



TUGAS AKHIR –TL184834

**STUDI PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM SULFAT
PADA PROSES LEACHING FERRONICKEL MINI BLAST
FURNACE TERHADAP KOMPOSISI KIMIA, YIELD, DAN
SENYAWA $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

**HENOKH VIDHI SURYANDARU
NRP. 0251164000079**

**Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph. D.
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**



TUGAS AKHIR–TL 184834

**STUDI PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM
SULFAT PADA PROSES LEACHING FERRONICKEL
MINI BLAST FURNACE TERHADAP KOMPOSISI
KIMIA, YIELD, DAN SENYAWA $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

HENOKH VIDHI SURYANDARU
NRP. 0251164000079

Dosen Pembimbing
Sunging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph. D.
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT–TL 184834

**STUDY OF THE EFFECT OF SULFURIC ACID
CONCENTRATION VARIATIONS ON THE LEACHING
PROCESS OF FERRONICKEL MINI BLAST FURNACE
ON CHEMICAL COMPOSITION, YIELD, AND
COMPOUNDS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

HENOKH VIDHI SURYANDARU
NRP. 0251164000079

Supervisors
Sunging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph. D.
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology and System Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(This page is intentionally left blank)

**STUDI PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM
SULFAT PADA PROSES LEACHING FERRONICKEL
MINI BLAST FURNACE TERHADAP KOMPOSISI
KIMIA, YIELD, DAN SENYAWA NiSO₄.6H₂O**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

HENOKH VIDHI SURYANDARU

NRP. 0251164000079

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Sunging Pintowantoro, Ph. D. (Pembimbing I)
2. Fakhreza Abdul, S.T., M.T. (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**STUDI PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM
SULFAT PADA PROSES LEACHING FERRONICKEL
MINI BLAST FURNACE TERHADAP KOMPOSISI
KIMIA, YIELD, DAN SENYAWA $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

Nama : Henokh Vidhi Suryandaru
NRP : 0251164000079
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Pembimbing I : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph. D.
Pembimbing II : Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

Abstrak

Salah satu jenis baterai yang dipakai pada electric vehicle baterai NMC yang berbahan nikel, kobalt, dan mangan. Baterai NMC dibuat dari nikel kualitas tinggi yang dihasilkan dari bijih sulfida berupa nikel (II) sulfat hexahydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Namun jumlah bijih sulfida yang semakin sedikit memicu kita untuk menghasilkan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dari bijih laterit yang jumlahnya lebih banyak di alam. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan nikel sulfat dari bijih laterit paling optimal melalui proses smelting-fire refining-leaching. Pada proses leaching ini digunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 1M, 1,5M, 2M, 2,5M, dan 3M sebagai reagen pelarut logam nikel yang dilanjutkan proses separasi dengan menambahkan larutan NaOH 2,5M hingga pH mencapai 3,5 lalu disaring dan dikristalisasi untuk menghasilkan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Variasi konsentrasi asam sulfat ini penting untuk dipelajari karena dapat mempengaruhi komposisi kimia, yield, dan senyawa yang dihasilkan. Dilakukan pengujian XRD untuk mengetahui senyawa yang dihasilkan serta pengujian EDX dan AAS untuk mengetahui komposisi kimia pada kristal nikel sulfat dan filtrat nikel sulfat. Hasilnya kandungan nikel terbanyak dihasilkan pada variasi 2,5M sebanyak 23,81% namun masih terdapat senyawa NiO dan FeO dalam produk yang dihasilkan. Untuk yield tertinggi dihasilkan pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dan 2,5M sebesar 12,36%.

NiSO₄.6H₂O dapat dihasilkan pada semua variasi konsentrasi, hanya saja senyawa masih didominasi Na₂SO₄ yang merupakan produk dari proses netralisasi. Variasi konsentrasi asam sulfat paling optimal adalah 2M karena memiliki yield tertinggi dan tidak tersisa senyawa NiO dan FeNi pada produk.

