i>filtering</i> dari larutan nikel sulfat setelah proses pencucian pada temperatur (a) temperatur ruang (b) 50°C (c) 75°C (d) 100°C	35
Gambar 4. 6	Grafik tren komposisi unsur Fe dan Co dari 4 variasi temperatur pencucian	35
Gambar 4. 7	Grafik tren <i>recovery</i> Ni dan Co dari variasi temperatur pencucian	36

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 <i>Physical properties</i> dari nikel	3
Tabel 2. 2 Proses pengolahan bijih nikel laterit melalui proses hidrometalurgi.....	8
Tabel 2. 3 Komposisi kimia NiSO ₄ .6H ₂ O	11
Tabel 2. 4 Perbandingan performa dari kelima jenis baterai Li-ion.	13
Tabel 3. 1 Rancangan Penelitian.....	25
Tabel 3. 2 Jadwal penelitian.....	25
Tabel 4. 1 Hasil pengujian SEM-EDX sampel <i>ferronickel</i>	27
Tabel 4. 2 Hasil pengujian SEM-EDX kristal NiSO ₄ .6H ₂ O sebelum pencucian	27
Tabel 4. 3 Hasil pengujian SEM-EDX kristal NiSO ₄ .6H ₂ O setelah pencucian.....	28
Tabel 4. 4 ICDD <i>number</i> senyawa uji XRD	29
Tabel 4.5 Posisi 2 θ fasa NiSO ₄ .6H ₂ O pada 4 variasi pencucian.....	30

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini permasalahan global terkait perubahan iklim, berkurangnya sumber daya alam, dan meningkatnya emisi karbon mengharuskan umat manusia menciptakan sebuah teknologi *green energy* seperti halnya kendaraan listrik. Kendaraan listrik menggunakan teknologi baterai sebagai sumber energinya. Baterai yang mempunyai sifat paling unggul untuk pengaplikasian pada *Electric Vehicle* (EV) adalah baterai *Nickel Manganese Cobalt* (NMC). Berdasarkan komposisinya, baterai NMC yang telah dikembangkan sejauh ini terdapat 5 jenis, yaitu NMC111, NMC442, NMC532, NMC622, dan NMC811 (Ma et al., 2016). Baterai NMC menggunakan material *nickel*, *manganese*, dan *cobalt* sebagai material penyusun katodanya dengan nikel sebagai unsur utama. Produksi baterai NMC membutuhkan nikel dengan kadar tinggi yang dihasilkan melalui pengolahan nikel laterit dalam bentuk senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Tahapan proses pengolahan nikel laterit dimulai dengan proses pirometalurgi yaitu dengan *smelting ore* nikel laterit untuk memperoleh *ferronickel* menggunakan *mini blast furnace*. Lalu dilanjutkan dengan proses pemisahan logam nikel (Ni) dengan logam-logam pengotor lainnya melalui proses hidrometalurgi. Proses *leaching ferronickel* dilakukan melalui metode *Atmospheric Pressure Acid Leaching* (APAL). Proses APAL menggunakan tekanan atmosfer dan temperatur yang lebih rendah sehingga kebutuhan energi dan biaya operasionalnya menurun. Selanjutnya, proses presipitasi dilakukan untuk menghilangkan pengotor yang tersisa dalam filtrat *leaching*. Untuk memperoleh kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, proses kristalisasi dilakukan pada larutan hasil dari proses presipitasi.

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan di Laboratorium Pengolahan Mineral dan Material ITS, didapatkan bahwa variabel optimal untuk mendapatkan presentase ekstraksi terbaik pada proses *leaching* nikel laterit adalah dengan menggunakan kecepatan pengadukan 200 rpm, temperatur $\pm 90^\circ\text{C}$, ukuran partikel homogen 50 μm , dan menggunakan larutan asam sulfida (H_2SO_4) serta asam peroksida (H_2O_2) sebagai oksidator kuat. Kemudian dilakukan proses presipitasi dengan menggunakan aditif CaCO_3 hingga pH 3,01. Lalu selanjutnya dilakukan *post treatment* dengan memanaskan larutan hasil presipitasi dengan temperatur 90°C selama 24 jam. Kemudian, larutan dikristalisasi dan dicuci untuk menghilangkan senyawa pengotor CaSO_4 . Namun, dengan variabel terukur yang sudah diterapkan, masih terdapat garam CaSO_4 yang merupakan senyawa pengotor sebesar 2,04% (Ramadhan et al., 2022) sedangkan syarat maksimal komposisi Ca yang terkandung di dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ harus kurang dari 0,001% Ca (Zeng & Wang, 2011). Penelitian yang sama yang dilakukan oleh Chen et al pada tahun 2021, dimana pada penelitiannya Chen berupaya untuk meminimalkan kandungan garam CaSO_4 yang terkandung pada produk kristal yang dihasilkan (Chen et al., 2021). Garam CaSO_4 yang terkandung dalam $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ akan mengontaminasi produk akhir. Akibatnya, kemurnian dari produk akhir yaitu kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menurun (Pelser et al., 2003).

Berdasarkan hasil tersebut, dirasa perlu adanya penelitian lanjutan untuk meningkatkan kadar nikel pada produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sekaligus menghilangkan senyawa pengotor CaSO_4 yang didapatkan, salah satunya dengan cara memvariasikan vemperatur pencucian dengan tujuan untuk menghilangkan senyawa CaSO_4 yang terkandung di dalam produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

1.2 Perumusan Masalah

Rumusa masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur pencucian terhadap senyawa kimia dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur pencucian terhadap komposisi kimia dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.

3. Bagaimana pengaruh variasi temperatur pencucian terhadap *recovery* dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 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.

1.4 Tujuan Penelitian

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

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

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk memberikan informasi empiris mengenai pengaruh variasi temperatur pada proses pencucian terhadap hasil kristalisasi larutan *leaching ferronickel* menggunakan aditif CaCO_3 terhadap *recovery*, komposisi kimia, dan senyawa dari kristal yang terbentuk. Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ digunakan sebagai bahan baku pembuatan katoda baterai NMC untuk pengaplikasian *Electric Vehicle* (EV).

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

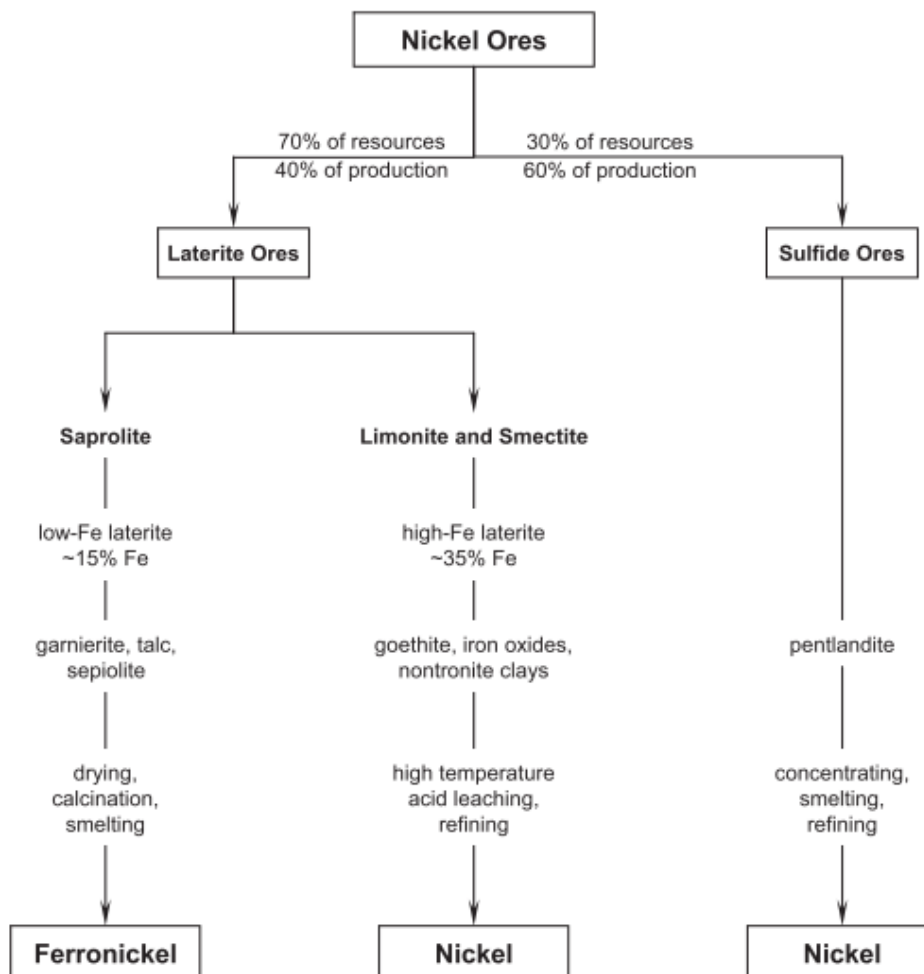
2.1 Nikel

Unsur nikel adalah anggota golongan transisi pada deret keempat tabel periodik, yang meliputi besi, nikel, dan kobalt. Dalam tabel periodik nikel termasuk ke dalam periode ke-4 dan golongan ke-10, disimbolkan dengan simbol Ni dengan nomor atom 28 dan berat atom 58,7. Nikel memiliki sifat yang ringan, kuat, anti karat, bersifat keras, mudah ditempa, sedikit ferromagnetis, dan merupakan konduktor yang agak baik terhadap panas dan listrik. Titik leleh sebesar 1454°C (Bobzin et al., 2019). Adapun sifat-sifat mekanik dari nikel secara lengkap ditampilkan pada Tabel 2.1 dibawah.

Tabel 2. 1 *Physical properties* dari nikel (Bobzin et al., 2019).

Sifat Fisik	Nikel kadar tinggi (99,97%)	Nikel komersil (99,5%)
Titik leleh	1454 °C	1435 °C - 1446 °C
Konduktivitas Termal	69.2 W/m K	-
<i>Specific Heat</i>	735 J/kg K	734 J/kg K
Densitas	7,850 kg/m ³	7,849 kg/m ³
<i>Poissons 's ratio</i>	-	0,26

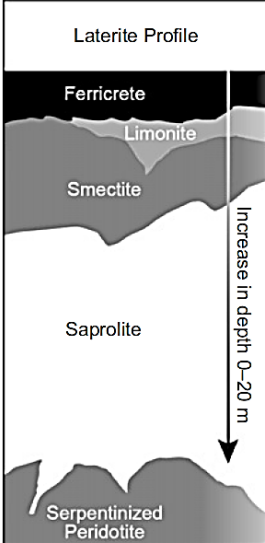
Terdapat 2 jenis biji nikel yang umum diolah yaitu nikel sulfida dan nikel laterit. Hampir 60% dari total produksi pengolahan nikel dunia bersumber dari bijih nikel sulfida. Hal ini dikarenakan kadar nikel dalam bijih nikel sulfida lebih tinggi dari pada bijih nikel laterit. Namun, ketersediaan bijih nikel sulfida di bumi hanya 30% dan 70% sisanya merupakan bijih nikel laterit. Bijih nikel laterit banyak digunakan untuk memproduksi *ferronickel* yang digunakan langsung dalam pembuatan baja. Sedangkan bijih nikel sulfida dimurnikan untuk menghasilkan nikel dengan kadar tinggi (ALTANSUKH et al., 2014). Alur proses ekstraksi nikel dan *ferronickel* dari bijih laterit dan sulfida bisa dilihat pada Gambar 2.1 dibawah.



Gambar 2. 1 Alur proses ekstraksi nikel dan *ferronickel* dari bijih laterit dan sulfida (Crundwell et al., 2011).

2.2 Nikel Laterit

Nikel laterit umumnya ditemukan sebagian besar di daerah tropis yaitu Indonesia, Filipina dan Kuba. Bijih laterit biasa ditemukan di permukaan dan ditambang dengan metode *surface mining*. Bijih nikel laterit terdiri atas campuran heterogen antara besi oksida dengan magnesium silika yang berasal dari pelapukan batuan *peridotite* yang terdiri atas *olivine* $[(Mg,Fe)_2SiO_4]$ dan dengan sejumlah kecil *pyroxene* $[(Mg,Fe)_2Si_2O_6]$. Nikel laterit dibedakan menjadi 3 jenis berdasarkan komposisi dan posisinya di dalam tanah yaitu *limonite*, *smectite*, dan *saprolite*. Lapisan yang berada pada daerah yang paling dekat dengan permukaan adalah *limonite*, dibawah *limonite* terdapat *smectite*, dan lapisan yang paling bawah ditempati oleh *saprolite*. Perbedaan komposisi dan posisi dari ketiga jenis bijih laterit dapat dilihat pada Gambar 2.2 dibawah (Crundwell et al., 2011).



Laterite Profile	Common Name	Minerals	Approximate analysis (%)			
			Fe	MgO	Ni	Co
Ferricrete	Ferricrete	Goethite	>50	<0.5	<0.8	<0.1
Limonite	Limonite	Hydrated FeO(OH)	40-50	0.5-5	0.8-1.5	0.1-0.2
Smectite	Smectite	Nontronite	10-30	5-15	0.6-2	0.02-0.1
Saprolite	Saprolite	Serpentine Talc Sepiolite Nontronite	10-25	15-35	1.5-4	0.02-0.1
Serpentinized Peridotite	Bedrock	Peridotite	5	35-40	0.3	0.01

Gambar 2. 2 Komposisi dan lapisan nikel laterit (Crundwell et al., 2011).

Bijih *saprolite* dan bijih *limonite* mengandung sekitar 1,3% -2,5% Ni dan 0,05-0,15% Co, yang selanjutnya akan dilakukan proses pengolahan secara metalurgi untuk meningkatkan kadar nikel yang terkandung. Bijih nikel *saprolite* Sebagian besar akan dileburkan ke dalam *smelter* untuk menghasilkan *ferronickel* dengan kadar Ni sebesar 30% dan Fe 70% (Crundwell et al., 2011).

2.3 Ferronickel

Salah satu produk hasil dari pengolahan bijih laterit adalah *ferronickel*. *Ferronickel* merupakan hasil olahan dari bijih saprolit dengan cara memanaskan bijih saprolit di dalam *rotating dryer* pada temperatur 800 °C untuk menghilangkan kadar air yang terkandung di dalam bijih. Selanjutnya, bijih nikel saprolit direduksi dengan reduktor karbon batubara di dalam *rotating reduction kiln*, lalu dilanjutkan dengan proses *smelting* menggunakan *furnace* pada temperatur 1600 °C dan ditambahkan reduktor seperti batubara dan fluks berupa *limestone* atau batu kapur. *Slag* yang dihasilkan berupa lelehan SiO₂, MgO, FeO dengan kadar nikel antara 0,1% - 0,2% yang terpisah dari produk target *ferronickel* dengan kadar nikel berkisar 30%. Pada tahap ini, produk yang dihasilkan bisa dikatakan sebagai *ferronickel* namun perlu dilakukan tahapan *refining* agar *ferronickel* ini dapat diterima di pasar logam. Proses *refining* dilakukan dengan cara mencampurkan *ferronickel* cair dengan udara dan senyawa kalsium dengan tujuan untuk mengikat kandungan fosfor, sulfur, karbon, silika, dan oksigen yang masih terdapat di dalam *ferronickel*. Hasil akhir dari proses *refining* adalah *refined ferronickel* (Crundwell et al., 2011).

Sifat fisik *ferronickel* ialah berwarna silver metalik yang merupakan paduan nikel dengan besi, memiliki densitas sebesar 3,8 g/cm³, titik leleh 1500°C, serta titik didih 2900°C. Pengaplikasian *ferronickel* biasa ditemukan pada aplikasi keteknikan, seperti transportasi, kelistrikan, dan konstruksi. *Ferronickel* memiliki kadar nikel yang memberikan kualitas ketahanan kekuatan pada temperatur tinggi pada produk setelah *ferronickel* (Solar et al., 2008).

Ferronickel dibagi menjadi dua jenis utama, yaitu *low-grade ferronickel* dan *high-grade ferronickel*. *high-grade ferronickel* merupakan produk *ferronickel* yang memiliki kadar nikel yang tinggi (sampai dengan 40% Ni) dan kadar besi rendah (15-30% Fe). Untuk mendapatkan kadar nikel yang tinggi, dilakukan pengurangan potensial reduksi dari proses *smelting* yaitu dengan mengontrol rasio CO/CO₂ dalam proses. Pada proses pengolahan *high-grade*

ferronickel, potensial reduksi dari proses akan berkurang sehingga *recovery* dari nikel dan besi juga rendah, sehingga didapatkan kadar nikel yang terkonsentrasi di produk dengan kadar tinggi (Solar et al., 2008). Bentuk fisik dari material *ferronickel* dapat dilihat pada Gambar 2.3 dibawah.

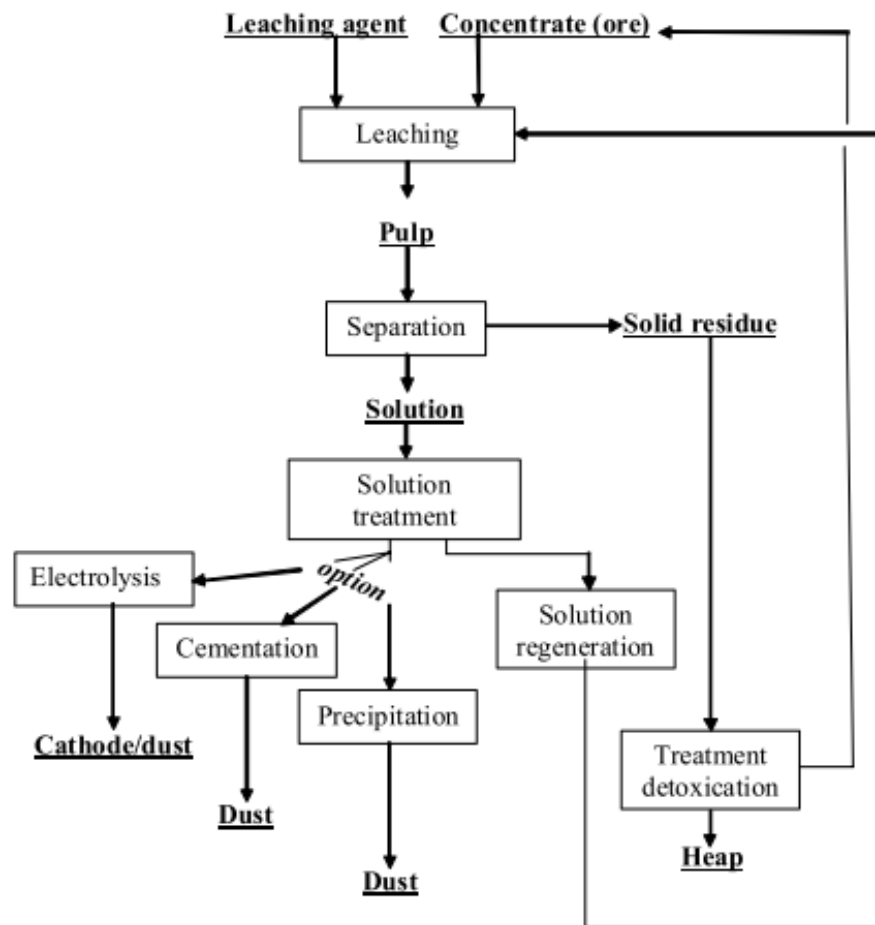


Gambar 2. 3 Ferronickel (Dokumentasi pribadi)

Ferronickel yang memiliki kadar nikel yang rendah yakni 16 % Ni dan kadar besi yang relatif lebih tinggi 76% Fe (Pintowantoro et al., 2021) atau biasa disebut dengan *low-grade ferronickel*. Pada saat pemrosesan nikel laterit menjadi *low-grade ferronickel*, potensial reduksi yang lebih tinggi dibandingkan pada pemrosesan *high-grade ferronickel* mengakibatkan lebih banyak besi yang tereduksi dibandingkan nikel, sehingga kadar nikel dalam produk menjadi lebih rendah (Solar et al., 2008).

2.4 Hidrometalurgi

Hidrometalurgi didefinisikan sebagai ilmu dan metode ekstraksi material dari bijih atau ore yang dilarutkan menggunakan larutan kimia. Proses hidrometalurgi dibagi menjadi dua tahapan proses yaitu *leaching* dan *selective extraction* (Havlik, 2008). Skema proses hidrometalurgi secara umum dapat dilihat pada Gambar 2.4 dibawah.



Gambar 2. 4 Skema proses hidrometalurgi (Havlik, 2008).

Pengolahan bijih nikel laterit menggunakan teknologi hidrometalurgi pada prosesnya. Beberapa jenis proses pengolahan hidrometalurgi pada bijih nikel laterit yakni *High Pressure Acid Leaching (HPAL)*, *caron*, *heap leaching*, dan *atmospheric leaching* ditampilkan pada Tabel 2.2 dibawah.

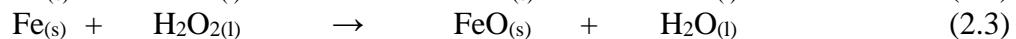
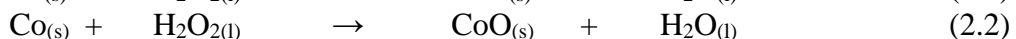
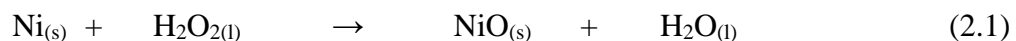
Tabel 2. 2 Proses pengolahan bijih nikel laterit melalui proses hidrometalurgi (Stanković et al., 2020).