Kata Kunci: *leaching, yield, komposisi kimia, senyawa*

**STUDY OF THE EFFECT OF SULFURIC ACID
CONCENTRATION VARIATIONS ON THE LEACHING
PROCESS OF FERRONICKEL MINI BLAST FURNACE
ON CHEMICAL COMPOSITION, YIELD, AND
COMPOUNDS OF $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$**

Student Name : Henokh Vidhi Suryandaru
NRP : 0251164000079
Department : Materials and Metallurgical Engineering
Supervisor : Sungging Pintowantoro S.T., M.T., Ph. D.
Co-Supervisor : Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

Abstract

One type of battery used in electric vehicles is NMC batteries made from nickel, cobalt, and manganese. NMC batteries are made from high quality nickel produced from sulfide ore in the form of nickel (II) sulfate hexahydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). However, the amount of sulfide ore is getting smaller, triggering us to produce $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ from laterite ore which is more numerous in nature. This research aims to produce the most optimal nickel sulfate from laterite ore through the smelting-fire refining-leaching process. In this leaching process used sulfuric acid with variations in concentrations of 1M, 1.5M, 2M, 2.5M, and 3M as nickel metal solvent reagents followed by the separation process by adding a 2.5M NaOH solution until the pH reaches 3.5 then filtered and crystallized to produce $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. This variation in sulfuric acid concentration is important to study because it can affect the chemical composition, yield, and compound produced. XRD testing was carried out to determine the compounds produced as well as EDX and AAS tests to determine the chemical composition of nickel sulfate crystals and nickel sulfate filtrate. The result is that the highest nickel content is produced in a variation of 2.5M as much as 23.81% but there are still NiO and FeO compounds in the products produced. The highest yields were produced at variations of 2M and 2.5M sulfuric acid concentrations of 12.36%.

NiSO₄.6H₂O can be produced in all variations of concentration, only the compound is still dominated by Na₂SO₄ which is a product of the neutralization process. The most optimal variation of sulfuric acid concentration is 2M because it has the highest yield and no NiO and FeNi compounds remain in the product.

Keywords: *Leaching, yield, chemical composition, compound,*

KATA PENGANTAR

Salam Sejahtera untuk kita semua,

Puji syukur ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan penyertaan-Nya sehingga tugas akhir dengan judul “*Studi Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Sulfat pada Proses Leaching Ferronickel Mini Blast Furnace terhadap Komposisi Kimia, Yield, dan Senyawa NiSO₄.6H₂O*” dapat diselesaikan. Tugas Akhir sendiri ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib yang harus diambil oleh mahasiswa Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS.

Penulis juga ingin berterima kasih kepada pihak-pihak yang sudah membantu penulis dalam proses mengerjakan tugas akhir ini hingga selesai, antara lain:

1. Bapak Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D. selaku dosen pembimbing dan juga Kepala Laboratorium Teknologi Pengolahan Mineral dan Material yang telah memberi banyak arahan dan bimbingan agar selesainya pengerjaan tugas akhir ini.
2. Bapak Fakhreza Abdul, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing yang sudah membimbing, dan membagi ilmunya sehingga tugas akhir ini dapat diselesaikan.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan tugas akhir ini masih terdapat banyak kesalahan. Maka dari itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca demi kebaikan kita bersama.

Surabaya, 15 Januari 2020
Penulis

Henokh Vidhi Suryandaru

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nikel	5
2.2 Nikel Laterit	6
2.3 Ekstraksi Nikel Laterit	8
2.3.1 Ekstraksi dari Bijih <i>Saprolite</i>	9
2.3.2 Ekstraksi dari Bijih <i>Limonite</i>	11
2.4 Hidrometalurgi.....	13
2.5 <i>Ferronickel</i>	21
2.6 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	23
2.7 Baterai NMC.....	25
2.8 Penelitian Sebelumnya.....	27
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Diagram Alir Penelitian	31
3.2 Bahan Penelitian	32
3.2.1 Gas Oksigen	32
3.2.2 Larutan H_2SO_4	32
3.2.3 Larutan H_2O_2	33
3.2.4 Serbuk NaOH	34
3.2.5 Air Deionisasi.....	34

3.2.6	<i>Ferronickel</i>	35
3.3	Alat Penelitian.....	35
3.3.1	Timbangan Digital.....	35
3.3.2	<i>Valve</i> untuk Gas Oksigen	36
3.3.3	<i>Flow Meter</i>	36
3.3.4	Gelas <i>beaker</i>	37
3.3.5	Tabung Kepala Tiga	37
3.3.6	Kondensor	38
3.3.7	Buret	38
3.3.8	pH Meter Digital	39
3.3.9	<i>Hot Plate</i> dan <i>Magnetic Stirrer</i>	40
3.3.10	Kertas Saring	40
3.3.11	Pompa Air.....	41
3.3.12	Kompor.....	41
3.4	Metode Penelitian	42
3.5	Pengujian	42
3.5.1	Pengujian Energy-dispersive X-ray Spectroscopy (EDX).....	42
3.5.2	Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD).....	43
3.5.3	Pengujian Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS).....	44
3.6	Rancangan Penelitian.....	44

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Karakterisasi Bahan Penelitian	47
4.1.1	Karakterisasi Sampel <i>Ferronickel</i>	47
4.1.2	Karakterisasi Larutan Filtrat NiSO ₄ Sebelum Netralisasi	48
4.1.3	Karakterisasi Larutan Filtrat NiSO ₄ Setelah Netralisasi	49
4.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ Terhadap <i>Yield</i>	50
4.3	Pengaruh Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ Terhadap Komposisi Kimia	56
4.4	Pengaruh Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ Terhadap Senyawa yang Terbentuk.....	58

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	63
5.2 Saran	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN.....	69
UCAPAN TERIMA KASIH.....	103
BIODATA PENULIS	105

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Profil nikel laterit berdasarkan perbedaan iklim dan cuaca.....	7
Gambar 2.2	Skema proses ekstraksi ferronickel dari bijih saprolite	10
Gambar 2.3	Skema proses ekstraksi dari bijih limonite	12
Gambar 2.4	Bagan proses hidrometalurgi	16
Gambar 2.5	Diagram E–pH nikel pada H ₂ O	18
Gambar 2.6	Mekanisme proses leaching	20
Gambar 2.7	<i>Ferronickel</i>	21
Gambar 2.8	NiSO ₄ .6H ₂ O.....	23
Gambar 2.9	Skema baterai Li-Ion	25
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	31
Gambar 3.2	Tabung oksigen	32
Gambar 3.3	Larutan H ₂ SO ₄ 98%	33
Gambar 3.4	Larutan H ₂ O ₂ 30%	33
Gambar 3.5	Serbuk NaOH	34
Gambar 3.6	Air deionisasi.....	34
Gambar 3.7	<i>Ferronickel</i>	35
Gambar 3.8	Timbangan digital.....	35
Gambar 3.9	<i>Valve</i> untuk gas oksigen	36
Gambar 3.10	<i>Flow meter</i>	36
Gambar 3.11	Gelas <i>beaker</i>	37
Gambar 3.12	Tabung kepala tiga	37
Gambar 3.13	Kondensor.....	38
Gambar 3.14	Buret	39
Gambar 3.15	pH meter digital	39
Gambar 3.16	<i>Hot plate</i> dan <i>magnetic stirrer</i>	40
Gambar 3.17	Kertas saring.....	40
Gambar 3.18	Pompa air.....	41
Gambar 3.19	Kompor.....	41
Gambar 3.20	Alat SEM/EDX.....	43
Gambar 3.21	Alat XRD PAN Analytical	43
Gambar 3.22	Skema peralatan untuk proses <i>leaching</i>	44

Gambar 4.1	Hasil pengujian XRD sampel <i>ferronickel</i> oksida.....	48
Gambar 4.2	Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat NiSO ₄ sebelum proses netralisasi	51
Gambar 4.3	Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat NiSO ₄ setelah proses netralisasi.....	53
Gambar 4.4	Grafik tren <i>yield</i> kandungan nikel dari variasi konsentrasi asam sulfat	54
Gambar 4.5	Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat NiSO ₄ .6H ₂ O	57
Gambar 4.6	Grafik tren penurunan kadar nikel dalam filtrat NiSO ₄	57
Gambar 4.7	Hasil pengujian XRD kristal NiSO ₄ .6H ₂ O	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Proporsi konsumsi nikel sebagai bahan industri.....	5
Tabel 2.2	Perbandingan proses pirometalurgi dan hidrometalurgi.....	14
Tabel 2.3	Perbandingan high grade ferronickel dan low grade ferronickel.....	22
Tabel 2.4	Spesifikasi $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan pembuat baterai NMC.....	24
Tabel 2.5	Perbandingan jenis-jenis baterai Li-ion.....	26
Tabel 3.1	Rancangan penelitian.....	45
Tabel 4.1	Hasil pengujian EDX sampel <i>ferronickel</i> oksida.....	47
Tabel 4.2	Hasil pengujian AAS untuk filtrat sebelum proses netralisasi.....	49
Tabel 4.3	Hasil pengujian AAS untuk filtrat sesudah proses netralisasi.....	50
Tabel 4.4	Komposisi kimia produk pada beberapa variasi konsentrasi Asam Sulfat.....	56