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

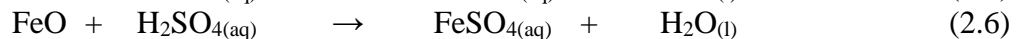
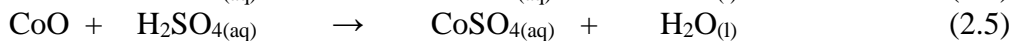
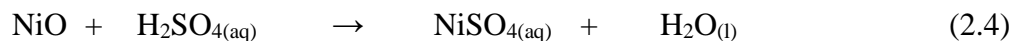
2.5 Leaching

Proses pemurnian logam berharga yang dilakukan dengan cara melarutkan bijih atau ore dengan larutan kimia dikenal dengan istilah *leaching*. Proses *leaching* nikel menggunakan asam anorganik (asam sulfat) atau asam organik (asam nitrat). Proses *leaching* membutuhkan *oxidizing agent* yakni hydrogen peroksida (H₂O₂). Hydrogen peroksida digunakan untuk mengoksidasi *ferronickel* dari yang semulanya metal Ni menjadi NiO. Metal Ni cenderung sukar larut di larutan asam seperti misalnya asam sulfat dibandingkan dengan ion NiO yang cenderung lebih mudah larut (Jenderal et al., 2021). Reaksi yang terjadi ketika asam peroksida, asam sulfat, dan *ferronickel* digabungkan adalah sebagai berikut (Jenderal et al., 2021):

Oxidation Reaction:



Dissolution Reaction:



Overall Reaction:



Beberapa faktor yang mempengaruhi proses *leaching* untuk *recovery* logam, antara lain:

1. Temperatur *Leaching*

Temperatur dapat mempengaruhi energi kinetik pada reaksi selama proses *leaching*. Kenaikan temperatur dapat meningkatkan nilai *recovery* dari logam.

2. Ukuran partikel
Ukuran partikel yang kecil memiliki luas permukaan total yang berkontak dengan agen *leaching* akan semakin luas. Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin kecil ukuran partikel maka hasil *recovery* logam akan meningkat (McDonald & Whittington, 2008).
3. Kecepatan Agitasi
Semakin tinggi kecepatan pengadukan mengakibatkan tumbukan molekul yang terjadi pun semakin besar, hal itu menyebabkan laju proses *leaching* meningkat dan nilai *recovery* logam menjadi semakin besar.
4. Penambahan bahan kimia
Penambahan senyawa yang berperan sebagai reduktor/oksidator akan mempengaruhi reaksi redoks dalam proses *leaching*. Sehingga, penambahan senyawa reduktor/oksidator (hidrogen peroksida, sulfur dioksida) dapat meningkatkan nilai *recovery* logam.
5. Waktu
Durasi atau waktu yang dilakukan selama proses *leaching* berpengaruh terhadap proses reduksi *leaching* agent terhadap bijih logam yang terus terjadi selama proses. Semakin lama proses *leaching* terjadi maka hasil *recovery* logam akan semakin baik (Setiawan et al., 2018).

2.6 Precipitation

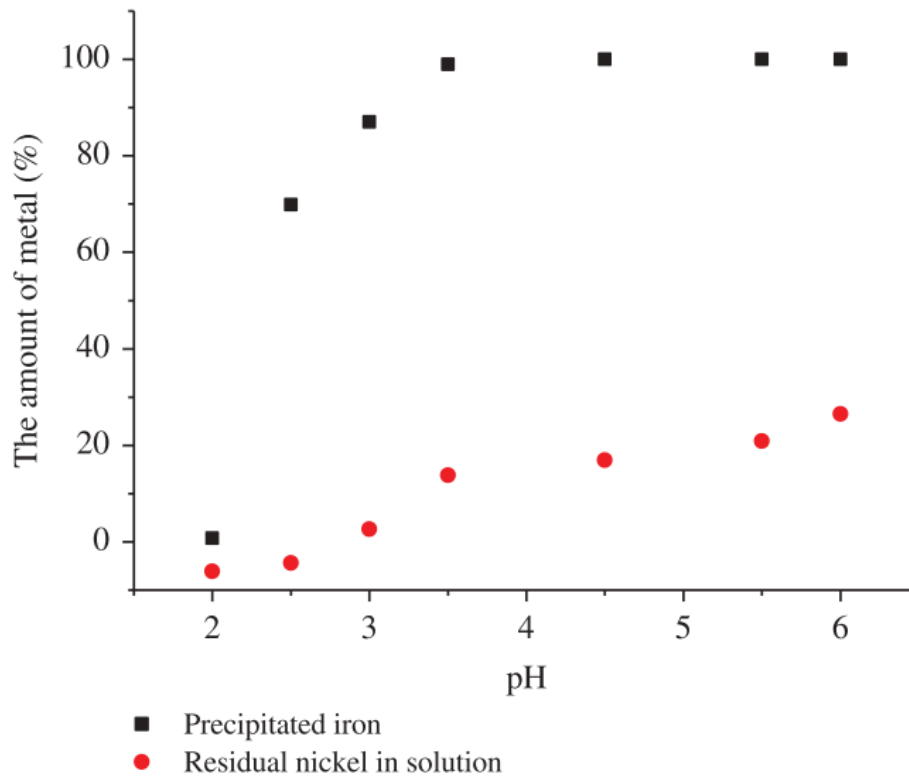
Presipitasi merupakan serangkaian proses pemisahan, pengendapan logam-logam pengotor yang tidak diinginkan. Larutan yang dihasilkan dari proses *leaching* mengandung logam lain yang tidak diinginkan seperti besi, sehingga harus melalui serangkaian proses pemisahan, seperti pengendapan, ekstraksi pelarut dan elektrolisis (Correa et al., 2016). *Leachant* hasil dari proses *leaching* mengandung pengotor dan sangat asam, sehingga dibutuhkan zat aditif untuk mengendapkan dan menghilangkan pengotor yang terkandung dalam larutan. Oleh karena itu, proses presipitasi perlu dilakukan sebelum proses pemurnian nikel dan kobalt karena unsur-unsur yang tidak diinginkan harus dihilangkan agar tidak berpengaruh terhadap kemurnian nikel dan kobalt pada produk akhir (Zhu et al., 2010).

Metode pengendapan merupakan metode pemisahan pengotor yang paling umum digunakan. Unsur-unsur yang tidak diinginkan akan diendapkan dengan menambahkan aditif alkali untuk membentuk senyawa logam yang tidak larut (Correa et al., 2016).

Salah satu bahan aditif yang dapat digunakan untuk mengendapkan dan menghilangkan pengotor adalah Kalsium Karbonat (CaCO_3). Reaksi yang akan terjadi ketika CaCO_3 dimasukkan ke dalam *leachant* adalah sebagai berikut :



Proses pengendapan akan terjadi sebagai hasil dari reaksi, pengendalian pH sangat penting dalam prosedur ini untuk menentukan unsur yang akan dihilangkan. Penambahan CaCO_3 ke dalam larutan *leachant* akan mengubah pH larutan sehingga mempengaruhi konsentrasinya. Untuk menjaga agar pH larutan tetap terkendali, langkah presipitasi biasanya dilakukan secara bertahap. Nilai pH pada kondisi dimana besi mulai mengendap yakni dimulai dari pH 2,5 seperti pada Gambar 2.5 dibawah. Jumlah besi yang berhasil diendapkan meningkat dengan meningkatnya nilai pH. Namun, kadar nikel dalam larutan akan menurun seiring dengan meningkatnya pH (Çetintaş & Bingöl, 2018). Oleh karena itu, pH diatur dalam kondisi yang mampu menghasilkan nilai yang optimal. Pada penelitian yang oleh Danny Momat Kilangy pada tahun 2021, proses presipitasi besi dilakukan hingga pH 3,01 dan mendapat nilai *recovery* nikel yang tinggi yaitu 97,5% (Danny Momat Kilangy, 2021).



Gambar 2. 5 Pengaruh pH terhadap logam yang diendapkan (Çetintaş & Bingöl, 2018).

2.7 Crystallization

Kristalisasi merupakan proses tersusunnya atom atau molekul larutan menjadi kristal padat. Proses kristalisasi merupakan salah satu Teknik yang digunakan untuk memisahkan zat terlarut padat dari pelarutnya. Namun, pengotor yang terlarut juga akan ikut terbentuk Bersama produk kristal padat yang dihasilkan.

Untuk menghasilkan kristal, teknik kristalisasi yang umum digunakan yakni kristalisasi penguapan atau *evaporative crystallization*. Kristalisasi dengan penguapan mampu menghasilkan larutan pada kondisi jenuh akibat dari menguapnya pelarut. Pelarut yang menguap akan membuat konsentrasi dari zat terlarut meningkat hingga mencapai kondisi jenuh atau *saturated*. Teknik kristalisasi penguapan merupakan teknik yang paling banyak digunakan oleh industri kristalisasi saat ini Pada proses ini, pelarut dihilangkan dengan cara memanaskan larutan hingga menguap. Temperatur, waktu, kecepatan agitasi, dan parameter proses lainnya akan mempengaruhi kecepatan penguapan pelarut. Dengan menguapnya pelarut, volume larutan akan semakin berkurang, akibatnya konsentrasi zat terlarut meningkat. Peningkatan konsentrasi zat terlarut akan membuat zat terlarut berada dalam kondisi supersaturasi. Pada kondisi tersebut, zat terlarut berada dalam keadaan tidak stabil hingga akhirnya menuju kondisi kestabilannya dengan membentuk kristal (Tung et al., 2008).

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

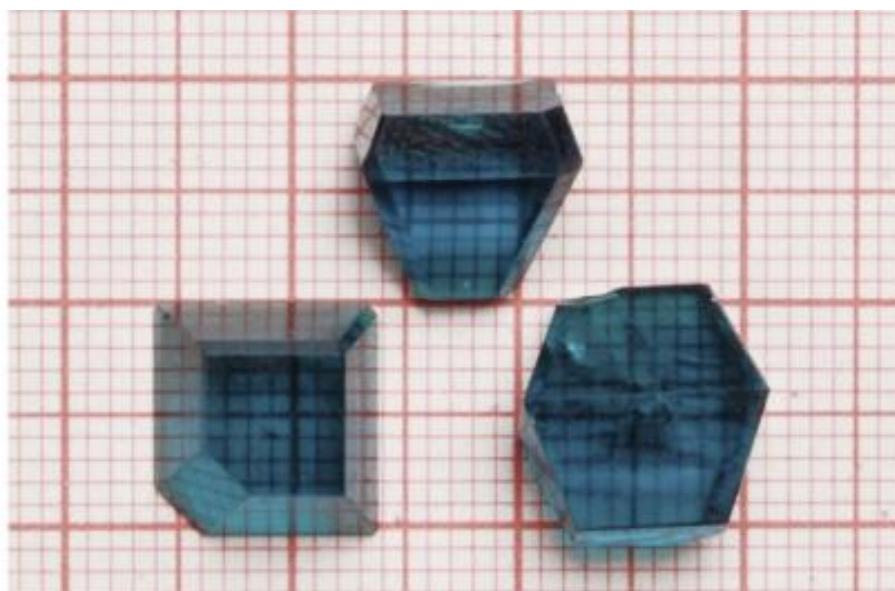
Nickel (II) sulfate hexahydrate (NSH) merupakan bahan kimia penghidrasi yang berasal dari pengolahan bijih nikel menggunakan metode pengolahan hidrometalurgi. Nikel sulfat juga merupakan bahan utama pada proses pembuatan baterai NMC (*Nickel Manganese Cobalt*). Komposisi kimia yang terkandung di dalam kristal NiSO₄.6H₂O dapat dilihat pada Tabel 2.3 dibawah.

Tabel 2. 3 Komposisi kimia $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Unsur	Simbol	%
Nikel	Ni	22,3298%
Sulfur	S	12,1991%
Oksigen	O	60,8695%
Hidrogen	H	4,6016%

Pada produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, terdapat persyaratan minimal komposisi unsur yang terkandung di dalam produk kristal agar dapat digunakan sebagai material kristal untuk memproduksi katoda baterai. Komposisi Co yang terkandung pada produk kristal harus kurang dari 0,01%, lalu komposisi Fe tidak boleh lebih dari 0,0003%, serta komposisi Ca tidak boleh lebih dari 0,001%. Syarat tersebut merupakan syarat yang harus dipenuhi agar produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat digunakan sebagai material penyusun katoda baterai.

Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ mempunyai dua bentuk modifikasi polimorfik: α -NSH dan β -NSH. Kristal α -NSH berwarna hijau kebiru-biruan dengan bentuk *tetragonal* seperti yang terlihat pada Gambar 2.7. Kristal α -NSH terbentuk melalui proses pengintian spontan dari larutan nikel sulfat pada temperatur ruangan. Kristal β -NSH berwarna hijau terang dan berbentuk *monoclinic* (Kathiravan et al., 2016). Pada pengujian *X-ray diffraction* didapatkan bahwa karakteristik puncak pada α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terjadi pada sudut (2θ) $19,4^\circ$ dan $20,9^\circ$; β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terjadi pada sudut (2θ) $20,4^\circ$ dan $22,3^\circ$; $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ terjadi pada sudut (2θ) $16,7^\circ$ dan $21,1^\circ$ (Jenssen et al., 2021).

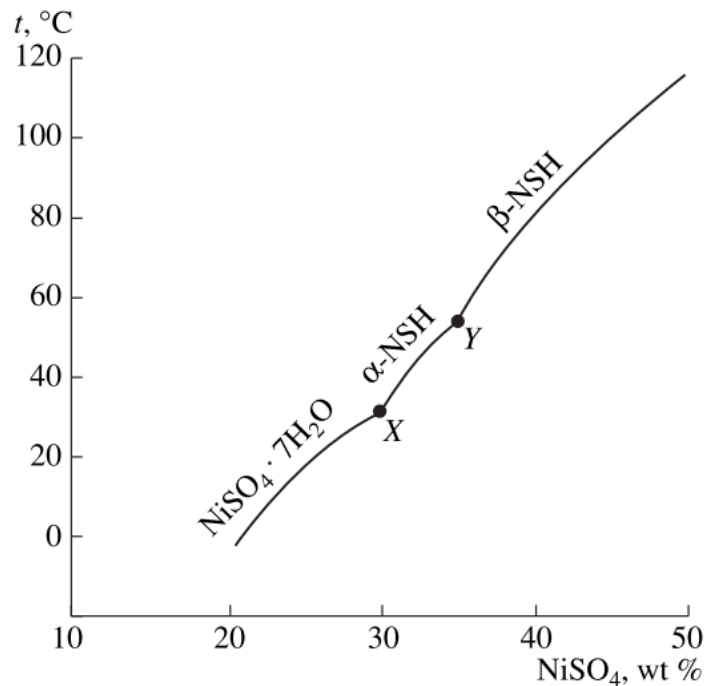


Gambar 2. 6 α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ single crystals (Kathiravan et al., 2016).

Pada gambar 2.7 diatas, terlihat produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ berwarna hijau kebiru-biruan. Gambar tersebut merupakan kristal *single crystals* α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dikatakan sebagai produk *single crystal* jika memiliki *constant lattice structure* dan *nuclei* yang terbentuk hanya satu atau *single*. Apabila pada proses kristalisasi, *nuclei* yang terbentuk

berasal dari banyak *single crystal*, maka produk kristal yang terbentuk merupakan kristal *polycrystalline*. Produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ *single crystal* cukup sulit untuk diproduksi. Proses produksi memerlukan proses control yang sangat teliti. Ruang produksi harus bersih dan steril dan berada pada kondisi ruangan yang vakum.

Pada proses kristalisasi, dengan meningkatnya temperatur kristalisasi konsentrasi dari larutan pun akan meningkat. Dengan meningkatnya konsentrasi, maka larutan akan cenderung berada dalam kondisi supersaturasi. Hal ini akan mendorong terjadinya pembentukan kristal. Gambar 2.6 di bawah menunjukkan bahwa *stability region* dari tiap fasa berbeda-beda.



Gambar 2. 7 Grafik konsentrasi nikel sulfat pada tiap temperatur (Manomenova et al., 2005)

Dari titik awal hingga titik X pada gambar diatas menunjukkan *stability region* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ oleh karena itu jika kristalisasi berlangsung bawah temperatur 31,5°C fasa yang cenderung terbentuk adalah $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Manomenova et al., 2005). Diketahui bahwa $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ mulai mengkristal dari larutan nikel sulfat pada kisaran temperatur 31,5 – 53,8°C. Hal ini ditunjukkan pada gambar di atas bahwa *stability region* berada pada titik X hingga Y $\alpha\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Masalov et al., 2015). Di atas temperatur 53,8°C fasa kristal yang terbentuk adalah $\beta\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ hal ini dilihat dari *stability region* $\beta\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang berada setelah titik Y (Manomenova et al., 2005). Sedangkan jika temperatur kristalisasi berlangsung diatas temperatur stabilitas dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, nikel sulfat dapat kehilangan kandungan air dalam kristal dan cenderung membentuk fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, atau bahkan NiSO_4 (*anhydrous*) (Jenssen et al., 2021).

2.8 Baterai Lithium Nickel Manganese Cobalt (NMC)

Berdasarkan material penyusun katodanya, baterai Li-ion dibedakan menjadi 5 jenis, yaitu *lithium cobalt oxide* (LCO), *nickel manganese cobalt* (NMC), *lithium nickel cobalt aluminium* (NCA), *lithium iron phosphate* (LFP), dan *lithium manganese oxide* (LMO). Dari kelima jenis baterai Li-ion tersebut, jenis baterai yang memiliki sifat yang paling unggul untuk pengaplikasian pada *Electric Vehicle* adalah baterai *nickel manganese cobalt* (NMC). Densitas

energi baterai NMC tinggi yaitu sebesar 0,6 kWh/kg dan mempunyai *life cycle* cukup tinggi, sekitar 2000-3000 kali (Campagnol et al., 2017). Untuk perbandingan dari masing-masing baterai Li-ion dapat dilihat pada Tabel 2.4 dibawah.

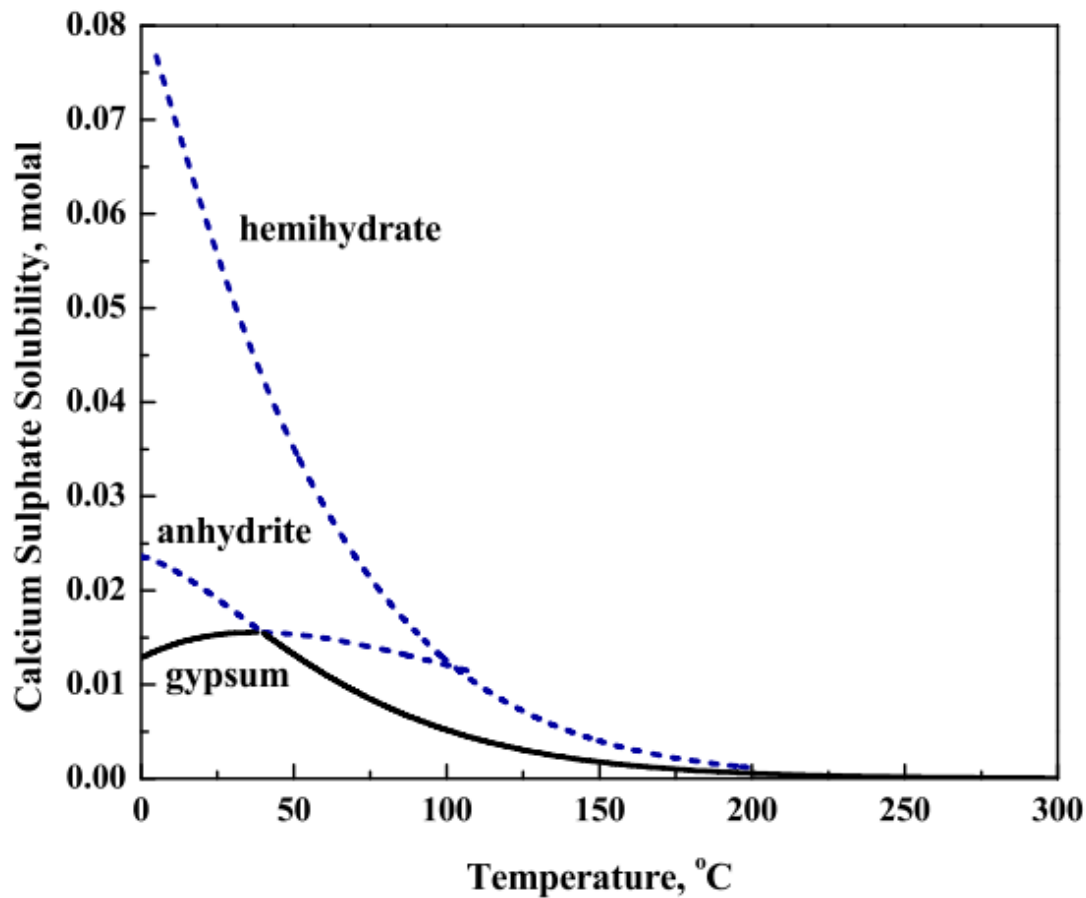
Tabel 2. 4 Perbandingan performa dari kelima jenis baterai Li-ion (Campagnol et al., 2017).

Material	Cost (USD/kWh)	Energy Density (kWh/Kg)	Ni Content	Life Cycle
LCO	Low	0,54	0	1500-2000
NMC	Mid	0,60	0,69 (51wt%)	2000-3000
LMO	High	0,41	0	1500-3000
NCA	Mid	0,72	0	5000-10000
LFP	High	0,53	0,68 (49wt%)	n/a

Baterai NMC (*Nickel Manganese Cobalt*) memiliki katoda yang tersusun atas campuran unsur nikel, mangan, dan kobalt. Sedangkan material pada anoda baterai NMC menggunakan litium, sama seperti baterai Li-ion pada umumnya.