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini tren untuk membangun teknologi yang ramah lingkungan sedang meningkat karena munculnya Perjanjian Paris yang menyatakan setiap negara wajib menjaga kenaikan temperatur global di bawah 2 °C. Salah satu sektor yang disorot adalah sektor transportasi. Diperlukan inovasi dan teknologi baru untuk mengurangi ketergantungan kita terhadap energi minyak dan juga untuk mengurangi emisi gas rumah kaca, seperti *electric vehicle* (EV). EV memiliki beberapa kelebihan dibandingkan *internal combustion engine vehicle* (ICEV) antara lain efisiensi yang tinggi, perawatan rendah, ramah lingkungan, dan juga terintegrasi dengan sumber energi terbarukan. Indonesia, sebagai salah satu negara dengan penduduk terbanyak di dunia, diperkirakan akan menjadi salah satu penyumbang energi terbarukan terbesar yaitu sekitar 27% yang berasal dari geotermal, angin, biomassa, dan solar pada tahun 2030. Badan Pusat Statistik menyatakan bahwa jumlah pengguna kendaraan bermotor di Indonesia pada tahun 2016 sebesar 14,5 juta dengan pertumbuhan sebesar 8%. Jumlah ini meningkat 2 kali lipat dari tahun 2008 yang disebabkan oleh pertumbuhan ekonomi yang tinggi serta kenaikan pendapatan dan jumlah dari penduduk kelas menengah yang juga meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa ada kemungkinan peningkatan penjualan EV untuk menggantikan ICEV yang selama ini ada di Indonesia dengan berbagai keuntungan yang dimiliki EV ketimbang ICEV (Huda, dkk., 2019).

EV sendiri digerakkan oleh baterai. Sampai saat ini ada 5 teknologi baterai Li-ion yang dibedakan berdasarkan material penyusun katodanya, antara lain: 1) *Lithium Cobalt Oxide* (LMC), 2) *Lithium Nickel Manganese Cobalt* (NMC), 3) *Lithium Cobalt Aluminium* (NCA), 4) *Lithium Iron Phosphate* (LFP), dan 5) *Lithium Manganese Oxide* (LMO) (Campagnol, dkk., 2017). Dari kelima jenis katode tersebut, jenis NMC adalah yang paling bagus

dan yang paling sering digunakan sebagai penggerak EV. Hal ini dikarenakan katode jenis ini mampu mengakomodasi energi spesifik yang tinggi dengan densitas yang tinggi pula. Perpaduan antara nikel yang mampu mengakomodasi energi spesifik yang tinggi namun stabilitas yang rendah dengan mangan yang memiliki hambatan internal yang rendah namun energi spesifik yang rendah, menghasilkan perpaduan kelebihan dari kedua materi tersebut. serta mereduksinya dalam kobalt juga akan meringankan biaya produksi. Sampai saat ini permintaan akan baterai Li-ion jenis NMC ini sangat tinggi dikarenakan sifat unggulnya tadi. Sampai saat ini baterai jenis NMC sudah digunakan dalam banyak industri EV, seperti Nissan Leaf, Chevy Volt, dan BMW i3 (Miao, dkk., 2019).

Nikel sebagai salah satu unsur penting penyusun baterai NMC, saat ini sedang meningkat permintaannya. Untuk membuat baterai NMC diperlukan nikel dengan kualitas tinggi. Bijih Nikel sendiri ada 2 jenis, yaitu sulfida dan laterit. Nikel kualitas tinggi biasanya didapat dari bijih nikel jenis sulfida. Namun karena jumlah bijih nikel sulfida yang hanya 30 % di dunia, jumlahnya sudah sangat terbatas. Berbeda dengan bijih nikel sulfida, bijih nikel jenis laterit jumlahnya sangat besar di dunia yaitu mencapai 70% salah satunya yang terdapat di Indonesia (Crundwell, dkk., 2011). Hal ini memunculkan potensi industri yang besar. Deposit nikel yang ada di Indonesia diperkirakan mencapai 881,3 juta ton dengan kandungan nikel sebesar 1,3 % hingga 3 %. Deposit nikel ini terbagi di beberapa daerah antara lain di Sulawesi, Maluku, Kalimantan, dan Papua. Dari seluruh deposit tersebut hanya deposit yang berada di Sulawesi saja yang sudah dikelola oleh PT Aneka Tambang (BUMN) dan PT Vale Indonesia (dulu bernama PT INCO) (Sugiyono, 1998).

Namun untuk mengolah nikel dari nikel laterit perlu teknik khusus. Maka dari itu perlu dilakukan penelitian khusus untuk mengolah nikel laterit agar menghasilkan produk nikel dengan kualitas yang tinggi. Proses pengolahannya sendiri diawali dengan proses smelting dengan menggunakan *Mini Blast Furnace* untuk

mereduksi nikel laterit menjadi *ferronickel*. Lalu dilanjutkan dengan proses *fire refining* untuk meningkatkan kadar nikel di dalam *ferronickel*. Terakhir dilakukan proses *leaching* untuk mengubah unsur-unsur yang ada menjadi sulfida (Crundwell, dkk., 2011). Target utama dari proses ini adalah untuk mendapatkan Nikel Sulfida sebagai bahan baku pembuatan katode baterai NMC. Dalam proses ini nikel yang didapat berupa *Nickel (II) Sulfate Hexahydrate* ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Salah satu faktor yang mempengaruhi proses *leaching* adalah konsentrasi larutan pereduksi. Pada tahun 2017, Li melakukan penelitian untuk mengolah bijih nikel laterit melalui proses *roasting-leach* menggunakan zat aditif amonia sulfat. Hasil maksimal didapat pada penambahan amonia sulfat dengan dosis 6 gram, namun kelemahannya adalah amonia sulfat baru dapat terdekomposisi pada temperatur 300-600 °C. Pada penelitian ini digunakan larutan Asam Sulfat (H_2SO_4) di mana pemanasan dilakukan pada temperatur 90 °C. Penggunaan pelarut anorganik seperti sulfat akan menghasilkan *recovery* yang lebih tinggi ketimbang menggunakan pelarut organik. Sedangkan konsentrasi pelarut akan mempengaruhi laju *leaching*. Semakin tinggi konsentrasi larutan akan mempercepat laju *leaching* (Wanta, dkk., 2017).

1.2 Perumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap *yield* dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk?
3. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap senyawa dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk?

1.3 Batasan Masalah

Untuk membantu menganalisis data pada penelitian ini terdapat batasan-batasan, yaitu:

1. Bijih nikel berasal dari daerah Sulawesi Tenggara.
2. Jenis dan komposisi nikel laterit yang digunakan diasumsikan homogen.
3. Pengaruh kenaikan temperatur saat terjadinya reaksi pelarutan dalam proses *leaching* diabaikan.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap *yield* dari $\text{NiSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
2. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap komposisi kimia dari $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.
3. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi Asam Sulfat terhadap senyawa dari $\text{NiSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk memberikan informasi empiris mengenai pengaruh variasi konsentrasi asam sulfat yang optimal terhadap *yield* dan komposisi kimia, serta senyawa dan struktur kristal dari $\text{NiSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk pada proses *leaching* nikel sebagai bahan baku pembuatan katode baterai NMC untuk pengaplikasian EV.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel