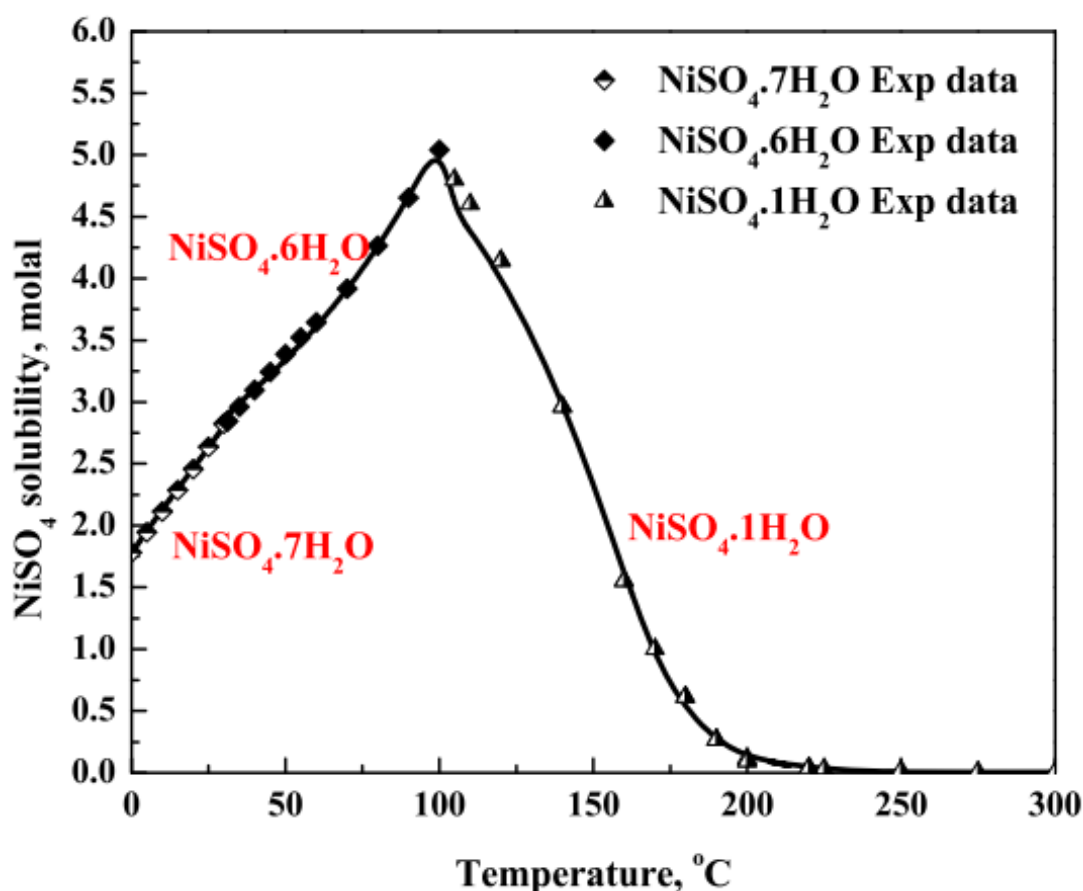
2.9 Pengaruh Variasi Temperatur pada Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi

Bijih nikel yang telah mengalami proses *leaching* yang bersifat asam akan dinetralisasi menggunakan CaCO_3 yang bersifat basa. Lalu dilanjutkan dengan tahap kristalisasi atau pengeringan. Bijih nikel akan dikeringkan menggunakan oven pada Temperatur 90°C selama 120 menit. Hasil akhir dari proses pemanasan larutan netralisasi berupa kristal nikel berwarna hijau. Tahapan selanjutnya yaitu akan dilakukan proses pencucian pada temperatur tinggi yang dilanjutkan dengan proses rekristalisasi. Metode pencucian dilakukan untuk mengurangi residu atau pengotor yang akan mempengaruhi kadar nikel yang dihasilkan. Proses pencucian dilakukan menggunakan *aquadest* dengan beberapa variasi temperatur. Hal ini dilakukan untuk merekayasa nilai kelarutan dari nikel sulfat dan pengotor yang ingin dihilangkan. Dalam penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, masih terdapat pengotor berupa kalsium sulfat (CaSO_4) pada kristal nikel sulfat hasil dari proses kristalisasi (Danny Momat Kilangy, 2021). Pada temperatur tinggi (di atas temperatur ruangan) kelarutan dari nikel sulfat akan meningkat, kelarutan dari nikel sulfat akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur pencucian (Larsen & Tyle, 2008). Berbanding terbalik dengan nikel sulfat, kelarutan kalsium sulfat akan menurun seiring dengan meningkatnya temperatur pencucian.



Gambar 2. 8 Kurva kelarutan *calcium sulfate hydrates* dalam air dengan variasi temperatur (Azimi, 2010).

Terlihat pada Gambar 2.7 di atas bahwa terdapat garis solid yang menandakan fase stabil dan garis putus-putus yang menandakan fase metastabil. Senyawa gipsum cenderung stabil pada temperatur rendah yakni pada rentang temperatur 0 - 43°C, sedangkan senyawa anhidrat cenderung stabil pada temperatur tinggi ketika melebihi 43°C (Shen et al., 2019). Pada rentang temperatur 0-198°C senyawa hemihidrat bersifat metastabil dan akan bersifat stabil ketika berada di atas temperatur 198°C (Shen et al., 2019).



Gambar 2. 9 Kurva kelarutan *nickel sulfate hydrates* dalam air dengan variasi temperatur (Azimi, 2010).

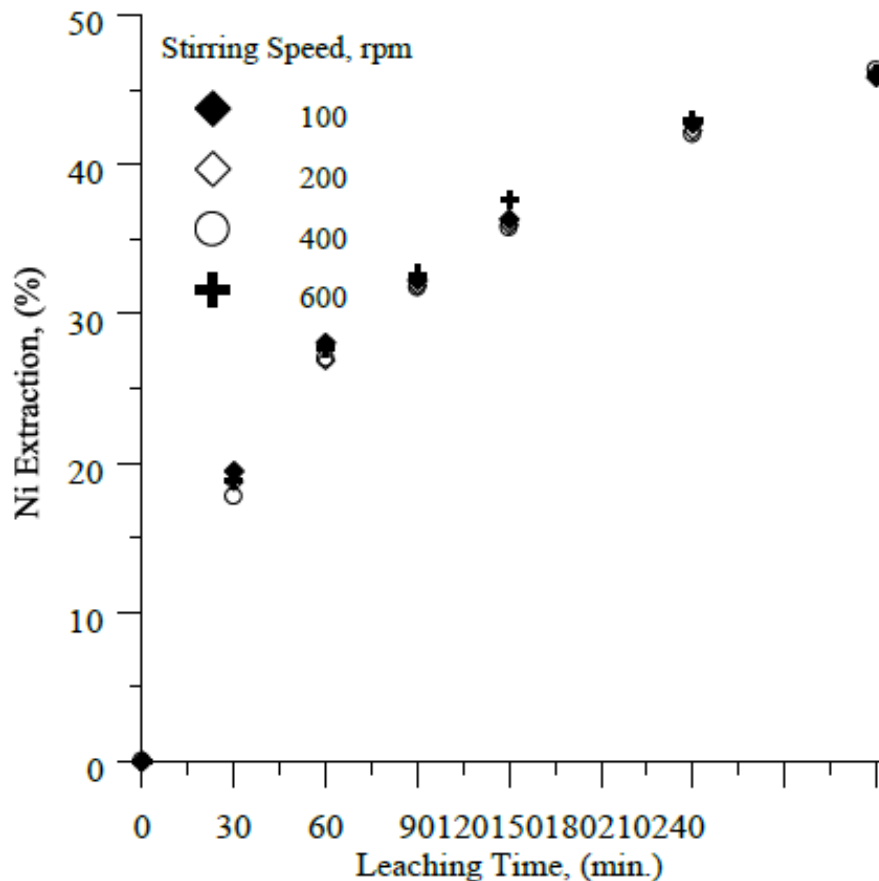
Kelarutan NiSO₄ akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur seperti yang terlihat pada Gambar 2.8 di atas. Namun, ketika temperatur lebih dari 100°C, kelarutan akan kembali menurun.

2.10 Penelitian Sebelumnya

Telah dilakukan penelitian pada tahun 2011 oleh C.H. Kose dan Y.A. Topkaya yang berfokus pada penghilangan pengotor besi melalui proses presipitasi. Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah *Pregnant Leach Solution* (PLS) yang diperoleh dari proses *leaching* ore nikel laterit berkadar rendah yang berasal dari bagian barat Turki. PLS telah diuji melalui proses karakterisasi, didapatkan hasil bahwa konsentrasi Ni, Mn, Co, dan Fe masing-masing 4800 ppm, 620 ppm, 114 ppm, dan 38600 ppm. Proses *iron removal* pertama dilakukan dengan menambahkan aditif CaCO₃ pada larutan *Leaching* hingga pH 2,5. Setelah proses selesai, didapatkan hasil *precipitation recovery* dari Fe sebesar 99% dan nikel serta kobalt dibawah 1%. Pada *iron removal* pertama konsentrasi Fe menurun dari 38600 ppm menjadi 290 ppm. Proses dilanjutkan ke tahapan *iron removal* kedua dimana larutan PLS hasil dari *iron removal* pertama ditambahkan CaCO₃ hingga pH 4,25. Didapatkan hasil konsentrasi Ni, Mn, Co, dan Fe masing-masing sebesar, 2713 ppm, 332 ppm, 58,5 ppm, dan 1,38 ppm. Kedua tahapan *iron removal* terbukti menurunkan konsentrasi Fe namun konsentrasi Ni juga ikut menurun (Köse & Topkaya, 2011).

Pada tahun 2009, Agacayak & Zedef melakukan penelitian yang berfokus pada variasi kecepatan pengadukan pada proses *leaching* dengan variasi 100, 200,400, dan 600 rpm. Proses

leaching dilakukan selama 240 menit pada temperatur 60°C dengan menggunakan nikel laterit berukuran partikel sebesar -106 μm dengan media asam sulfat 0,5 M. Setelah pengujian AAS dilakukan, didapatkan hasil bahwa proses *leaching* dengan kecepatan pengadukan optimal yaitu 200 rpm karena memiliki kenaikan yang stabil seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9. Berdasarkan hasil tersebut, kecepatan pengadukan 200 rpm ditetapkan sebagai variasi yang optimal (Agacayak & Zedef, 2009).



Gambar 2. 10 Recovery Ni dengan variasi kecepatan pengadukan (Agacayak & Zedef, 2009).

Penelitian yang oleh Abdul et al pada tahun 2020 berfokus pada pengaruh variasi konsentrasi asam sulfat pada proses *leaching*. Variasi konsentrasi asam sulfat yang digunakan adalah 1M, 1.5M, 2M, 2.5M, dan 3M. Setelah dilakukan pengujian karakterisasi serta analisis data hasil pengujian didapatkan bahwa variabel yang optimal dalam penelitian ini adalah 2M. Hal ini dikarenakan pada variasi 2M reduksi kandungan nikelnya lebih kecil dibandingkan variasi konsentrasi asam sulfat 2.5M dan 3M. Komposisi kimia yang paling optimal adalah variasi konsentrasi asam sulfat 2M dengan kandungan nikel 14,02% Ni, karena tidak ditemukan senyawa NiO dan FeNi yang tersisa dari produk (Abdul et al., 2021).

Pada 2021, Pintowantoro et al. melakukan penelitian pengaruh variasi waktu *leaching ferronickel* dari *mmine 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 ferronickel* dengan variasi waktu 2,4,6,8, dan 10 jam. Hasil pengujian AAS pada filtrat hasil *leaching* menunjukkan bahwa nilai *recovery* yang optimal didapatkan pada variasi waktu 6 jam, dimana kadar unsur Fe, Ni, dan Co yang dihasilkan setelah proses *leaching* masing-masing sebesar 7960 mg/L, 3589 mg/L, dan 32,75 mg/L. Hasil akhir dari penelitian ini mendapatkan bahwa kadar logam Ni hanya 19,19

%, sehingga disarankan untuk melakukan penelitian lanjutan untuk meningkatkan kadar Ni yang terkandung dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk (Pintowantoro et al., 2021).

Pada penelitian yang dilakukan oleh Danny Momat Kilangy pada tahun 2021, penelitian 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 metal Ni, Fe, dan Co masing-masing sebesar 4671 ppm, 6184 ppm, dan 86,80 ppm. Konsentrasi Fe yang tinggi melatarbelakangi proses netralisasi dengan variasi pH tertentu. Setelah proses netralisasi selesai didapatkan hasil konsentrasi yang optimal pada pH 3,01 dimana konsentrasi Ni meningkat menjadi 5037 ppm, Co meningkat menjadi 73,5 pmm sedangkan konsentrasi Fe menurun hingga 301 ppm. Hasil akhir dari penelitian ini mendapatkan kadar logam Ni sebesar 22,61 %, Fe 2,24%, dan Ca 3,8%. Penelitian ini menyarankan untuk melakukan penelitian lanjutan untuk menghilangkan pengotor Ca yang tidak diinginkan (Danny Momat Kilangy, 2021).

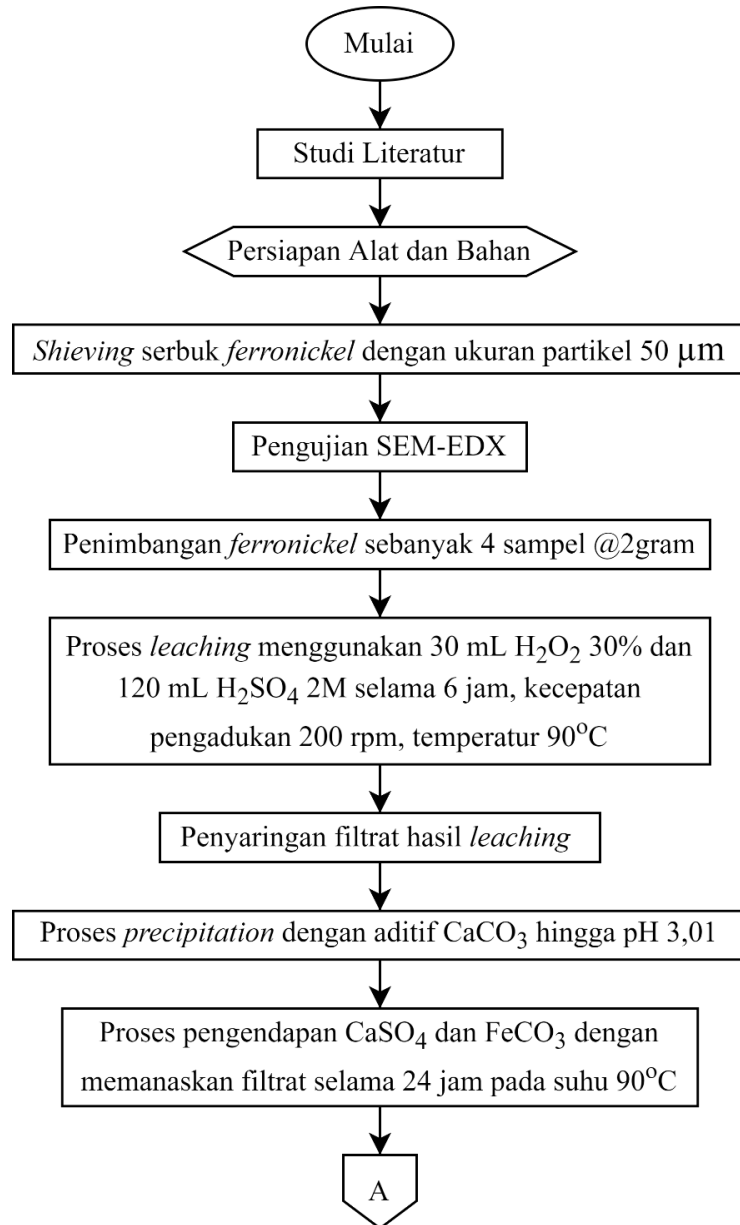
Pada tahun 2022, Ramadhan et al melakukan penelitian yang berfokus pada pengaruh metode pencucian terhadap Hasil kristalisasi dari larutan *leaching ferronickel* menggunakan Aditif CaCO_3 untuk sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Variasi yang digunakan pada penelitian ini adalah variasi media pencuci diantaranya *aquadest*, *methanol*, *brine*, *ethanol*, dan *isopropyl alcohol*. Setelah dilakukannya pengujian serta analisis data, didapatkan bahwa analisis konsentrasi, *recovery*, dan *separation efficiency*, *aquadest* merupakan variabel larutan pencuci terbaik. Konsentrasi Ni pada *aquadest* adalah 64,01 % NiO dengan kadar Ca hanya menyisakan 2,04 % CaO. Nilai *recovery* Ni pada variabel pencuci *aquadest* yaitu 94,47 % di mana *separation efficiency* Ni nya juga yang tertinggi sebesar 79,79 %. Grade Ni yang dihasilkan adalah 20,73 %. Hal ini dikarenakan *aquadest* merupakan air murni hasil distilasi yang tidak mengandung pengotor serta senyawa aktif dan memiliki tingkat kelarutan yang baik terhadap kristal nikel sulfat sehingga tidak mengubah kandungan Ni pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk (Ramadhan et al., 2022). Untuk lebih jelasnya, Tabel 2.5 dibawah menampilkan aspek perbandingan dan hasil dari penelitian-penelitian sebelumnya.

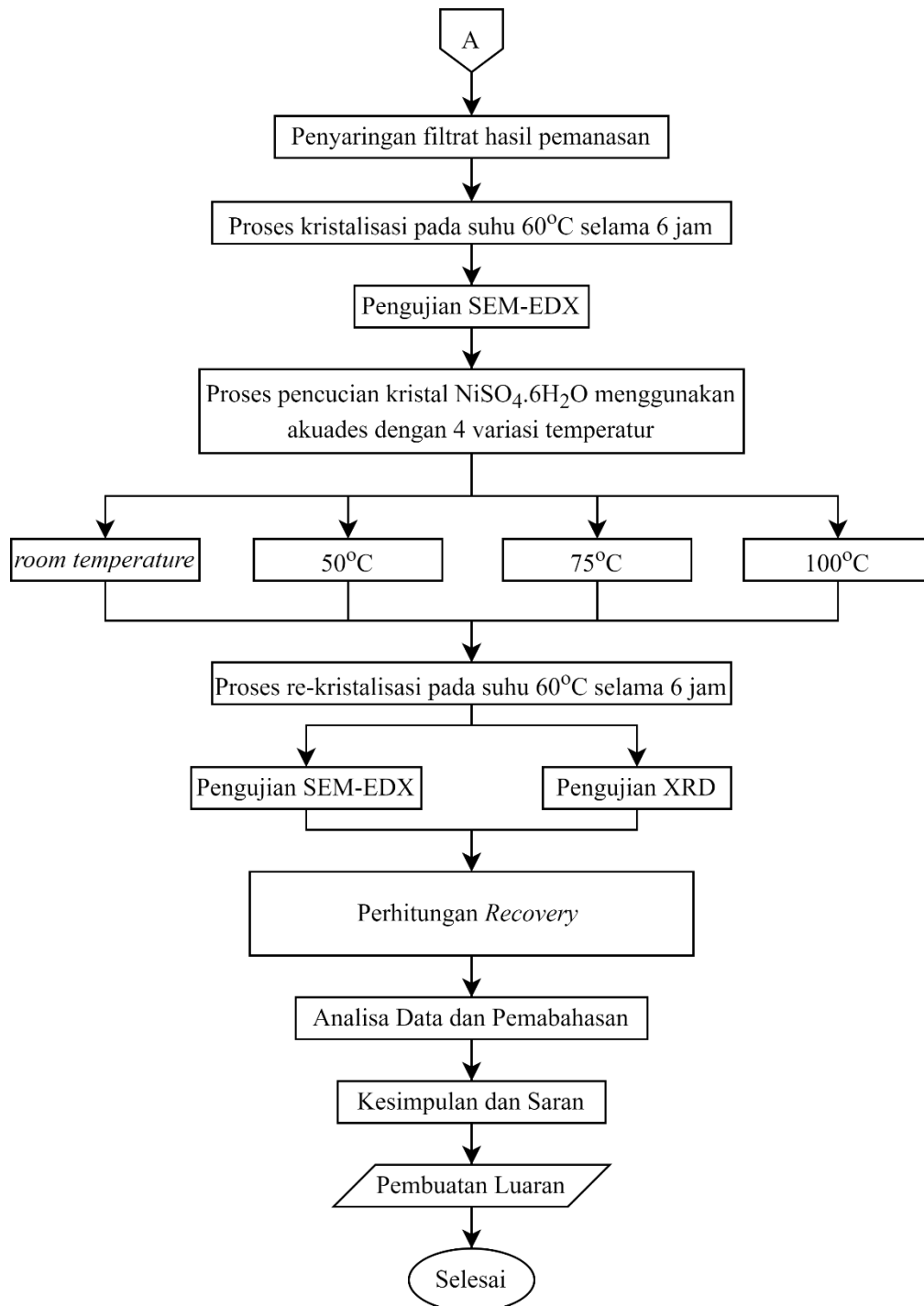
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Berikut merupakan diagram alir pada penelitian ini.





Gambar 3. 1 Diagram Alir

3.2 Metode Penelitian

Berikut adalah langkah-langkah untuk memproses percobaan ini:

3.2.1 Preparasi Sampel *Ferronickel*

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

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

3.2.2 Proses *Leaching*

Pada 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, filtrat dan residu dipisahkan dari produk *leaching* menggunakan metode penyaringan. Adapun teknik untuk proses *leaching* adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan larutan asam sulfat 2 M dalam 120 mL menggunakan Persamaan 3.1 berikut:

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

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

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

3.2.3 Proses Presipitasi

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

1. Menyiapkan serbuk CaCO_3 sebagai agen presipitasi
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

Proses pemanasan dilakukan untuk mengendapkan pengotor yang tersisa setelah proses presipitasi. Adapun prosedur pemanasan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan filtrat hasil netralisasi di dalam botol steril.
2. Melakukan proses pemanasan terhadap filtrat di dalam oven selama 24 jam pada temperatur 90°C hingga terbentuk endapan.
3. Menyaring filtrat menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dengan endapan pengotor.