Nikel adalah anggota dari golongan IV logam transisi pada tabel periodik. Nikel mempunyai nomor atom 28, dengan berat atom 58,71. Struktur kristal dari nikel adalah *face centered cubic* (FCC). Nikel merupakan elemen metal yang paling serbaguna. Dengan penambahan nikel sebagai paduan dapat menghasilkan sifat tahan korosi yang tinggi dan memiliki kekuatan dan keuletan yang bagus dari temperatur mendekati nol derajat hingga 2000 F (Everhart, 1971). Aplikasi dari nikel sendiri adalah sebagai campuran *stainless steel*, paduan pada bodi pesawat, dan baja khusus (Crundwell, dkk., 2011). Proporsi konsumsi total dari nikel dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Proporsi konsumsi nikel sebagai bahan industri
(Crundwell, dkk., 2011)

Kategori	Proporsi Konsumsi Total, %
<i>Stainless Steel</i>	60
<i>Nickel-based alloys</i> (contoh, <i>superalloys</i>)	14
<i>Alloy steels</i>	9
<i>Electroplating</i>	9
<i>Foundry (castings)</i>	3
Baterai	3
<i>Copper-based alloys</i> (contoh, monel)	1
Katalis	1

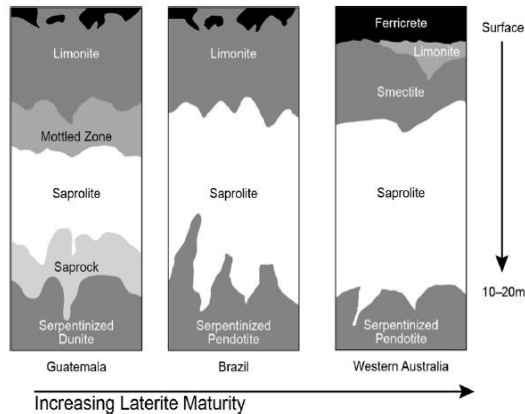
Bijih nikel terdiri dari 2 jenis, yaitu sulfida dan laterit. Sebesar 70% deposit nikel di dunia berupa bijih laterit, namun baru 40% nikel yang diproduksi dari bijih laterit. Sedangkan sisanya 30% dari deposit nikel di dunia berupa dari bijih sulfida. Nikel

yang ada di dunia lebih banyak yang diolah dari bijih sulfida, hal ini dikarenakan bijih nikel sulfida dapat menghasilkan nikel kualitas tinggi. Sedangkan untuk bijih nikel laterit lebih sering diproses menjadi *ferronickel* yang dipakai pada industri pembuatan baja terutama *stainless steel*. Namun tidak jarang juga bijih nikel laterit diolah untuk menjadi *nickel matte* seperti yang ada di PT Vale Indonesia. Baik nikel laterit dan sulfida yang dapat diproses adalah bijih yang memiliki kandungan nikel sebesar 1,3% dan kobalt 0,1%. Bijih laterit banyak ditemukan di daerah tropis seperti Indonesia, Filipina, dan Kuba. Sedangkan bijih sulfida banyak ditemukan di Kanada dan Siberia Utara (Crundwell, dkk., 2011).

2.2 Nikel Laterit

Bijih nikel laterit menghasilkan nikel dengan kualitas yang kurang bagus jika dibandingkan dengan nikel sulfida. Namun karena jumlah nikel sulfida yang terbatas (hanya 30%), maka penelitian pengolahan nikel dari bijih nikel laterit terus dilakukan. Produk yang dihasilkan dari proses ekstraksi dari nikel laterit adalah *ferronickel*. Berbeda dengan nikel sulfida yang menghasilkan nikel dengan *grade* yang tinggi. Biasanya produk berupa *ferronickel* ini digunakan sebagai bahan pembuat paduan pada *stainless steel*.

Laterit berada pada lapisan dekat dengan permukaan, dan ditambang dengan metode *surface-mining*. Laterit dibagi menjadi 3 jenis layer, yaitu *limonite*, *smectite*, dan *saprolite*. Ketiga jenis ini ditentukan berdasarkan posisinya di dalam tanah dan jenis komposisi yang berbeda. Sebenarnya masih ada beberapa jenis layer lainnya yang dapat ditemukan dalam nikel laterit, seperti *ferricrete* dan *mottled zone*. Semua layer pada nikel laterit dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Profil nikel laterit berdasarkan perbedaan iklim dan cuaca (Crundwell, dkk., 2011)

Limonite berada pada daerah dekat permukaan, *smectit* berada pada daerah di bawah *limonite*, dan *saprolite* berada pada lapisan paling bawah. Biasanya untuk jenis *limonite* dan *smectit* dianggap bebarengan karena letak yang berdekatan dan proses yang sama.