3.2.5 Proses Kristalisasi

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

1. Melakukan proses kristalisasi terhadap pada temperatur 60°C selama 6 jam.
2. Menimbang hasil kristalisasi.

3.2.6 Proses Pencucian

Proses pencucian bertujuan untuk memisahkan kristal nikel sulfat yang larut dalam aquades dengan kristal kalsium sulfat, yaitu dengan cara menurunkan kelarutan dari kalsium

sulfat itu sendiri. Proses pencucian dilakukan dengan variasi temperatur *aquadest* yakni *room emperature*, 50°C, 75°C, dan 100°C. Adapun prosedur pencuciannya adalah sebagai berikut.

1. Melarutkan kristal nikel sulfat dengan larutan *aquadest* dengan variasi temperature: *room temperature*, 50°C, 75°C, dan 100°C dengan perbandingan 15 mL/gram kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.
2. Menyaring larutan dengan kertas saring untuk memisahkan filtrat nikel sulfat dan residu pencucian.
3. Melakukan kristalisasi kembali pada temperatur 60°C selama 6 jam.
4. Menimbang hasil kristalisasi.
5. Melakukan pengujian SEM-EDX dan XRD untuk mengetahui komposisi kimia dan senyawa yang terbentuk dari proses kristalisasi.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

Adapun alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

3.3.1 Alat Penelitian

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yakni timbangan digital yang digunakan untuk mengukur massa *ferronickel*, CaCO_3 , dan kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, gelas *beaker* yang digunakan untuk membuat larutan H_2SO_4 . Selain itu, gelas *beaker* juga digunakan pada proses netralisasi, pH meter digital yang digunakan untuk mengukur pH larutan netralisasi secara kontinu selama proses netralisasi, *hot plate* dan *magnetic stirrer* yang digunakan pada proses *leaching* dan netralisasi. *Hot plate* diatur pada temperatur 90°C. *Magnetic stirrer* digunakan untuk mengaduk larutan *leaching* dan netralisasi. Pengadukan dilakukan pada kecepatan 200 rpm. Kertas saring digunakan untuk memisahkan endapan *impurities* hasil dari proses *separation*. Kertas saring yang digunakan adalah kertas saring halus, ayakan digunakan untuk menyaring serbuk *ferronickel* hingga berukuran 50 μm , tabung kepala tiga digunakan selama proses *leaching* agar saluran oksigen dan kondensor dapat dikaitkan. Tabung kepala tiga yang dipakai berukuran 500 mL, kondensor digunakan untuk mendinginkan atau mengembunkan kembali gas yang menguap selama proses *leaching* agar tidak ada gas H_2SO_4 yang keluar, pompa air berguna untuk menyalurkan air pada kondensor untuk mendinginkan gas yang menguap dari proses *leaching*, spatula digunakan untuk memasukkan serbuk *ferronickel* ketika proses *leaching* dan serbuk CaCO_3 ketika proses netralisasi, gelas ukur berguna untuk mengukur volume larutan selama proses penelitian, *evaporating dish* digunakan untuk proses kristalisasi, gerinda digunakan untuk melakukan *grinding* dengan tujuan menghaluskan ukuran partikel *ferronickel* menjadi ukuran yang diinginkan, yakni 50 μm , oven digunakan selama proses pemanasan dalam siklus termal dan kristalisasi.

3.3.2 Bahan Penelitian

Adapun beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain *Ferronickel* merupakan bahan yang akan diproses pada penelitian ini. *ferronickel* yang digunakan adalah *ferronickel* hasil *smelting* dari *mini blast furnace*, larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) digunakan untuk mempercepat proses oksidasi dari *ferronickel*. Larutan H_2SO_4 digunakan sebagai pelarut pada proses *leaching* produk *fire refining* berupa *ferronickel*. Larutan H_2SO_4 yang digunakan mempunyai konsentrasi 2 M. Serbuk CaCO_3 digunakan untuk proses netralisasi. Larutan CaCO_3 digunakan untuk mengendapkan *impurities* yang ada di dalam *leachant*. Akuades digunakan untuk membuat larutan H_2SO_4 2 M dan digunakan dalam proses pencucian.

3.4 Pengujian

Dalam penelitian ini, digunakan tiga metode pengujian sebagai berikut:

3.4.1 Pengujian *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Pengujian *Energy-dispersive X-ray Spectroscopy* atau EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia serbuk *Ferronickel* dan komposisi kimia kristal nikel sulfat yang terbentuk. Pengujian EDX menggunakan alat SEM-EDX yang berada di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.

3.4.2 Pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Pengujian *X-Ray Diffractometer* atau XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ hasil kristalisasi. Pengujian XRD dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS menggunakan alat XRD PAN *Analytical*.

3.5 Perhitungan

Dalam penelitian ini dilakukan beberapa perhitungan sebagai berikut.

3.5.1 Perhitungan Recovery

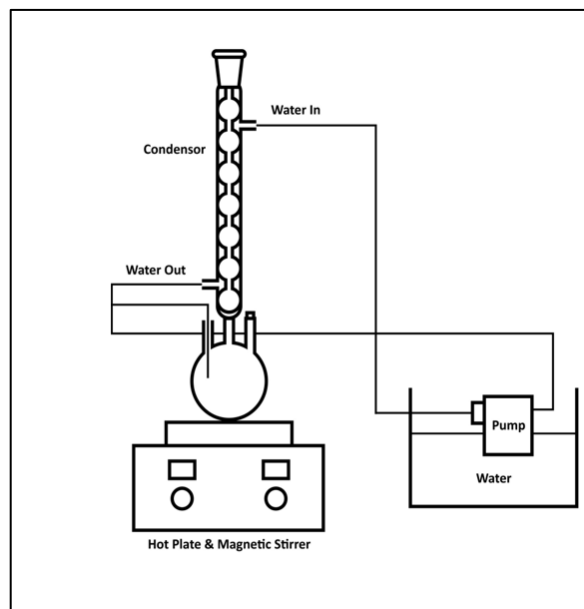
Recovery merupakan persentase dari total logam atau mineral terkandung dalam bijih yang berhasil diubah ke dalam konsentrat. Perhitungan recovery didasarkan pada Persamaan 3.2.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{W_{p.c}}{W_{c.f}} \times 100\% \quad (3.2)$$

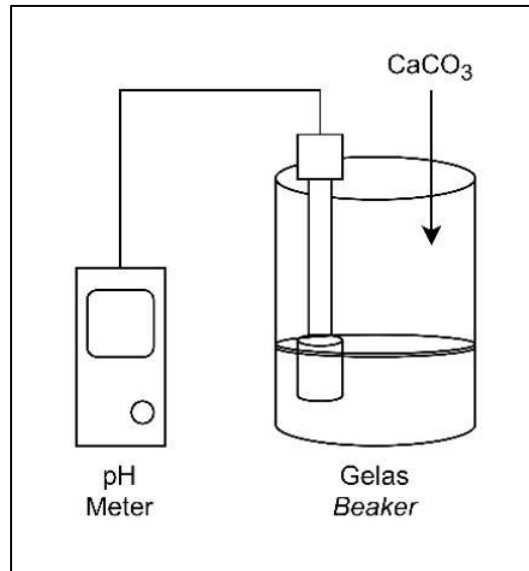
dengan W_p sebagai massa dari produk, W_f sebagai massa dari *feed* / umpan, c sebagai kadar mineral di dalam produk, dan f sebagai kadar dari mineral di dalam *feed* / umpan.

3.6 Rancangan Penelitian

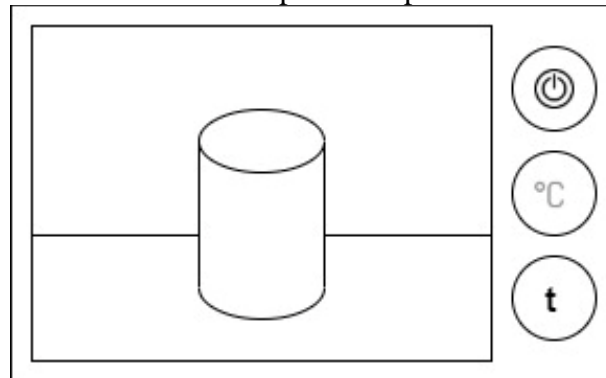
Gambar di bawah ini menunjukkan skematik peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk proses *leaching*, netralisasi, kristalisasi, dan proses pencucian.



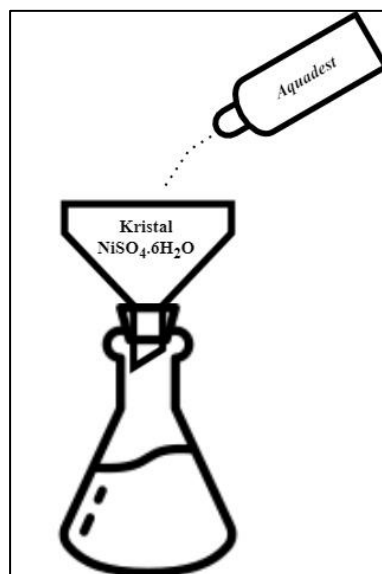
Gambar 3. 2 Skema peralatan proses leaching



Gambar 3. 3 Skema peralatan proses netralisasi



Gambar 3. 4 Skema proses kristalisasi



Gambar 3. 5 Skema Proses Pencucian

3.7 Rancangan Penelitian

Berikut merupakan rancangan penelitian yang dilakukan dalam proses pengolahan *ferronickel* seperti yang tertera pada Tabel 3.1 dibawah.

Tabel 3. 1 Rancangan Penelitian

Nama Spesimen	Metode pencucian	Karakterisasi		Perhitungan <i>Recovery</i>
		SEM-EDX	XRD	
<i>Ferronickel</i>	-	✓	-	-
Kristal NiSO ₄ .6H ₂ O (sebelum pencucian)	-	✓	-	-
Aq. RT	<i>Aquadest (room temperature)</i>	✓	✓	✓
Aq. 50°C	<i>Aquadest 50°C</i>	✓	✓	✓
Aq. 75°C	<i>Aquadest 75°C</i>	✓	✓	✓
Aq. 100°C	<i>Aquadest 100°C</i>	✓	✓	✓

3.8 Jadwal Penelitian

Berikut merupakan rencana timeline yang akan dilaksanakan dalam penelitian ini seperti yang tertera pada Tabel 3.2 dibawah.

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	[Green bar]															
Persiapan alat dan bahan	[Blue bar]															
Proses <i>leaching</i> , presipitasi, kristalisasi, dan pencucian			[Yellow bar]													
Analisis data dan pembahasan											[Grey bar]					
Penulisan laporan													[Orange bar]			

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Bahan Penelitian

Pada penelitian ini, dilakukan pengujian SEM-EDX untuk sampel *ferronickel* dan kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum dan sesudah pencucian. Dilakukan pula pengujian XRD untuk sampel kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ setelah pencucian.

4.1.1 Karakterisasi Sampel *Ferronickel*

Pada penelitian ini, sampel yang digunakan adalah serbuk *ferronickel* berukuran 50 μm . Serbuk *ferronickel* yang digunakan merupakan hasil dari proses *smelting* nikel laterit menggunakan *Mini Blast Furnace* (MBF). *Ferronickel* diuji menggunakan pengujian SEM-EDX untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung didalamnya. Hasil pengujian SEM-EDX sampel *ferronickel* dapat dilihat pada Tabel 4.1 dibawah.

Tabel 4. 1 Hasil pengujian SEM-EDX sampel *ferronickel*

Sampel	Kandungan Logam (%berat)			
	Ni	Fe	Co	Lain-lain
<i>Ferronickel</i>	15,35	67,66	2,30	14,69

Dari Tabel 4.1 didapatkan bahwa sampel *ferronickel* memiliki kandungan 15,35 wt% Ni, 67,66 wt% Fe, dan 2,3 wt% Co. Data tersebut diperoleh dari hasil pengujian SEM-EDX dan dijadikan sebagai basis perhitungan *recovery*.

4.1.2 Karakterisasi Sampel Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum Pencucian

Filtrat hasil dari proses sebelumnya kemudian dikristalisasi menggunakan metode *evaporative crystallization*. Filtrat dituangkan ke dalam cawan petri lalu dipanaskan pada temperatur 60°C untuk membentuk senyawa *nickel (II) sulfate hexahydrate* ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Produk kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ hasil dari proses kristalisasi kemudian diuji menggunakan pengujian SEM-EDX untuk mencari tahu komposisi dari tiap unsur yang terkandung. Tabel 4.2 dibawah merupakan hasil pengujian SEM-EDX dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum dilakukan proses pencucian.

Tabel 4. 2 Hasil pengujian SEM-EDX kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum pencucian

Sampel	Kandungan Logam (%berat)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-lain
Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum pencucian	20,91	1,60	0,83	2,69	73,87

4.1.3 Karakterisasi Sampel Kristal NiSO₄.6H₂O setelah Pencucian

Dapat dilihat pada Tabel 4.2, terdapat pengotor Ca yang cukup banyak. Sehingga diperlukan proses lanjutan untuk meminimalkan pengotor Ca. Proses pencucian dilakukan dengan memvariasikan temperatur dari larutan pencuci yang digunakan yakni larutan akuades. Variasi temperatur yang digunakan adalah temperatur ruang, 50°C, 75°C, dan 100°C. Berikut adalah hasil pengujian SEM-EDX dari kristal NiSO₄.6H₂O setelah proses pencucian. Data komposisi tiap unsur dapat dilihat pada Tabel 4.3 dibawah.

Tabel 4. 3 Hasil pengujian SEM-EDX kristal NiSO₄.6H₂O setelah pencucian

Variasi	Kandungan Logam (%berat)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-lain
Aq. RT	21,15	1,51	0,99	1,93	74,51
Aq. 50°C	22,81	1,55	0,84	1,91	72,89
Aq. 75°C	23,61	1,48	0,85	0,66	73,40
Aq. 100°C	24,36	1,01	0,90	0,25	73,48

4.2 Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap Senyawa dari Kristal NiSO₄.6H₂O yang terbentuk

Pada penelitian ini, produk yang dihasilkan adalah kristal nikel sulfat hidrat. Selanjutnya, produk kristal diuji karakterisasinya menggunakan pengujian XRD. Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan metalurgi FT-IRS ITS dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction PANalytical*. Instrumen pengujian XRD *PANalytical* di Laboratorium Karakterisasi Material ITS menggunakan difraktometer dengan Cu sebagai *anode material*. *X-ray energy* yang digunakan adalah Cu K- α dengan *wavelength* K- α 1 dan K- α 2 masing-masing sebesar 1,540598 Å dan 1,544426 Å serta energi sinarnya sebesar 8.04 keV. Posisi 2 θ diatur dengan rentang 10° - 90° untuk mengidentifikasi senyawa dari tiap *peak* yang terbentuk.

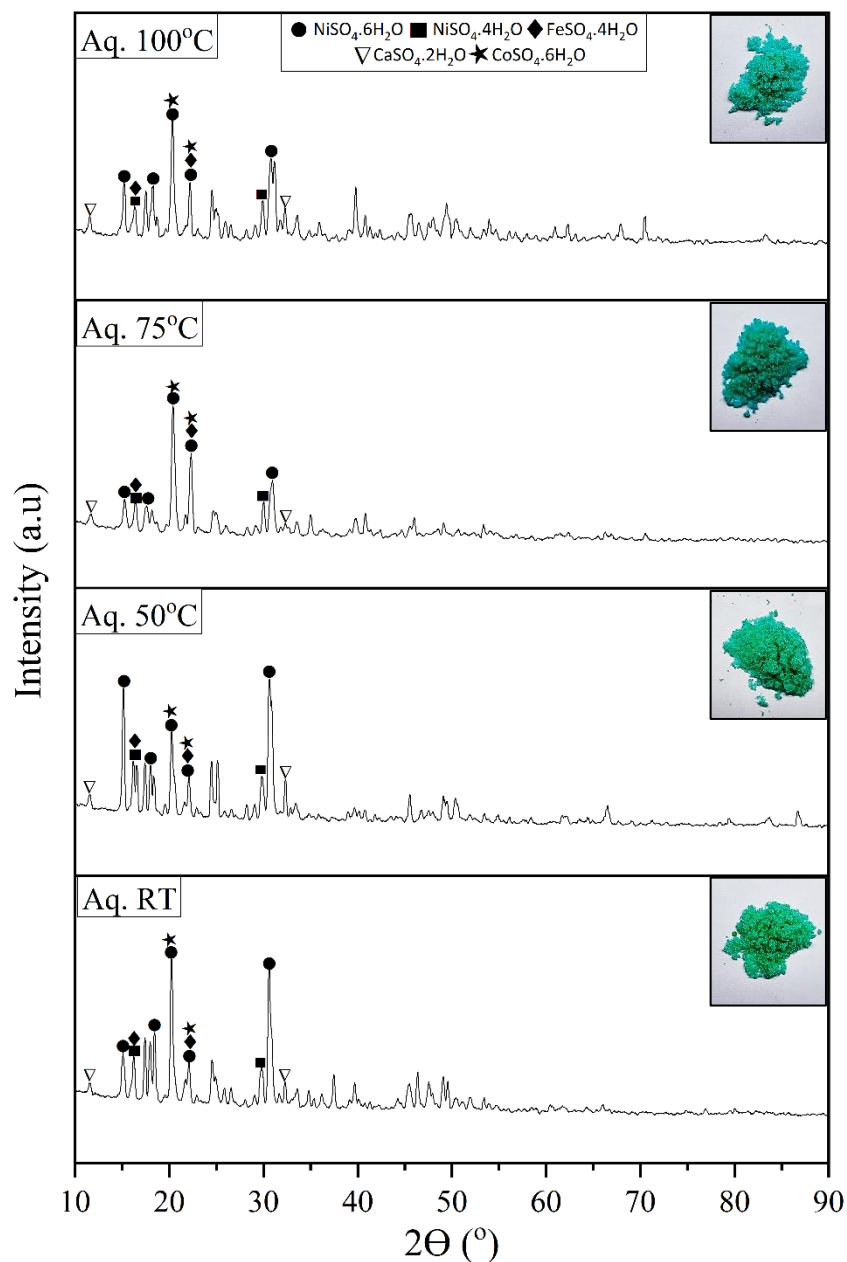
Pengujian XRD ditujukan untuk mencari tahu fasa dan atau senyawa nikel sulfat hidrat dan senyawa lain yang terbentuk pada produk kristal hasil dari proses kristalisasi. Adapun spesimen yang dilakukan pengujian diantaranya kristal nikel sulfat yang telah dilakukan pencucian menggunakan akuades pada temperatur ruang (Aq. RT). Kemudian kristal NiSO₄ yang dicuci pada temperatur 50°C (Aq.50°C). Selanjutnya kristal NiSO₄ yang telah dicuci menggunakan akuades pada temperatur 75°C (Aq.75°C). Dan spesimen uji yang terakhir adalah kristal NiSO₄ yang telah dicuci menggunakan akuades pada temperatur 100°C (Aq.100°C). Proses kristalisasi larutan nikel sulfat berlangsung pada temperatur 60°C. Ketika proses kristalisasi berlangsung pada temperatur 60°C maka produk kristal yang dihasilkan adalah fasa β -NiSO₄.6H₂O (Manomenova et al., 2005).

Dari data pengujian yang telah diperoleh, selanjutnya data dianalisa menggunakan *software Xpert High Score Plus* untuk memastikan senyawa yang terbentuk. Senyawa yang terbentuk dianalisa dengan menyesuaikan *peak* hasil pengujian dengan *database* dari *International Centre for Diffraction Data (ICDD)* yang terdapat pada *software*. Kode referensi *database* dari senyawa yang dicari tertera pada Tabel 4.4 dibawah.

Tabel 4. 4 ICDD number senyawa uji XRD

Senyawa	ICDD Number
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	00-033-0955
$\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	00-018-0892
$\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	00-019-0632
$\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	00-016-0304
$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	00-021-0816

Setelah data pengujian dianalisa menggunakan *software Xpert Highscore*. Data kemudian diinterpretasikan ke dalam bentuk grafik menggunakan *software OriginPro*. Gambar 4.1 dibawah menunjukkan fasa ataupun senyawa yang terbentuk pada tiap *peak* dari hasil pengujian XRD kristal NiSO_4 dengan 4 variasi temperature pencucian.



Gambar 4. 1 Grafik hasil pengujian XRD kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pada spesimen uji Aq.RT terdapat senyawa NiSO_4 hydrates dalam fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Setelah disesuaikan dengan kode referensi ICDD 00-033-0955 fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $15,1350^\circ$; $18,4514^\circ$; $20,2548^\circ$; $22,1139^\circ$ dan $30,5555^\circ$ fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $16,1853^\circ$ dan $29,9255^\circ$ setelah disesuaikan dengan kode referensi ICDD 00-018-0892. Senyawa lain seperti $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ juga terdapat pada kristal NiSO_4 .

Selanjutnya, pada spesimen uji Aq. 50°C senyawa NiSO_4 hydrates yang terbentuk terdapat dalam 2 fasa yakni $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada posisi 2θ $15,1919^\circ$, $18,0398^\circ$; $20,2727^\circ$; $22,1309^\circ$ dan $30,5898^\circ$ dan fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $16,1853^\circ$ dan $29,8245^\circ$. Sama seperti spesimen uji Aq.RT senyawa $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ juga muncul pada hasil pengujian XRD.

Pada spesimen uji Aq. 75°C fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $15,2523^\circ$; $18,089^\circ$; $20,3717^\circ$; $22,3487^\circ$ dan $30,8805^\circ$ sedangkan fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada 2θ $16,4765^\circ$ dan $30,0308^\circ$. Pada spesimen uji Aq. 75°C senyawa pengotor seperti $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ masih muncul pada grafik XRD, senyawa CaSO_4 muncul dalam *dihydrate* ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Pada variasi spesimen uji yang terakhir Aq. 100°C , senyawa NiSO_4 hydrates kembali muncul dalam 2 fasa yakni $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $15,1855^\circ$; $18,2054^\circ$; $20,3702^\circ$; $22,3273^\circ$; $30,7138^\circ$ dan $39,8012^\circ$. Sedangkan fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terdapat pada posisi 2θ $16,3385^\circ$ dan $29,9512^\circ$. Sama seperti 3 variasi sebelumnya, pada grafik XRD Aq. 100°C , masih ditemukan senyawa pengotor seperti $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Posisi 2θ senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dihasilkan dari pengujian XRD cocok atau sesuai dengan data ICDD 00-033-0955 pada *software xpert highscore*. Pada data ICDD 00-033-0955, karakteristik senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ memiliki struktur kristal *monoclinic* dan berwarna hijau. Jika karakteristik yang didapatkan seperti itu, maka disimpulkan jika senyawa yang terbentuk adalah β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Kathiravan et al., 2016). Karakteristik warna kristal dapat dilihat Gambar 4.3 dibawah. Keempat produk kristal pada semua variasi memiliki warna yang sama yakni berwarna hijau. Hal ini berarti bahwa pada semua produk kristal, senyawa yang terbentuk adalah β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Adapun posisi 2θ dari fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ selengkapnya disajikan pada Tabel 4.5 dibawah.

Tabel 4.5 Posisi 2θ fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada 4 variasi pencucian

Variasi Spesimen Uji	Posisi 2θ
Aq.RT	$15,1350^\circ$; $18,4514^\circ$; $20,2548^\circ$; $22,1139^\circ$ dan $30,5555^\circ$
Aq. 50°C	$15,1919^\circ$, $18,0398^\circ$; $20,2727^\circ$; $22,1309^\circ$ dan $30,5898^\circ$
Aq. 75°C	$15,2523^\circ$; $18,089^\circ$; $20,3717^\circ$; $22,3487^\circ$ dan $30,8805^\circ$
Aq. 100°C	$15,1855^\circ$; $18,2054^\circ$; $20,3702^\circ$; $22,3273^\circ$ dan $30,7138^\circ$

Setelah dianalisa menggunakan *software xpert highscore*, senyawa yang muncul pada grafik XRD adalah $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ merupakan produk utama dari penelitian ini, senyawa ini merupakan bentuk kristal dari larutan NiSO_4 hasil dari larutan *leaching*. Hal ini berkesesuaian dengan Persamaan 2.6 dimana senyawa NiO bereaksi langsung dengan H_2SO_4 membentuk senyawa baru yakni NiSO_4 . Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk ketika proses *evaporative crystallization* pada

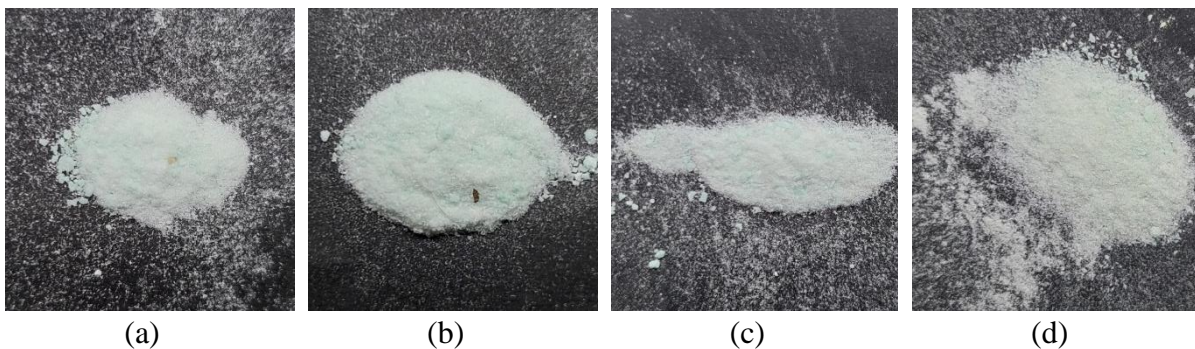
temperatur 60°C (Malecka et al., 2004) (Friesen et al., 1980). Fasa lain dari nikel sulfat hidrat pun terbentuk. $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ terbentuk pada produk kristal akibat dari waktu kristalisasi yang cukup lama. Pada penelitian yang dilakukan di laboratorium, pada saat proses kristalisasi tiap *region* pada cawan petri memiliki waktu kristalisasi yang berbeda. Di satu *region* kristal nikel sulfat sudah mengkristal sepenuhnya. Akan tetapi di *region* yang lain nikel sulfat masih berupa *cake* atau kristal yang masih basah. Sehingga, butuh waktu yang cukup lama sampai semua nikel sulfat yang terdapat di dalam cawan petri kering sepenuhnya. *Region* yang terlebih dahulu mengering kehilangan kadar air lebih banyak, akibatnya kristal tersebut cenderung terbentuk sebagai $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Jenssen et al., 2021). Terbentuknya senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ pada produk kristal akan mempengaruhi komposisi unsur Ni dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Pada grafik hasil pengujian XRD pada Gambar 4.1 diatas juga menunjukkan adanya senyawa pengotor $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Senyawa FeSO_4 terbentuk pada saat proses *leaching* berlangsung, dimana FeO bereaksi langsung dengan H_2SO_4 membentuk senyawa FeSO_4 seperti pada Persamaan 2.8. Ketika proses kristalisasi berlangsung senyawa FeSO_4 yang terkandung di dalam larutan *leaching* mulanya terkristalisasi menjadi $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Akan tetapi seiring kenaikan temperatur kristalisasi hingga 60°C, senyawa $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ terdehidrasi dan kehilangan 3 molekul H_2O sehingga membentuk senyawa $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Tsiura et al., 2021). Selanjutnya, senyawa CoSO_4 terbentuk ketika senyawa CoO bereaksi dengan H_2SO_4 pada proses *leaching* membentuk CoSO_4 . Pada produk kristal hasil dari proses kristalisasi senyawa CoSO_4 muncul dalam fase hidratnya yakni senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk karena senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang mulanya mengkristal pada proses kristalisasi berada pada kondisi tidak stabil, ketika temperatur kristalisasi mencapai 60°C. Hal ini berujung pada proses dehidrasi molekul H_2O sehingga membentuk senyawa $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Zhang et al., 2022). Senyawa CaSO_4 terbentuk pada proses presipitasi seperti pada Persamaan 2.10, 2.11, dan 2.12. Zat aditif CaCO_3 yang ditambahkan pada larutan hasil *leaching* bereaksi dengan senyawa FeSO_4 , NiSO_4 , dan CoSO_4 . Zat aditif CaCO_3 direaksikan dengan larutan *leaching* bertujuan untuk mengendapkan pengotor yang terkandung dalam larutan *leaching*, utamanya adalah unsur Fe. Proses pengendapan berlangsung pada pH 3,01 dimana pada pH 3,01 unsur Fe mengendap dan membentuk endapan senyawa besi (III) karbonat (FeCO_3). Pada saat proses presipitasi berlangsung terdapat senyawa ikutan CaSO_4 yang merupakan hasil dari reaksi pada persamaan 2.10, 2.11, dan 2.12. Senyawa CaSO_4 merupakan senyawa pengotor baru yang perlu dihilangkan. Pada grafik hasil pengujian XRD pada Gambar 4.1 diatas senyawa CaSO_4 muncul dalam fase dihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Terbentuknya senyawa $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ atau yang biasa disebut sebagai *gypsum* disebabkan karena senyawa ini cenderung stabil pada temperatur kristalisasi 60°C, sehingga senyawa CaSO_4 hidrat sepenuhnya mengkristal sebagai *gypsum* ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Tang et al., 2019). Senyawa *gypsum* terbentuk pada semua variasi pencucian.

4.3 Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap Komposisi Kimia dari Produk Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pada penelitian ini, komposisi unsur pada sampel kristal NiSO_4 dianalisis menggunakan metode uji SEM-EDX. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur Ni, Fe, Co, dan Ca yang terkandung dalam kristal NiSO_4 dari setiap variasi. Kristal NiSO_4 diperoleh dari proses kristalisasi larutan nikel sulfat hasil dari proses *leaching ferronickel*. Kristalisasi dilakukan dengan metode *evaporative crystallization*. Kristal NiSO_4 yang diperoleh selanjutnya diuji menggunakan pengujian SEM-EDX agar dapat diketahui komposisi kimia dari Ni, Fe, Co, dan Ca yang terkandung didalamnya. Didapatkan bahwa kristal NiSO_4 mengandung pengotor Fe, Co, dan Ca. Ca merupakan pengotor yang dominan dibanding yang lainnya, kandungan pengotor Ca di dalam kristal NiSO_4 cukup tinggi yakni sebesar 2,69 wt%. Nilai tersebut terlampaui tinggi dari syarat minimal kandungan Ca di dalam kristal NiSO_4 yakni. Hal ini

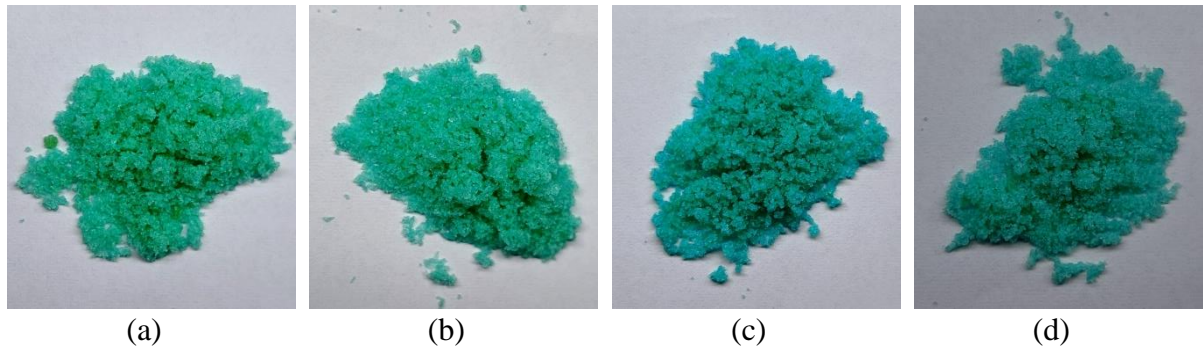
mempengaruhi kemurnian dari produk kristal, sehingga kandungan Ni juga berada dibawah syarat minimal. Kadar Ni yang terkandung di dalam kristal sebelum dilakukannya pencucian ialah sebesar 20,91 wt%. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses lanjutan untuk menurunkan nilai Ca sekaligus meningkat kadar Ni yang terkandung.

Proses pencucian dilakukan dengan tujuan untuk menurunkan kandungan Ca sekaligus meingkatkan kadar Ni. Menurut (Azimi, 2010) kelarutan CaSO_4 di dalam air baik itu anhidrat, dihidrat, maupun hemihidrat akan menurun ketika temperatur air ditingkatkan. Berbanding terbalik dengan NiSO_4 , kelarutan NiSO_4 di dalam air akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur. Dengan meningkatkan temperatur pencucian kristal, maka nilai kelarutan (*solubility*) CaSO_4 akan menurun secara gradual sehingga akan cenderung stabil dalam fase padatnya. Sedangkan kelarutan NiSO_4 akan meningkat sehingga NiSO_4 larut seluruhnya bersama larutan pencuci. Hal ini akan memudahkan peneliti untuk melakukan separasi antara CaSO_4 dengan larutan NiSO_4 . Proses separasi dilakukan dengan menyaring larutan nikel sulfat yang sudah dicuci menggunakan kertas saring. Kemudian, pengotor Ca yang mengendap didalam *glass beaker* dipisahkan, lalu sisa CaSO_4 yang tertinggal pada kertas saring juga dipisahkan. Selanjutnya, endapan CaSO_4 dikeringkan dan ditimbang untuk dihitung massanya. Gambar 4.2 dibawah menampilkan serbuk CaSO_4 hasil separasi dari proses pencucian pada temperatur ruang, 50°C , 75°C , dan 100°C .



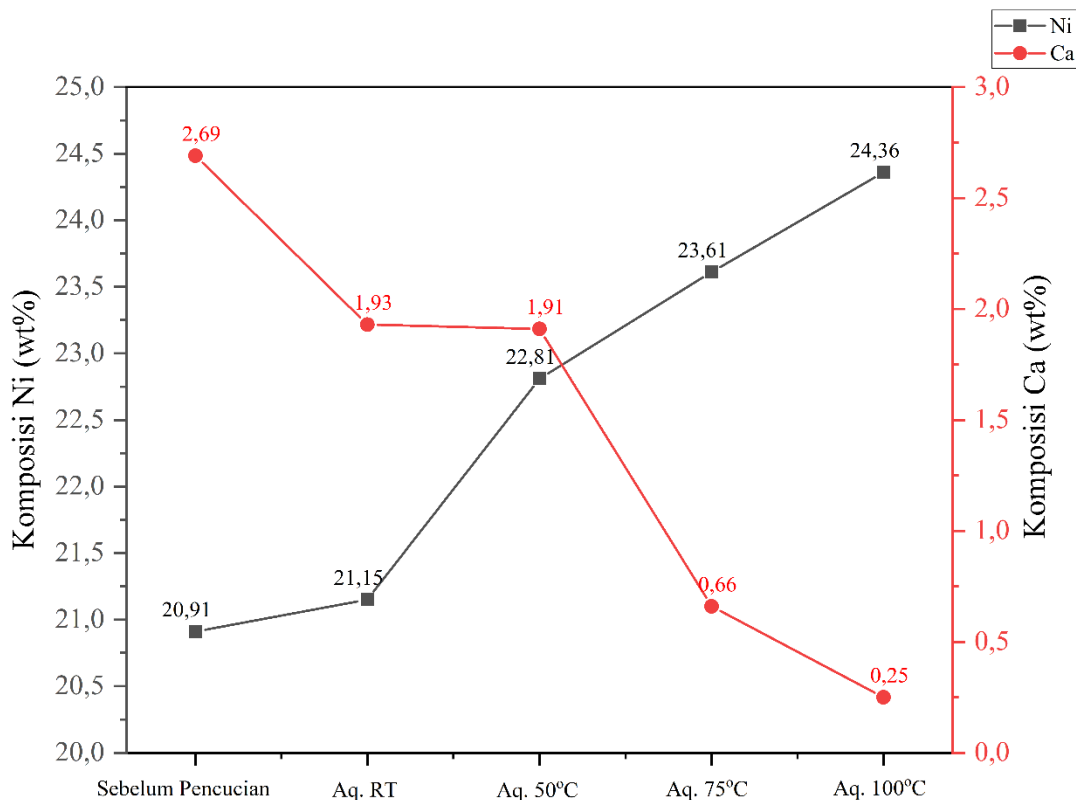
Gambar 4. 2 (a) Serbuk pengotor CaSO_4 hasil dari variasi pencucian Aq.RT (b) serbuk pengotor CaSO_4 hasil dari variasi pencucian Aq. 50°C (c) serbuk pengotor CaSO_4 hasil dari variasi pencucian Aq. 75°C (d) serbuk pengotor CaSO_4 hasil dari variasi pencucian Aq. 100°C

Setelah proses separasi serbuk CaSO_4 dari larutan nikel sulfat dilakukan, larutan nikel sulfat kemudian dikristalisasi kembali untuk mendapatkan produk kristal yang diinginkan. Produk kristal hasil dari proses re-kristalisasi ditampilkan pada Gambar 4.3 dibawah.



Gambar 4. 3 (a) Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi pencucian Aq. RT (b) kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi pencucian Aq. 50°C (c) kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi pencucian Aq. 75°C (d) kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi pencucian Aq. 100°C

Gambar 4.3 diatas menunjukkan produk kristal hasil dari proses re-kristalisasi larutan nikel sulfat setelah dicuci. Secara visual dapat terlihat jika produk kristal yang dihasilkan pada keempat variasi berwarna hijau. Karakteristik warna hijau pada kristal nikel sulfat menandakan bahwa senyawa yang terbentuk adalah $\beta\text{-NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Kathiravan et al., 2016). Produk kristal yang dihasilkan dari proses re-kristalisasi lalu diuji menggunakan pengujian SEM-EDX untuk memperoleh komposisi dari tiap unsur yang terkandung di dalam produk kristal. Adapun hasil pengujian SEM-EDX dari setiap variasi dapat dilihat pada Gambar 4.4 berikut.



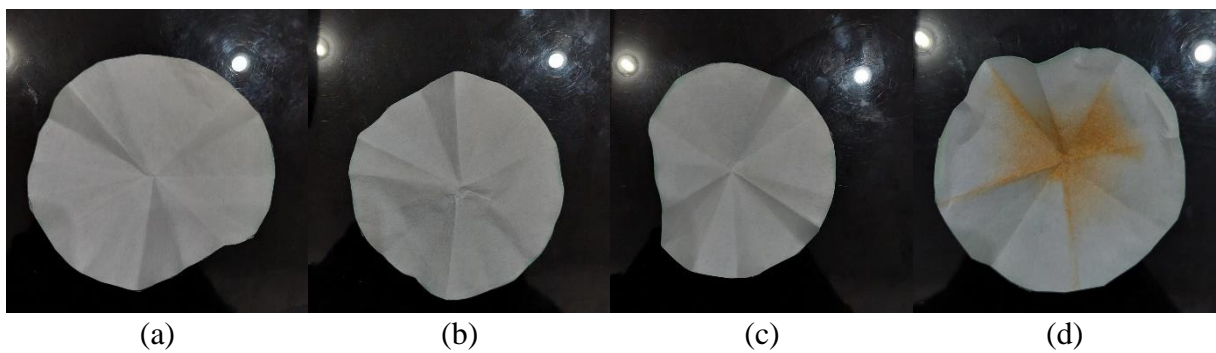
Gambar 4. 4 Grafik tren komposisi unsur Ni dan Ca dari 4 variasi temperatur pencucian

Terlihat pada Gambar 4.4, terjadi kenaikan kandungan unsur Ni dari sebelum kristal NiSO_4 dicuci hingga dicuci menggunakan 4 variasi temperatur pencucian. Unsur Ni meningkat dari

nilai 20,91wt% (sebelum pencucian), 21,15wt% (pencucian pada temperatur ruang), 22,81wt% (pencucian pada temperatur 50°C), 23,61 wt% (pencucian pada temperatur 75°C), dan 24,36wt% (pencucian pada temperatur 100°C). Tren kandungan unsur Ni berbanding terbalik dengan unsur pengotor yakni Ca, dimana komposisi unsur Ca semakin menurun seiring meningkatnya temperatur pencucian. Komposisi unsur Ca menurun dari 2,69wt% (sebelum pencucian), 1,93wt% (pencucian pada temperatur ruang), 1,91wt% (pencucian pada temperatur 50°C), 0,66 wt% (pencucian pada temperatur 75°C), dan 0,25wt% (pencucian pada temperatur 100°C). Tren dari data tersebut selaras dengan penelitian yang dilakukan oleh Azimi. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Azimi, kelarutan NiSO_4 dalam air akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur. Sebaliknya, kelarutan CaSO_4 di dalam air akan menurun dengan meningkatnya temperatur. Pada proses pencucian dengan 4 variasi temperatur, senyawa CaSO_4 akan cenderung stabil pada fasa solidnya karena nilai kelarutan yang semakin turun seiring dengan meningkatnya temperatur pencucian. Dengan demikian, CaSO_4 menjadi lebih mudah diseparasi dari produk kristal nikel sulfat. Berdasarkan hasil pengujian EDX terbukti bahwa variasi temperatur pencucian akan mempengaruhi kelarutan yang pencucian berpengaruh terhadap penurunan kadar pengotor Ca sekaligus meningkatkan kadar Ni dalam kristal NiSO_4 . Pada data di atas, didapat bahwa pada variasi temperatur pencucian 100°C, komposisi unsur Ni yang terkandung paling tinggi yakni 24,36wt% dan unsur pengotor Ca yang terkandung paling kecil yakni 0,25wt%. Berdasarkan grafik pengujian XRD pada Gambar 4.1, unsur Ni pada produk kristal nikel sulfat tidak hanya terkandung dalam satu fasa, akan tetapi muncul dalam 2 fasa yakni fasa $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Oleh karena itu, komposisi Ni pada variabel pencucian Aq.50°C, Aq.75°C, dan Aq.100°C lebih dari batas maksimumnya, dimana umumnya komposisi unsur Ni di dalam senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yakni sebesar 22,3298 wt%.