Layar *limonite-smectite* mengandung campuran mineral yang memiliki kandungan besi yang tinggi dan MgO yang rendah. Oleh karena itu bijih jenis ini diproses dengan menggunakan proses *leaching* dan *refining*, karena jika diproses menggunakan *smelter* atau *pyrometallurgy* bukan nikel yang tereduksi namun besi yang tereduksi. Salah satu jenis *limonite* adalah *gothite* (Fe,Ni)OOH). Salah satu jenis *smectite* adalah *nontronite clays*. Sebaliknya, layer *saprolite* mengandung kandungan besi yang rendah dan MgO yang tinggi. Hal ini dikarenakan layer *saprolite* yang berada jauh dari permukaan, yang tidak terpengaruh oleh cuaca atau reaksi kimia dari lingkungan dibandingkan *limonite*. Sehingga jika dilakukan proses *leaching* maka MgO akan mengikat menjadi pengotor sehingga nikel tidak bisa dipisahkan dengan sempurna. Salah satu

contoh dari *saprolite* adalah *garnierite* ($\text{Mg}[\text{Ni},\text{Co}]_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) (Crundwell, dkk., 2011).

Penting untuk mengerti perbedaan layer pada bijih nikel laterit ini, karena jenis bijih yang berbeda akan membutuhkan proses ekstraksi yang berbeda pula. Ada dua jenis rute pengolahan yang umum pada nikel laterit: yang pertama *smelting* untuk mendapatkan *ferronickel*, dan *leaching* dan *refining* untuk mendapatkan metal nikel. Proses *smelting* digunakan pada jenis *saprolite* karena kandungan MgO yang tinggi. Sedangkan proses *leaching* dan *refining* dilakukan pada jenis *limonite-smectite* karena kadar besinya yang tinggi (Crundwell, dkk., 2011).

2.3 Ekstraksi Nikel Laterit

Sebelum bijih mengalami proses ekstraksi, terlebih dahulu dilakukan proses untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih. Proses tersebut antara lain *crushing*, *grinding*, dan *screening*. Hal ini bertujuan agar batu-batu yang memiliki kadar nikel yang rendah tidak ikut terproses. Sehingga kadar nikel yang masuk akan lebih tinggi dan menghasilkan nikel dengan kualitas yang lebih bagus. Biasanya kadar nikel akan naik dua kali lipat melewati proses ini.

Untuk proses ekstraksi nikel laterit terdiri dari 2 proses, untuk *saprolite* menggunakan proses *smelting* dan untuk *limonite* menggunakan proses *leaching* dan *refining*. Alasan *saprolite* menggunakan proses *smelting* adalah karena kandungan besinya yang rendah (15%) sehingga akan menghasilkan *ferronickel* dengan kadar nikel yang tinggi dan *saprolite* mengandung MgO yang lumayan tinggi (20%) yang akan bereaksi dengan pelarut secara berlebih dan mencegah nikel bereaksi dengan pelarut sehingga proses tidak berjalan dengan sempurna. Alasan *limonite* dilakukan *leaching* dan *refining* adalah karena *geothite* dalam *limonite* mampu larut secara efisien di dalam asam sulfat dan jika temperaturnya cukup tinggi maka besi yang kadarnya cukup tinggi (40%) dalam bijih akan mengalami presipitasi menjadi *hematite* atau *jarosite*, serta karena kadar MgO yang rendah dalam *limonite* (kurang dari 3%) maka konsumsi dari asam sulfat akan lebih