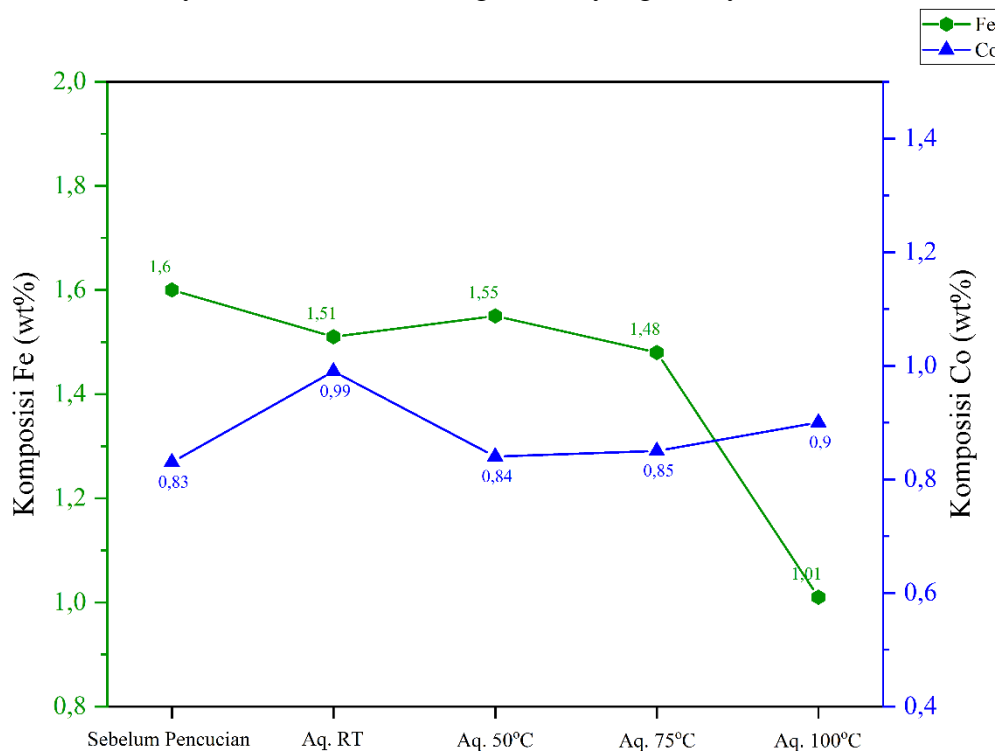
Unsur pengotor lainnya yakni Fe dan Co masih terkandung di dalam produk kristal. Akan tetapi kadar dari Fe dan Co sudah rendah. Penurunan kadar Fe yang awalnya bernilai 67,66 % pada *feed* (serbuk *ferronickel*) merupakan hasil dari proses presipitasi (*iron removal*) dan proses pemanasan filtrat hasil presipitasi. Kedua proses tersebut bertujuan untuk mengendapkan unsur Fe untuk kemudian diseparasi. Pada proses presipitasi, zat aditif kalsium karbonat (CaCO_3) ditambahkan ke dalam larutan *leaching*, proses presipitasi berlangsung pada pH 3,01 dimana pada pH tersebut unsur Fe akan mengendap sebagai senyawa FeCO_3 dan membentuk endapan berwarna oranye (Çetintaş & Bingöl, 2018). Endapan tersebut kemudian dipisahkan dari larutan

Semelalui proses *filtering*, kandungan Fe di dalam filtrat hasil penyaringan berkurang. Selanjutnya pada proses pemanasan. Untuk memaksimalkan penghilangan Fe, larutan kemudian dipanaskan di dalam oven pada temperatur 90°C selama 24 jam. Selama proses pemanasan, larutan mulai mengeruh dan setelah larutan berada pada kondisi supersaturasinya, endapan Fe berwarna oranye mengendap di dasar larutan. Selanjutnya, dilakukan proses *filtering* untuk memisahkan filtrat dari pengotor tersebut. Larutan tersebut kemudian dikristalisasi, produk kristal diuji SEM-EDX untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung di dalamnya. Didapatkan komposisi unsur Fe sebesar 1,60 %. Pada proses pencucian, kadar Fe kembali menurun. Kadar Fe terendah didapatkan pada variasi pencucian 100°C (Aq.RT). Kelarutan senyawa FeSO_4 pada temperatur 100°C rendah (Kobylin et al., 2011), sehingga pengotor Fe yang masih terkandung pada produk kristal tidak larut sepenuhnya. Terlihat pada Gambar 4.5, pada kertas saring terdapat endapan berwarna oranye yang merupakan pengotor Fe.



Gambar 4.5 Kertas saring hasil proses *filtering* dari larutan nikel sulfat setelah proses pencucian pada temperatur (a) temperatur ruang (b) 50°C (c) 75°C (d) 100°C

Pada Gambar 4.5 diatas terlihat bahwa pada kertas saring yang digunakan untuk menyaring larutan nikel sulfat yang telah dicuci menggunakan akuades pada temperature 100°C, terdapat endapa berwarna oranye. Endapan yang terdapat pada kertas saring tersebut merupakan pengotor Fe. Oleh karena itu, pada temperatur pencucian 100°C unsur Fe yang terkandung pada produk kristal kadarnya lebih kecil dibanding variasi yang lainnya .

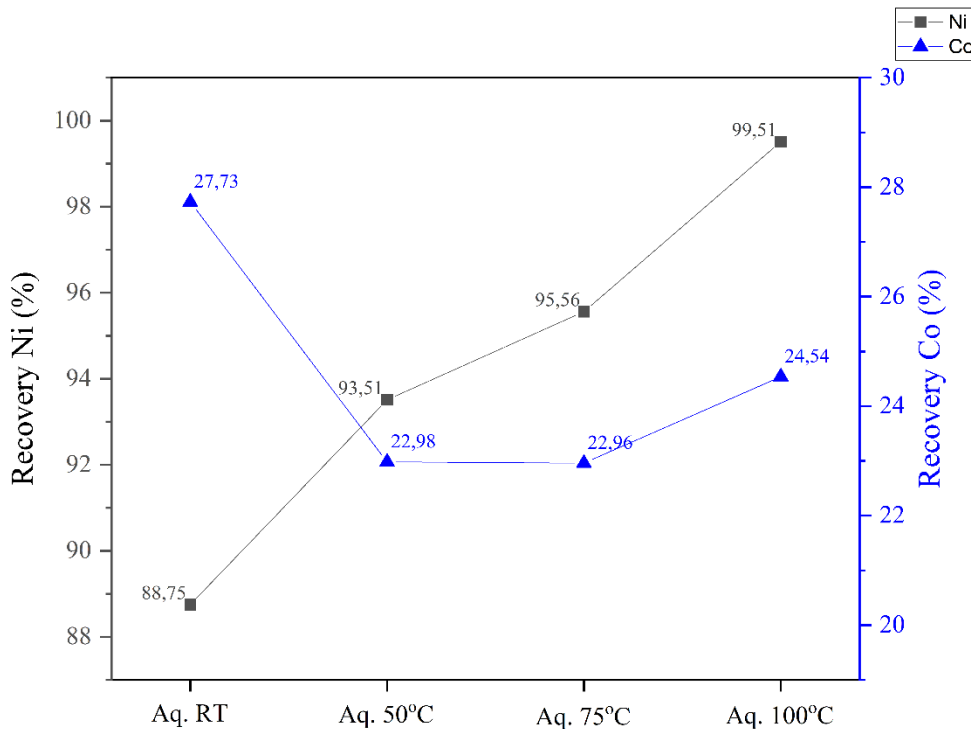


Gambar 4.6 Grafik tren komposisi unsur Fe dan Co dari 4 variasi temperatur pencucian

Gambar 4.6 diatas menyajikan grafik tren komposisi Fe dan Co pada kristal nikel sulfat sebelum dicuci dan setelah dicuci menggunakan 4 variasi. Terlihat pada gambar bahwa tren Fe menurun secara signifikan pada variasi Aq.100°C. Tren komposisi Co yang terkandung dalam produk kristal cenderung melandai dan komposisi unsur Co pada semua variasi hampir sama. Hal ini dikarenakan unsur Co susah dipisahkan dengan Ni melalui proses pengendapan, sehingga diperlukan proses lanjutan untuk memisahkan Co dari kristal nikel sulfat melalui proses *solvent extraction* (Li et al., 2019).

4.4 Pengaruh Variasi Temperatur Pencucian terhadap *Recovery* dari Produk Kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Penghitungan *recovery* dari unsur-unsur logam yang terkandung dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yakni Ni dan Co dilakukan untuk setiap variasi temperatur pencucian. Perhitungan *recovery* dilakukan menggunakan Persamaan 3.2 untuk mengetahui seberapa besar nilai *recovery* yang didapat dari setiap unsur pada produk kristal. Dengan membandingkan kandungan unsur pada produk dan kandungan unsur pada *feed*, nilai *recovery* dapat diperoleh. Berdasarkan perhitungan yang telah dilakukan, didapatkan nilai *recovery* dari setiap unsur seperti pada Gambar 4.7 dibawah ini.



Gambar 4. 7 Grafik tren *recovery* Ni dan Co dari variasi temperatur pencucian

Terlihat pada Gambar 4.7 nilai *recovery* Ni meningkat secara *gradual*. Nilai *recovery* Ni meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur pencucian dari temperatur ruang hingga temperature 100°C. Pada variasi pencucian temperatur ruang, *recovery* Ni yang didapatkan sebesar 88,75%, variasi pencucian 50°C nilai *recovery* Ni yang didapatkan sebesar 93,51%, variasi pencucian 75°C nilai *recovery* Ni yang didapatkan sebesar 95,56%, dan variasi pencucian 100°C nilai *recovery* Ni yang didapatkan sebesar 99,51%. *Recovery* Ni yang paling tinggi didapatkan pada variasi pencucian pada temperatur 100°C dengan nilai 99,51%, sedangkan nilai *recovery* Ni yang paling rendah didapatkan pada variasi pencucian pada temperatur ruang yakni dengan nilai 88,75%. Tingginya nilai *recovery* Ni pada variasi pencucian 100°C didapat karena kadar Ni yang terkandung di dalam produk sangat tinggi serta massa produk kristal cukup besar. Pada variasi pencucian 100°C, kadar Ni yang diperoleh sebesar 24,36%. Kadar Ni yang diperoleh pada variasi Aq.100°C merupakan nilai kadar Ni yang paling tinggi dibanding tiga variasi lainnya.

Temperatur pencucian dapat meningkatkan *solubility* dari senyawa NiSO_4 , sehingga senyawa NiSO_4 larut sepenuhnya bersama larutan pencuci. Selain itu, kelarutan CaSO_4 di dalam air akan menurun dengan meningkatnya temperatur (Azimi, 2010). Konsentrasi Ni di dalam larutan meningkat dengan tingginya nilai *solubility* yang disebabkan oleh temperatur pencucian. Sedangkan konsentrasi Ca pada filtrat kecil, hal ini disebabkan karena *solubility*

CaSO_4 yang menurun dengan meningkatnya temperatur pencucian. Akibatnya CaSO_4 cenderung stabil pada kondisi solid-nya, sehingga CaSO_4 yang ikut larut bersama larutan pencuci sangat kecil. Ketika larutan hasil pencucian dikristalisasi kembali dan diuji SEM-EDX, nilai komposisi Ca yang terkandung bernilai kecil yakni 0,25 % pada variasi Aq.100°C. Dengan berkurangnya pengotor CaSO_4 , kadar Ni dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ meningkat. Peningkatan kadar Ni dalam produk kristal akan meningkatkan nilai *recovery* yang didapat. Dalam hal ini, temperatur pencucian akan mempengaruhi komposisi unsur yang diperoleh sekaligus *recovery* dari Ni. Selanjutnya, *recovery* unsur Co tertinggi yang diperoleh pada penelitian ini sebesar 27,73% yang diperoleh pada variasi Aq.RT. *Recovery* Co yang diperoleh lebih kecil dari *recovery* Ni karena komposisi Co yang terkandung pada produk kristal tidak sebesar Ni.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat ditarik dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pada setiap variasi temperatur pencucian yakni Aq.RT, Aq.50°C, Aq.75°C, dan Aq.100°C senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk pada produk kristal hasil proses kristalisasi. Akan tetapi terdapat pula senyawa lain yang terbentuk seperti $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Senyawa yang terbentuk ialah β - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan karakteristik warna kristal berwarna hijau.
2. Komposisi unsur Ni, Fe, Co, dan Ca terbaik diperoleh pada variasi pencucian Aq.100°C dengan kandungan Ni sebesar 24,36 wt%, Fe sebesar 1,01 wt%, Co sebesar 0,90 wt%, dan Ca sebesar 0,25 wt%. Nilai komposisi unsur Ni tertinggi dan Ca terendah yang diperoleh pada variasi Aq.100°C didapatkan karena, pada temperatur pencucian 100°C kelarutan senyawa CaSO_4 menurun dan cenderung stabil pada fase padat sehingga mudah untuk dilakukan separasi. Sedangkan kelarutan NiSO_4 meningkat dan larut sempurna dengan larutan penguuci. Sehingga pada saat larutan di kristalisasi kembali, produk kristal yang dihasilkan mengandung komposisi Ni yang tinggi dengan komposisi Ca yang rendah.
3. Nilai *recovery* Ni tertinggi diperoleh pada variasi pencucian Aq.100°C yakni sebesar 99,51%. Nilai tersebut diperoleh karena kadar Ni yang terkandung pada produk kristal variasi Aq.100°C paling tinggi dibanding variasi lainnya. Selain itu, massa kristal yang diperoleh juga cukup tinggi yakni 1,2541 gram.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan setelah penelitian ini dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Perlu adanya penelitian lanjutan untuk menurunkan kadar Ca hingga mencapai target minimal unsur Ca yang terkandung pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yakni 0,001%.
2. Perlu adanya penelitian lanjutan terkait temperature dan waktu kristalisasi
3. Pada proses kristalisasi, pastikan kembali kondisi oven harus rata untuk menghindari perbedaan kecepatan larutan untuk mengkristal.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, F., Suryandaru, H. V., Saputra, N. D., & Pintowantoro, S. (2021). The effect of sulfuric acid concentration on the leaching process of crude Fe-Ni obtained from mini blast furnace process. *the 4Th International Conference on Materials and Metallurgical Engineering and Technology (Icommet) 2020*, 2384(December), 080003. <https://doi.org/10.1063/5.0071478>
- Agacayak, T., & Zedef, V. (2009). Dissolution kinetics of lateritic iron ore in sulphuric acid medium. *9th International Multidisciplinary Scientific Geoconference and EXPO - Modern Management of Mine Producing, Geology and Environmental Protection, SGEM 2009*, 1, 397–404.
- ALTANSUKH, B., HAGA, K., & SHIBAYAMA, A. (2014). Recovery of Nickel and Cobalt from a Low Grade Laterite Ore. *Resources Processing*, 61(2), 100–109. <https://doi.org/10.4144/rpsj.61.100>
- Azimi, G. (2010). *Evaluating the Potential of Scaling due to Calcium Compounds in Hydrometallurgical Processes*. October, 156.
- Bobzin, K., Öte, M., Knoch, M. A., Alkhasli, I., & Dokhanchi, S. R. (2019). Modelling of particle impact using modified momentum source method in thermal spraying. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 480(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/480/1/012003>
- Campagnol, N., Hoffman, K., Lala, A., & Ramsbottom, O. (2017). The future of nickel: a class act. *Basic Materials*, November, 1–16.
- Çetintaş, S., & Bingöl, D. (2018). Selective nickel recovery from iron-rich solutions. *Separation Science and Technology (Philadelphia)*, 53(3), 559–566. <https://doi.org/10.1080/01496395.2017.1391289>
- 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>
- Correa, M. M. J., Aliprandini, P., Tenório, J. A. S., Croce, D., & Espinosa, R. (2016). Precipitation of metals from liquor obtained in nickel mining. *TMS Annual Meeting*, 1, 333–338. <https://doi.org/10.1002/9781119275039.ch52>
- Crundwell, F. K., Moats, M. S., Ramachandran, V., Robinson, T. G., & Davenport, W. G. (2011). *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum-Group Metals*. www.elsevierdirect.com
- Danny Momat Kilangy, S. P. and F. (2021). Study Of The Effect Of pH Variation With CaCO₃ Additive In Neutralization Process Of Ferronickel Leaching Solution From Mini Blast Furnace For NiSO₄.6H₂O Synthesis. *Jurnal Teknik ITS*, 10(10), 1–7.
- Friesen, M., Burt, H. M., & Mitchell, A. G. (1980). The dehydration of nickel sulfate. *Thermochimica Acta*, 41(2), 167–174. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(80\)80061-X](https://doi.org/10.1016/0040-6031(80)80061-X)
- Havlik, T. (2008). Hydrometallurgy. In *Hydrometallurgy*. <https://doi.org/10.1533/9781845694616>
- Jenderal, J., Yani, A., Bintang, T., & Selatan, L. (2021). *I NCREASING OF M ETAL R ECOVERY IN L EACHING P ROCESS OF S PENT C ATALYST AT L OW T EMPERATURE : T HE A DDITION OF H YDROGEN*. 77–86.
- Jenssen, I. B., Bøckman, O., Andreassen, J.-P., & Ucar, S. (2021). The Effect of Reaction Conditions and Presence of Magnesium on the Crystallization of Nickel Sulfate. *Crystals*, 11(12), 1485. <https://doi.org/10.3390/cryst11121485>
- 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>
- Kobylin, P. M., Sippola, H., & Taskinen, P. A. (2011). Thermodynamic modelling of aqueous Fe(II) sulfate solutions. *Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 35(4), 499–511. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2011.08.005>
- Köse, C. H., & Topkaya, Y. A. (2011). Hydrometallurgical processing of nontronite type lateritic nickel ores by MHP process. *Minerals Engineering*, 24(5), 396–415. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2010.11.010>
- Larsen, P. B., & Tyle, H. (2008). *Nickel Sulphate. RISK ASSESSMENT. March*, 1–154.
- Li, Q., Fung, K. Y., & Ng, K. M. (2019). Separation of Ni, Co, and Mn from spent $\text{LiNi}_0.5\text{Mn}_0.3\text{Co}_0.2\text{O}_2$ cathode materials by ammonia dissolution [Research-article]. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 7(15), 12718–12725. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b00590>
- Ma, L., Nie, M., Xia, J., & Dahn, J. R. (2016). A systematic study on the reactivity of different grades of charged $\text{Li}[\text{NixMnyCoz}]\text{O}_2$ with electrolyte at elevated temperatures using accelerating rate calorimetry. *Journal of Power Sources*, 327, 145–150. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2016.07.039>
- Małecka, B., Drozd-Cieśla, E., & Małecki, A. (2004). Mechanism and kinetics of thermal decomposition of zinc oxalate. *Thermochimica Acta*, 423(1–2), 13–18. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2004.04.012>
- Manomenova, V. L., Rudneva, E. B., Voloshin, A. É., Soboleva, L. V., Vasil'ev, A. B., & McHedlishvili, B. V. (2005). Growth of α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ crystals at high rates. *Crystallography Reports*, 50(5), 877–882. <https://doi.org/10.1134/1.2049412>
- Masalov, V. M., Zhokhov, A. A., Manomenova, V. L., Rudneva, E. B., Voloshin, A. E., & Emelchenko, G. A. (2015). Growth of nickel sulfate hexahydrate (α - $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) single crystals under steady-state conditions of temperature difference. *Crystallography Reports*, 60(6), 963–969. <https://doi.org/10.1134/S1063774515060206>
- McDonald, R. G., & Whittington, B. I. (2008). Atmospheric acid leaching of nickel laterites review. Part I. Sulphuric acid technologies. *Hydrometallurgy*, 91(1–4), 35–55. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2007.11.009>
- Pelser, M., Eksteen, J. J., Lorenzen, L., & Aldrich, C. (2003). *the Control of Calcium and Magnesium in a Base Metal Sulphate Leach Solution. October*, 1240–1248.
- 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>
- Ramadhan, S. A., Pintowantoro, S., & Ramadhani, M. (2022). Analisis Pengaruh Metode Pencucian terhadap Hasil Kristalisasi dari Larutan Leaching Ferronickel Menggunakan Aditif CaCO_3 untuk Sintesis $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. *Jurnal Teknik ITS*, X, 1–9.
- Setiawan, H., Petrus, H. T. B. M., & Perdana, I. (2018). A kinetics study of acetic acid on cobalt leaching of spent LIBs: Shrinking Core Model. *MATEC Web of Conferences*, 154, 0–4. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201815401033>
- Shen, L., Sippola, H., Li, X., Lindberg, D., & Taskinen, P. (2019). Thermodynamic Modeling of Calcium Sulfate Hydrates in the $\text{CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ System from 273.15 to 473.15 K with Extension to 548.15 K. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 64(6), 2697–2709. <https://doi.org/10.1021/acs.jced.9b00112>
- Solar, M. Y., Candy, I., & Wasmund, B. (2008). Selection of optimum ferronickel grade for

- smelting nickel laterites. *CIM Bulletin*, 3(2), 101–108. <https://store.cim.org/en/selection-of-optimum-ferronickel-grade-for-smelting-nickel-laterites>
- 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>
- 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(4), 7636–7642. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b03476>
- Tsiura, N., Kindzera, D., Huzova, I., & Atamanyuk, V. (2021). Study of the Kinetics of Drying Iron (II) Sulfate Heptahydrate By Filtration Method. *ScienceRise*, 1, 11–21. <https://doi.org/10.21303/2313-8416.2021.001583>
- Tung, H. H., Paul, E. L., Midler, M., & McCauley, J. A. (2008). Crystallization of Organic Compounds: An Industrial Perspective. In *Crystallization of Organic Compounds: An Industrial Perspective*. <https://doi.org/10.1002/9780470447796>
- Zeng, D., & Wang, W. (2011). Solubility phenomena involving CaSO₄ in hydrometallurgical processes concerning heavy metals. *Pure and Applied Chemistry*, 83(5), 1045–1061. <https://doi.org/10.1351/PAC-CON-10-09-11>
- Zhang, J., Said, A., Han, B., & Louhi-Kultanen, M. (2022). Semi-batch evaporative crystallization and drying of cobalt sulphate hydrates. *Hydrometallurgy*, 208. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2022.105821>
- Zhu, Z., Pranolo, Y., Zhang, W., Wang, W., & Cheng, C. Y. (2010). Precipitation of impurities from synthetic laterite leach solutions. *Hydrometallurgy*, 104(1), 81–85. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2010.05.003>

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

I. Perhitungan Neraca Massa

Diketahui:

Massa *Ferronickel* = 2 gram

Komposisi *Ferronickel*

Fe-Ni (gram)	unsur	Massa relatif (gram/ mol)	Persen tase (%)	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

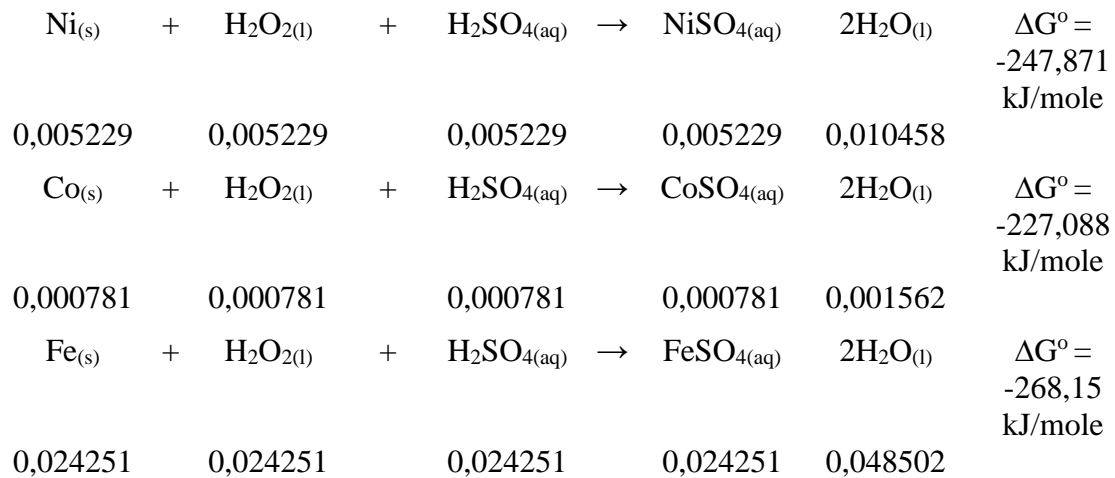
II. Perhitungan kebutuhan volume H₂O₂ 30%

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 = 1,028874 gram

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

Jadi, kebutuhan H₂O₂ untuk proses *Leaching* adalah sebanyak 1 mL.

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

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

Dimana :
 $Mr \text{ H}_2\text{SO}_4 = 98 \text{ gram/mol}$
 $\% \text{ massa H}_2\text{SO}_4 = 98 \%$
 $\rho \text{ H}_2\text{SO}_4 = 1,84 \text{ kg/L}$

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

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

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

$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 2M}$

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

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

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

Jadi, untuk membuat larutan $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 2M}$ sebanyak 120 mL yaitu dengan cara melarutkan $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 98 \%}$ sebanyak 13,04 mL ke dalam *aquadest* sebanyak 106,96 mL

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

Hasil pengujian SEM-EDX pada sampel *ferronickel*

Sampel	Kandungan Logam (%berat)			
	Ni	Fe	Co	Lain-lain
<i>Ferronickel</i>	15,35	67,66	2,30	14,69

Hasil pengujian SEM-EDX pada sampel kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Variasi	Kandungan Logam (%berat)				
	Ni	Fe	Co	Ca	Lain-lain
Aq. RT	21,15	1,51	0,99	1,93	74,51
Aq. 50°C	22,81	1,55	0,84	1,91	72,89
Aq. 75°C	23,61	1,48	0,85	0,66	73,40
Aq. 100°C	24,36	1,01	0,90	0,25	73,48

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

1. Variasi pencucian temperature ruang (Aq. RT)

$$\%Ni = \frac{21,15\% \times 1,2883}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 88,75\%$$

$$\%Co = \frac{0,99\% \times 1,2883}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 27,73\%$$

2. Variasi pencucian temperature ruang (Aq. RT)

$$\%Ni = \frac{22,81\% \times 1,2586}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 93,51\%$$

$$\%Co = \frac{0,84\% \times 1,2586}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 22,98\%$$

3. Variasi pencucian temperature ruang (Aq. RT)

$$\%Ni = \frac{23,61\% \times 1,2426}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 95,56\%$$

$$\%Co = \frac{0,85 \times 1,2426}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 22,96\%$$

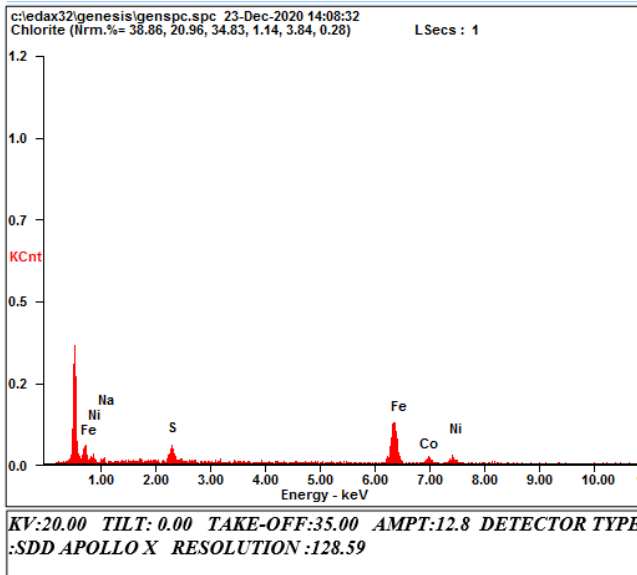
4. Variasi pencucian temperature ruang (Aq. RT)

$$\%Ni = \frac{24,36\% \times 1,2541}{15,35\% \times 2} \times 100\% = 99,51\%$$

$$\%Co = \frac{0,90\% \times 1,2541}{2,3\% \times 2} \times 100\% = 24,54\%$$

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

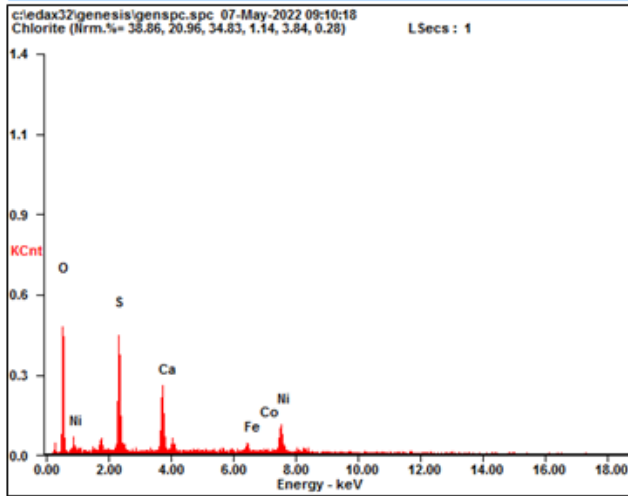
Ferronickel



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

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : DEFAULT

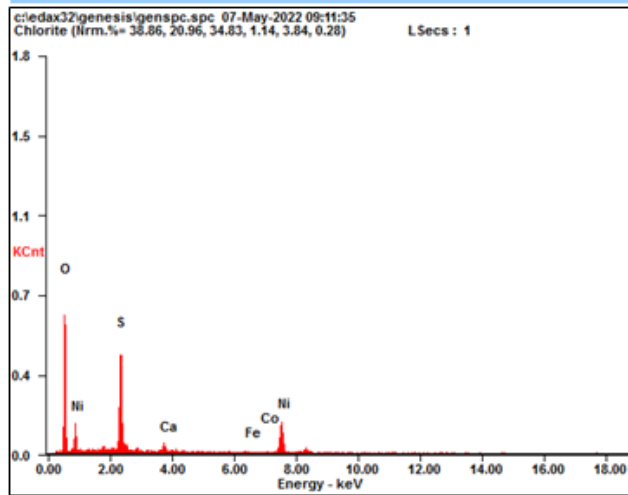
Kristal NiSO₄.6H₂O sebelum pencucian



KV:20.00 TILT: 0.00 TAKE-OFF:35.00 AMPT:12.8 DETECTOR TYPE :SDD APOLLO X RESOLUTION :128.59

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

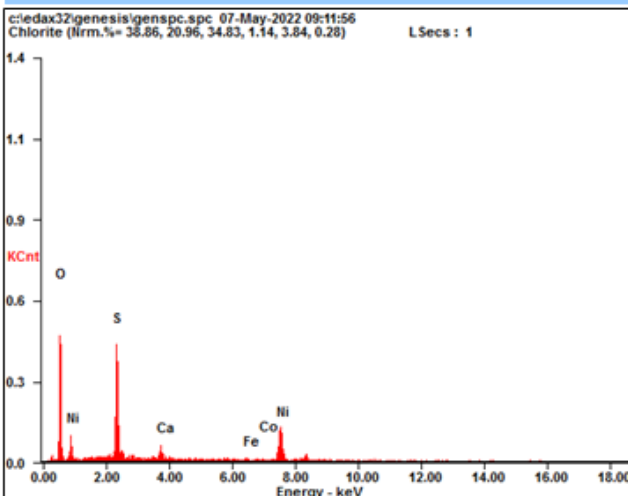
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



KV:20.00 TILT: 0.00 TAKE-OFF:35.00 AMPT:12.8 DETECTOR TYPE :SDD APOLLO X RESOLUTION :128.59

Element	Wt %	At %
OK	47.21	71.34
SK	18.92	14.27
CaK	02.12	01.28
FeK	01.60	00.73
CoK	01.37	00.56
NiK	28.78	11.81

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

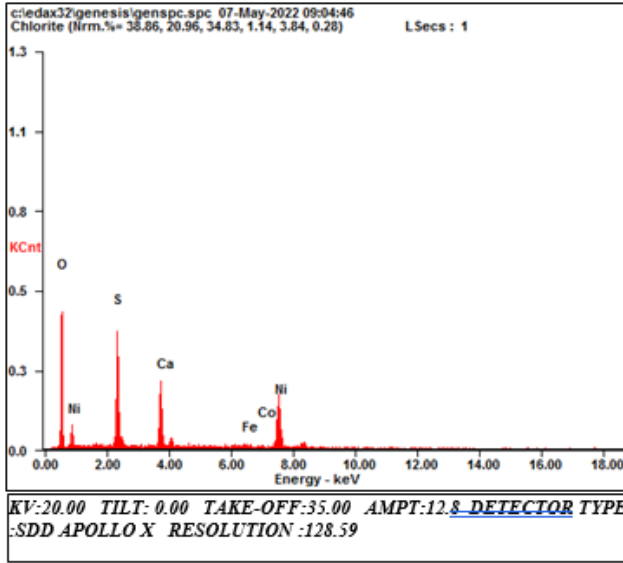


KV:20.00 TILT: 0.00 TAKE-OFF:35.00 AMPT:12.8 DETECTOR TYPE :SDD APOLLO X RESOLUTION :128.59

Element	Wt %	At %
OK	42.10	67.21
SK	19.44	15.49
CaK	02.69	01.72
FeK	01.42	00.60
CoK	00.83	00.36
NiK	33.52	14.62

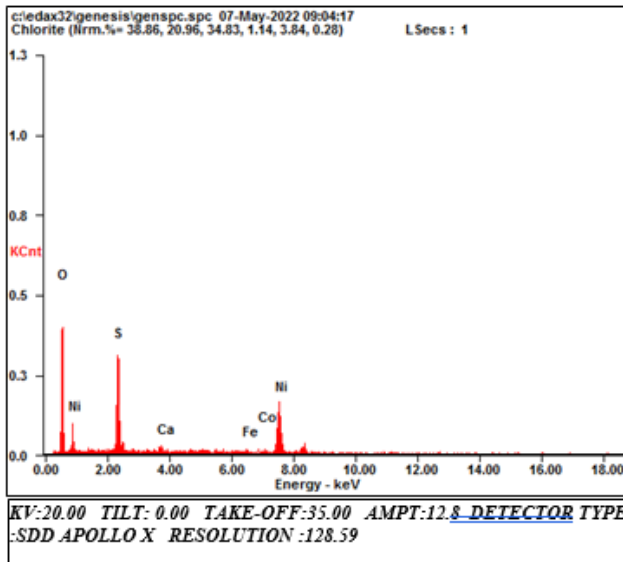
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Aq-RT



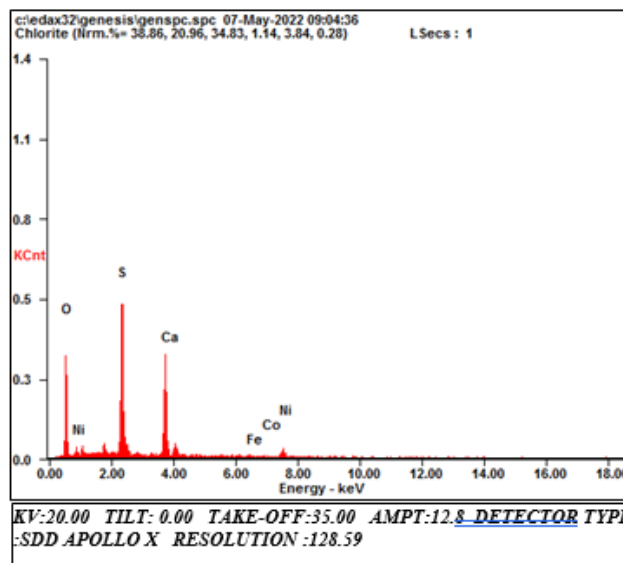
Element	Wt %	At %
O K	50.53	65.20
S K	14.44	11.86
Ca K	10.91	07.17
Fe K	01.88	00.89
Co K	01.09	00.49
Ni K	21.15	14.39

EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
TABLE : DEFAULT



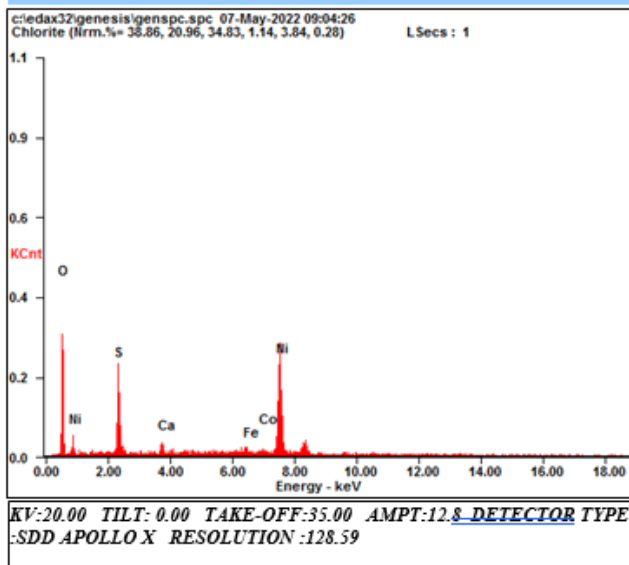
Element	Wt %	At %
O K	38.44	65.16
S K	16.05	13.57
Ca K	01.04	00.70
Fe K	01.51	00.73
Co K	01.52	00.70
Ni K	41.45	19.14

EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	49.18	69.63
S K	21.31	15.14
Ca K	20.27	11.52
Fe K	00.83	00.34
Co K	00.99	00.46
Ni K	07.60	02.91

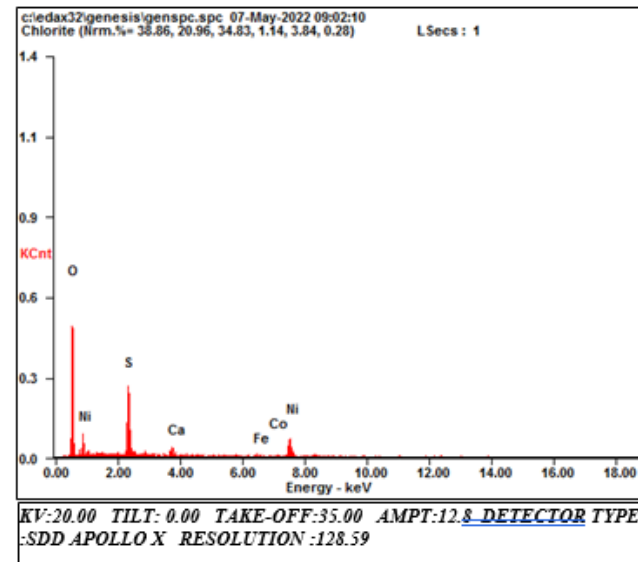
EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
TABLE : DEFAULT



OK	25.90	53.24
SK	10.07	10.32
CaK	01.93	01.58
FeK	02.40	01.41
CoK	01.67	00.93
NiK	58.03	32.50

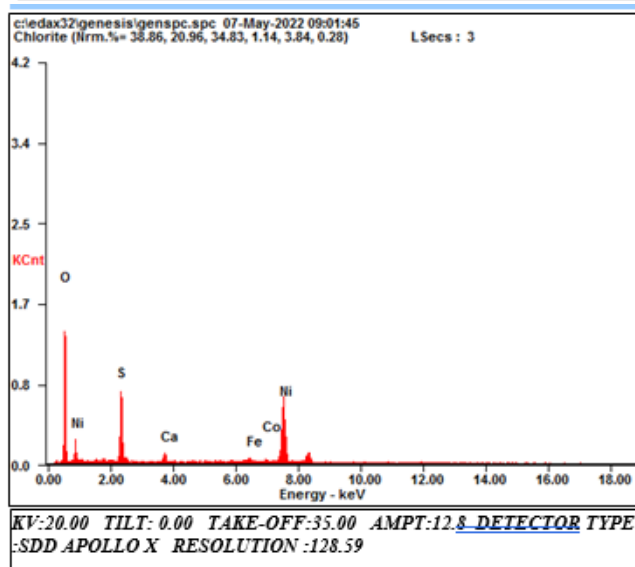
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Aq.50°C



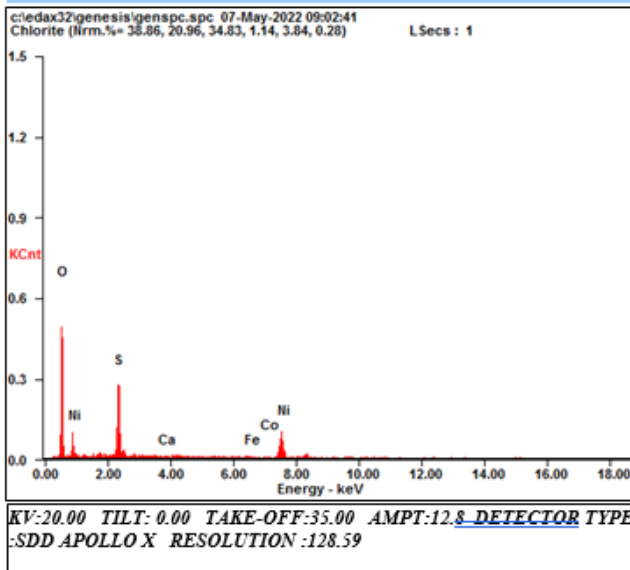
Element	Wt %	At %
OK	55.31	77.24
SK	16.23	11.31
CaK	03.44	01.92
FeK	01.25	00.50
CoK	00.96	00.36
NiK	22.81	08.68

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
OK	34.16	62.31
SK	10.84	09.87
CaK	01.91	01.39
FeK	01.55	00.81
CoK	01.37	00.68
NiK	50.17	24.94

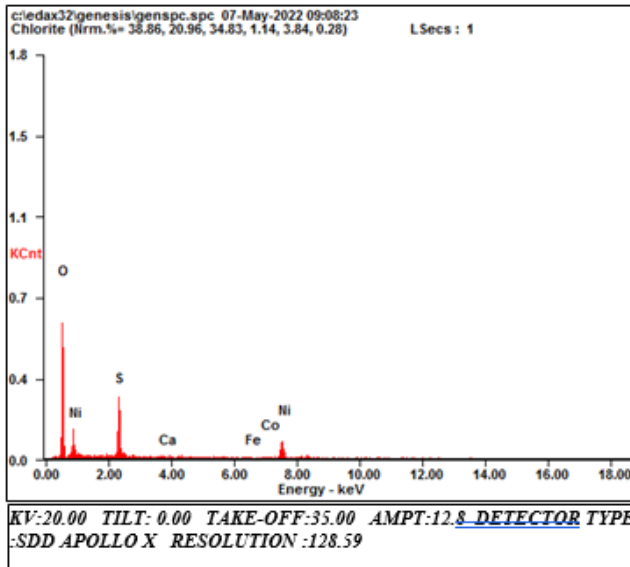
EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	51.02	74.47
S K	17.98	13.10
Ca K	00.40	00.23
Fe K	01.40	00.59
Co K	00.84	00.33
Ni K	28.36	11.28

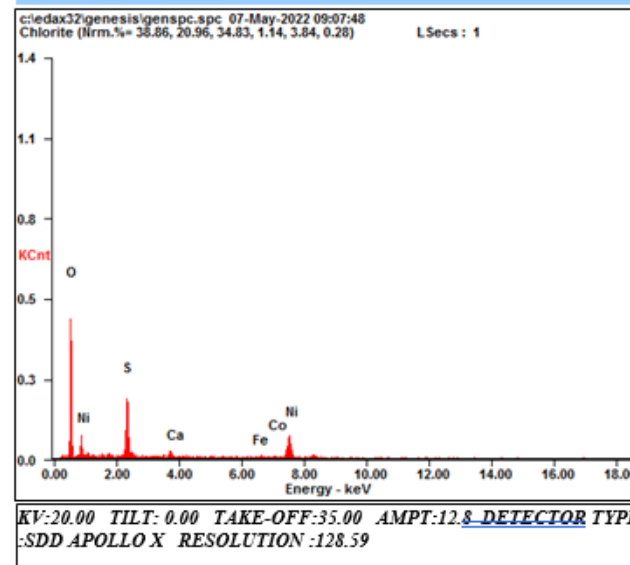
EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
 TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Aq.75°C



Element	Wt %	At %
O K	58.28	79.49
S K	15.81	10.76
Ca K	00.66	00.36
Fe K	00.79	00.31
Co K	00.85	00.31
Ni K	23.61	08.78

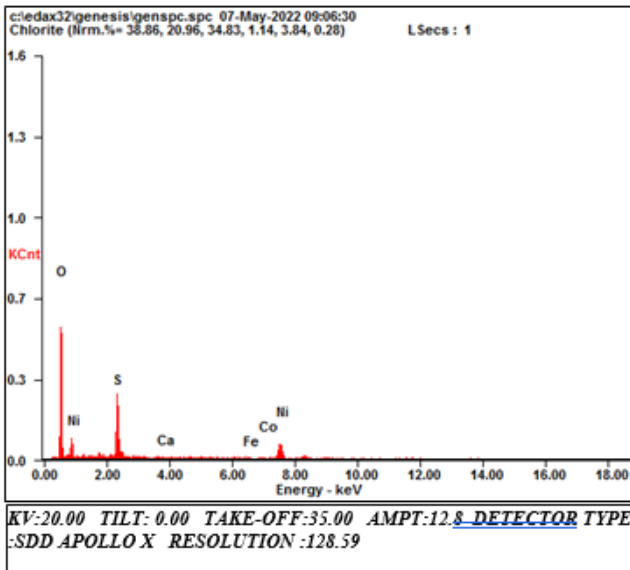
EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
 TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	51.75	75.49
S K	14.40	10.48
Ca K	02.94	01.71
Fe K	01.48	00.62
Co K	01.21	00.48
Ni K	28.21	11.21

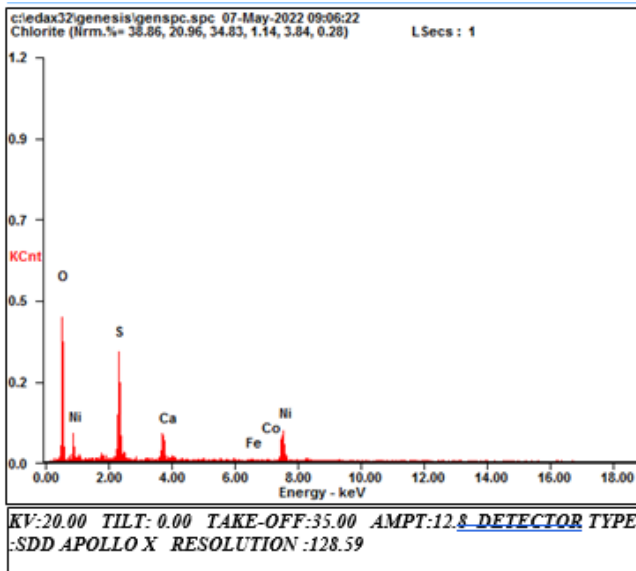
EDAX ZAF QUANTIFICATION [STANDARDLESS_SEC](#)
 TABLE : DEFAULT

Kristal NiSO₄.6H₂O Aq,100°C



Element	Wt %	At %
O K	56.57	78.32
S K	16.72	11.55
Ca K	00.25	00.14
Fe K	01.01	00.40
Co K	01.09	00.41
Ni K	24.36	09.19

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT



Element	Wt %	At %
O K	48.58	72.15
S K	17.22	12.76
Ca K	06.48	03.84
Fe K	01.52	00.65
Co K	00.90	00.36
Ni K	25.29	10.24

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS_SEC
TABLE : DEFAULT

VI. Data ICDD-JCPDS senyawa yang terbentuk pada produk kristal NiSO₄·6H₂O

Date: 08/06/2022 Time: 20:28:44

File: Kristal NiSO₄·6H₂O 100°C

User: fazaf

Name and formula

Reference code: 00-033-0955

Mineral name: Nickelhexahydrate, syn
Compound name: Nickel Sulfate Hydrate
PDF index name: Nickel Sulfate Hydrate

Empirical formula: H₁₂NiO₁₀S
Chemical formula: NiSO₄ · 6H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: A2/a
Space group number: 15

a (Å): 24,1880
b (Å): 7,2410
c (Å): 9,8950
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 98,4100
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,04
Volume of cell (10⁶ pm³): 1714,43
Z: 8,00

RIR: -

Subfiles and Quality

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

Comments

Color: Green
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Color: Green
Sample Preparation: Sample prepared by slow evaporation from a solution of nickel sulfate in an aqueous solution of H₃PO₄
Temperature of Data Collection: Pattern taken at 25 C
Additional Patterns: To replace 18-891 and 26-1288
Optical Data: A=1.472, Q=1.502, Sign=-.

References

Date: 08/06/2022 Time: 20:28:44

File: Kristal NiSO46H2O 100°C

User: fazaf

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

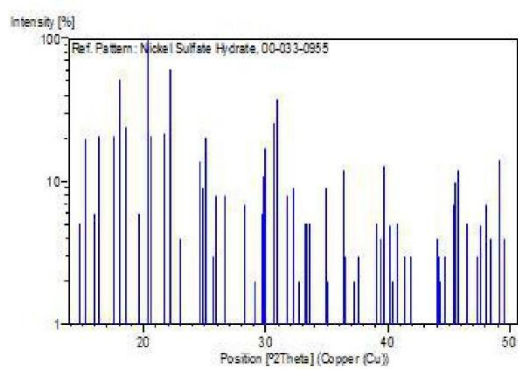
Date: 08/06/2022 Time: 20:28:44

File: Kristal NiSO46H2O 100°C

User: fazaf

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: 08/06/2022 Time: 20:27:57

File: Kristal NiSO₄·4H₂O 100°C

User: fazaf

Name and formula

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

Crystallographic parameters

Crystal system: Unknown

RIR: -

Status, subfiles and quality

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

Comments

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

References

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

Peak list

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

1 Of 3

Date: 08/06/2022 Time: 20:27:57

File: Kristal NiSO46H2O 100°C

User: fazaf

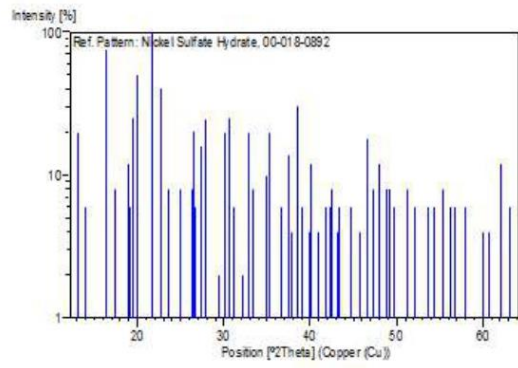
16	3,25000	27,421	16,0
17	3,20000	27,858	25,0
18	3,03000	29,455	2,0
19	2,96600	30,106	20,0
20	2,91800	30,613	25,0
21	2,87800	31,049	6,0
22	2,77400	32,244	2,0
23	2,72000	32,902	20,0
24	2,68400	33,357	8,0
25	2,57200	34,854	10,0
26	2,54200	35,279	20,0
27	2,45200	36,619	6,0
28	2,39700	37,490	14,0
29	2,37300	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

Date: 08/06/2022 Time: 20:27:57

File: Kristal NiSO₄H₂O 100°C

User: fazaf



3 Of 3

FeSO₄·4H₂O

Date: 29/06/2022 Time: 13:23:20

File: Setelah Pencucian Pada 75°C

User: fazaf

Name and formula

Reference code: 00-019-0632
Mineral name: Rozenite, syn
Compound name: Iron Sulfate Hydrate
PDF index name: Iron Sulfate Hydrate
Empirical formula: FeH₈O₈S
Chemical formula: FeSO₄ · 4H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: P21/n
Space group number: 14
a (Å): 5,9590
b (Å): 13,6100
c (Å): 7,9610
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,4450
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,36
Measured density (g/cm³): 2,19
Volume of cell (10⁶ pm³): 645,63
Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and Quality

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

Comments

Color: White
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Optical Data: A=1.527, B=1.536, Q=1.541, Sign=-, 2V=73°(calc.)
Color: White
Unit Cell: Reference reports: a=5.799, b=13.648, c=7.977. b=90.433. Cell parameters generated by least squares refinement.

References

Primary reference: Pannetier, Bregeault et al., *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 3141, (1964)
Structure: Baur, H., *Acta Crystallogr.*, **15**, 815, (1962)

Date: 29/06/2022 Time: 13:23:20

File: Setelah Pencucian Pada 75°C

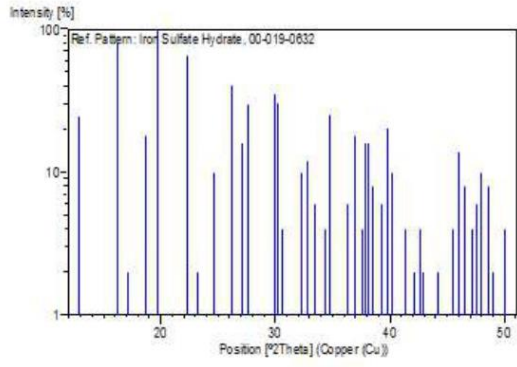
User: fazaf

Optical data: Jambor, J., Traill, R., *Can. Mineral.*, **7**, 751, (1963)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	1	6,88000	12,857	25,0
2	1	1	0	5,48000	16,161	80,0
3	0	2	1	5,19000	17,071	2,0
4	1	0	1	4,76000	18,626	18,0
5	1	1	1	4,49000	19,757	100,0
6	0	0	2	3,99000	22,263	65,0
7	0	1	2	3,83000	23,205	2,0
8	1	3	0	3,61000	24,641	10,0
9	0	4	0	3,40000	26,189	40,0
10	-1	3	1	3,29000	27,081	16,0
11	-1	1	2	3,23000	27,594	30,0
12	-1	2	2	2,98400	29,920	35,0
13	-1	4	0	2,95800	30,189	30,0
14	2	1	0	2,91300	30,667	4,0
15	1	4	1	2,77000	32,292	10,0
16	2	2	0	2,72900	32,791	12,0
17	1	3	2	2,67200	33,511	6,0
18	0	1	3	2,60300	34,426	4,0
19	2	2	1	2,57700	34,785	25,0
20	1	5	0	2,47500	36,267	6,0
21	-1	0	3	2,42900	36,978	18,0
22	-1	1	3	2,39300	37,555	4,0
23	2	0	2	2,37500	37,851	16,0
24	-2	1	2	2,35900	38,117	16,0
25	2	1	2	2,34000	38,439	8,0
26	0	3	3	2,29000	39,312	6,0
27	0	6	0	2,26600	39,746	20,0
28	2	4	0	2,24100	40,209	10,0
29	0	6	1	2,18200	41,345	4,0
30	-1	3	3	2,14300	42,133	2,0
31	-2	3	2	2,11700	42,675	4,0
32	2	3	2	2,10500	42,931	2,0
33	1	6	1	2,04800	44,187	2,0
34	0	0	4	1,99100	45,522	4,0
35	0	1	4	1,96900	46,060	14,0
36	2	4	2	1,94800	46,586	8,0
37	3	0	1	1,92400	47,202	4,0
38	3	2	0	1,90800	47,622	6,0
39	2	2	3	1,89500	47,969	10,0
40	-1	6	2	1,87300	48,569	8,0
41	-3	2	1	1,85600	49,043	2,0
42	-2	3	3	1,82200	50,020	4,0

Stick Pattern



CoSO₄·6H₂O

Date: 08/07/2022 Time: 07:45:50 File: Kristal NiSO46H2O 100°C User: fazaf

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

1 Of 3

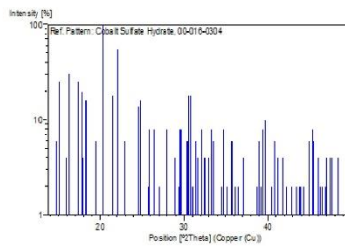
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	0	4	6,01000	14,728	6,0
2	1	1	0	5,85000	15,133	25,0
3	1	1	1	5,57000	15,898	4,0
4	-1	1	2	5,45000	16,251	30,0
5	1	1	2	5,09000	17,409	25,0
6	2	0	0	4,97000	17,832	20,0
7	-1	1	3	4,93000	17,978	4,0
8	-2	0	2	4,85000	18,277	16,0
9	1	1	3	4,54000	19,537	6,0
10	-1	1	4	4,38000	20,258	100,0
11	-2	0	4	4,14000	21,446	18,0
12	1	1	4	4,02000	22,094	55,0
13	-1	1	5	3,88000	22,902	6,0
14	0	2	0	3,62000	24,572	14,0
15	2	0	4	3,58000	24,851	16,0
16	0	2	2	3,46000	25,727	2,0
17	-1	1	6	3,45000	25,803	8,0
18	-2	0	6	3,37000	26,426	8,0
19	0	2	3	3,30000	26,998	2,0
20	1	1	6	3,18000	28,037	8,0
21	0	2	4	3,10000	28,776	1,0
22	-1	1	7	3,08000	28,967	4,0
23	-3	1	1	3,04000	29,356	2,0
24	-3	1	2	3,02000	29,555	8,0
25	3	1	0	3,01000	29,655	8,0
26	-3	1	3	2,95000	30,273	6,0
27	-2	2	1	2,93300	30,453	6,0
28	2	0	6	2,92000	30,591	18,0
29	-2	2	2	2,89800	30,829	18,0
30	2	2	1	2,87400	31,093	2,0
31	-3	1	4	2,84700	31,396	6,0
32	-2	2	3	2,82600	31,635	4,0
33	2	2	2	2,78800	32,078	8,0
34	-1	1	8	2,77100	32,280	1,0
35	-2	0	8	2,75400	32,485	4,0
36	-3	1	5	2,72000	32,902	4,0
37	3	1	3	2,70400	33,103	1,0
38	0	2	6	2,68500	33,344	8,0
39	2	2	3	2,67400	33,485	6,0
40	-2	2	5	2,59900	34,481	2,0
41	1	1	8	2,58500	34,674	8,0
42	3	1	4	2,56000	35,023	1,0
43	2	2	4	2,54600	35,222	2,0
44	-1	1	9	2,51300	35,700	6,0
45	-4	0	2	2,50600	35,803	6,0
46	0	2	7	2,48800	36,071	2,0
47	-2	2	6	2,46400	36,435	2,0
48	-4	0	4	2,42200	37,089	4,0
49	1	3	0	2,34200	38,405	1,0
50	-2	2	7	2,32600	38,690	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: 08/07/2022 Time: 07:45:50 File: Kristal NiSO4.6H2O 100°C User: fazaf

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

Stick Pattern



CaSO₄·2H₂O

Date: 06/06/2022 Time: 02:07:39

File: Kristal NiSO₄·2H₂O 100°C

User: fazaf

Name and formula

Reference code: 00-021-0816
Mineral name: Gypsum
Compound name: Calcium Sulfate Hydrate
PDF index name: Calcium Sulfate Hydrate
Empirical formula: CaH₄O₆S
Chemical formula: CaSO₄ · 2H₂O

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: C2/c
Space group number: 15

a (Å): 6,2860
b (Å): 15,2130
c (Å): 5,6780
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 114,1000
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,31
Measured density (g/cm³): 2,32
Volume of cell (10⁶ pm³): 495,65
Z: 4,00

RIR: 1,70

Subfiles and Quality

Subfiles: Cement and Hydration Product
Common Phase
Educational pattern
Forensic
Inorganic
Mineral
Quality: Star (S)

Comments

Color: Colorless
Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Optical Data: A=1.521, B=1.523, Q=1.530, Sign=+, 2V=58°
Color: Colorless
Additional Patterns: For diffractometer-intensities see PDF 33-311. Validated by calculated pattern 36-432.

References

Primary reference: Visser, J., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands., *ICDD Grant-in-Aid*,

Date: 06/06/2022 Time: 02:07:39

File: Kristal NiSO46H2O 100°C

User: fazaf

(1969)
Structure: Pederson, B., Semmingsen, D., *Acta Crystallogr., Sec. B*, **38**, 1074, (1982)
Optical data: Winchell, A., *Elements of Optical Mineralogy*, **2**, 157, (1951)

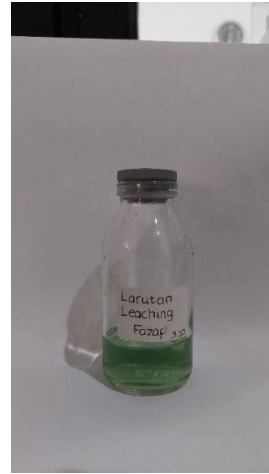
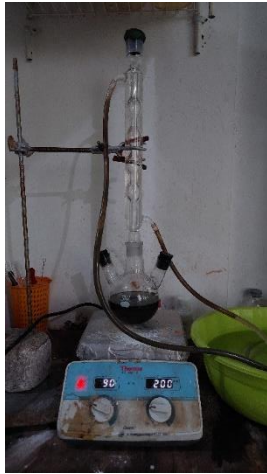
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	2	0	7,61000	11,619	45,0
2	-1	1	1	4,74000	18,705	4,0
3	0	2	1	4,28000	20,737	90,0
4	-1	3	0	3,80000	23,391	8,0
5	1	1	1	3,17000	28,127	4,0
6	0	4	1	3,07000	29,063	30,0
7	2	0	0	2,87100	31,127	100,0
8	-1	1	2	2,78800	32,078	20,0
9	2	2	0	2,68400	33,357	50,0
10	-1	5	1	2,59500	34,536	2,0
11	-2	0	2	2,49600	35,951	20,0
12	-1	3	2	2,47500	36,267	2,0
13	0	2	2	2,45400	36,588	6,0
14	-2	4	1	2,40600	37,345	2,0
15	1	5	1	2,22000	40,606	6,0
16	0	4	2	2,14200	42,153	2,0
17	-2	4	2	2,08700	43,320	14,0
18	-3	1	1	2,07300	43,627	20,0
19	1	1	2	2,04800	44,187	4,0
20	-1	7	1	1,99300	45,474	2,0
21	-3	1	2	1,95400	46,434	6,0
22	-2	6	0	1,90000	47,835	4,0
23	2	4	1	1,88000	48,376	6,0
24	-1	1	3	1,86500	48,791	4,0
25	0	6	2	1,81200	50,315	4,0
26	-2	2	3	1,79800	50,735	6,0
27	-2	6	2	1,77800	51,347	4,0
28	0	2	3	1,68500	54,407	2,0
29	-2	4	3	1,66400	55,151	4,0
30	2	6	1	1,64600	55,807	2,0
31	2	0	2	1,62200	56,707	4,0
32	3	1	1	1,58700	58,075	2,0
33	-4	0	2	1,55200	59,515	2,0
34	0	10	0	1,52100	60,854	2,0
35	-4	4	1	1,44000	64,678	4,0
36	4	0	0	1,43400	64,982	4,0
37	-2	0	4	1,41800	65,808	2,0
38	-4	2	3	1,40200	66,656	2,0

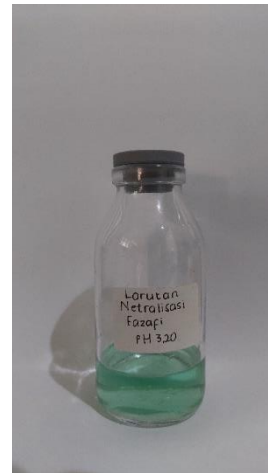
Stick Pattern

VII. Dokumentasi Penelitian

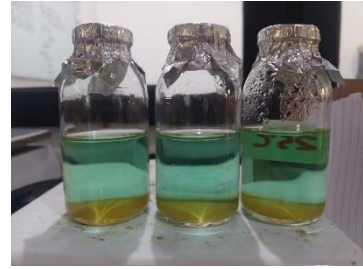
Proses *Leaching*



Proses *Precipitation*



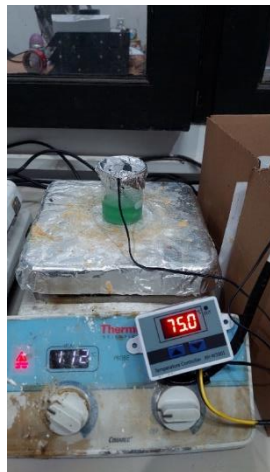
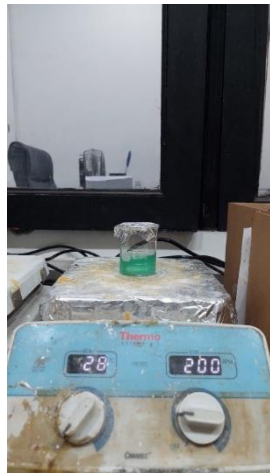
Proses Pemanasan



Proses Kristalisasi



Proses Pencucian



Proses Rekrystalisasi



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam pengerjaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir “**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PENCUCIAN KRISTAL $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DARI LARUTAN *LEACHING FERRONICKEL* MENGGUNAKAN ADITIF CaCO_3 TERHADAP HASIL KRISTALISASI**”, 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. Kedua orang tua, keluarga, dan teman dekat yang selalu memberi dukungan dan selalu bersedia mendengar keluh kesah penulis.
2. Teman-teman MT20 selaku angkatan penulis yang senantiasa mengisi hari-hari selama perkuliahan
3. Rachmat, Fadhlan, Akbar, dan Azrial selaku teman TA hidrometalurgi dan pirometalurgi, serta Bapak Fakhreza Abdul, S.T.,M.T. dan Bu Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc. selaku dosen pembimbing yang senantiasa membantu dari awal hingga akhir 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 laporan tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan untuk pengembangan penelitian lebih lanjut.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Fazafi Izzul Ma'ruf, lahir di Seteluk pada tanggal 13 September 2000. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara dari Bapak Anang Ma'ruf dan Ibu Herni. Penulis menempuh pendidikan Sekolah Dasar di SDN 3 Seteluk, pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMPN 1 Seteluk, dan pendidikan Menengah Atas di SMAN 1 Seteluk. Selanjutnya, penulis melanjutkan pendidikan S-1 di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember mulai tahun 2018. Selama menjadi mahasiswa, penulis mengikuti beberapa organisasi dan tim riset mobil hemat energi diantaranya bergabung di HMMT FTI-ITS periode 2019/2020 sebagai staff departemen keprofesian dan keilmiahan, bergabung di Student Chapter INDOCOR periode 2019/2020 sebagai kepala divisi event, serta bergabung ke dalam tim riset mobil hemat energi Antasena ITS pada periode 2019/2020 sebagai staff divisi desain dan manufaktur dan lanjut pada periode 2020/2021 sebagai kepala divisi desain dan manufaktur. Penulis menyelesaikan masa studi sarjana dengan mengambil bidang Pengolahan Mineral dan Material dengan topik hidrometalurgi *ferronickel* untuk sintesis kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan baku prekursor pembuatan katoda baterai NMC. Penulis dapat dihubungi melalui alamat email fazafiizzul@gmail.com dan nomor telepon 085333789676.