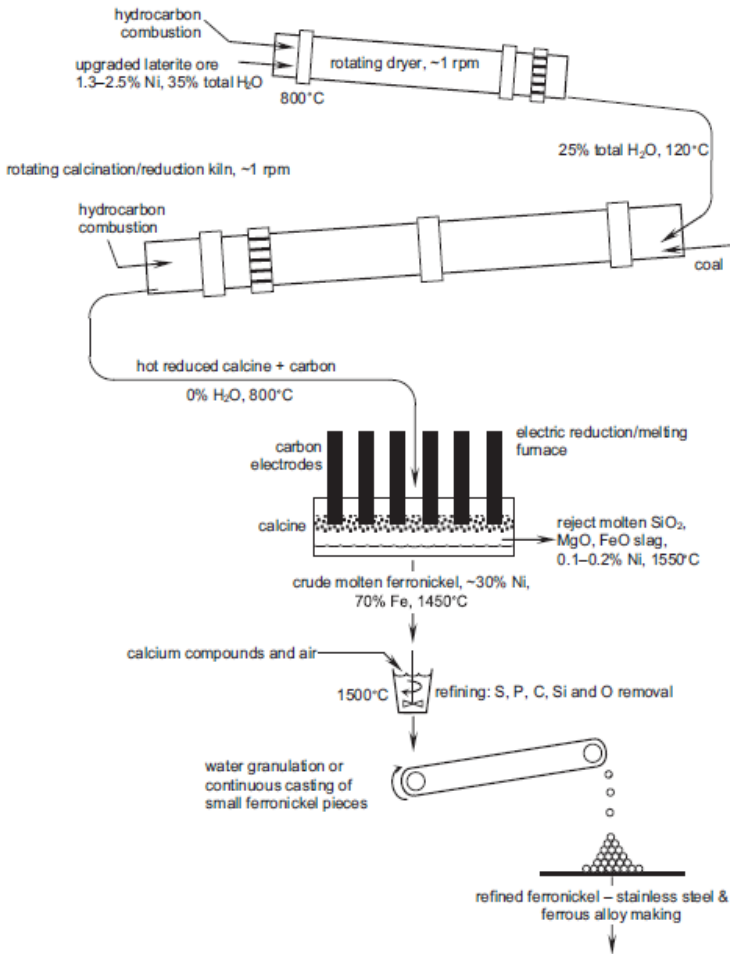
rendah sehingga proses pelarutan nikel akan lebih efektif (Crundwell, dkk., 2011).

2.3.1 Ekstraksi dari Bijih *Saprolite*

Produk dari *saprolite* umumnya berupa *ferronickel*, yang mempunyai kadar 30% Ni dan 70% Fe, yang biasa digunakan untuk bahan baku *stainless steel* dan paduan baja yang lainnya. Selain itu, *sulphide matte* juga dihasilkan melalui proses *smelting* namun dalam jumlah yang sedikit, dengan menambahkan sulfur selama proses. Kebanyakan dari *matte* ini diolah menjadi *alloying-grade nickel* melalui oksidasi lalu direduksi melalui *roasting*. Beberapa yang lain juga dimurnikan menggunakan proses hidrometalurgi untuk menjadi nikel dan kobalt dengan kadar kemurnian yang tinggi. Skema dari prosesnya dapat dilihat pada Gambar 2.2 (Crundwell, dkk., 2011).

Proses *smelting* dimulai dengan proses pengeringan pada *rotating dryer*. Proses ini memakai prinsip pembakaran hidrokarbon dengan frekuensi putaran 1 rpm dan dalam temperatur 800 °C. Tujuannya adalah untuk mengurangi kadar air dalam bijih dari 35% menjadi 25%. Setelah itu masuk ke proses kalsinasi yang dilakukan di *rotating calcination* atau *reduction kiln*. Proses ini memakai prinsip pembakaran hidrokarbon dengan tambahan *coal* pada temperatur 120 °C dengan frekuensi putaran 1 rpm. Tujuan dari proses ini adalah untuk mereduksi bijih nikel dan menghilangkan kadar air (kadar air 0%). Selanjutnya dilakukan proses *smelting* menggunakan *electric arc furnace* dengan temperatur masukan 800 °C. Proses ini bertujuan untuk mereduksi bijih menjadi *ferronickel* dan juga untuk memisahkannya dari *slag* yang terdiridari SiO₂, MgO, FeO *slag*, dan 0,1-0,2% Ni. Proses ini terjadi pada temperatur 1550 °C. Hasil dari proses ini adalah *crude molten ferronickel* dengan kadar 30% Ni dan 70% Fe serta memiliki temperatur 1450 °C. Selanjutnya *crude molten metal* masuk ke dalam proses *refining* dengan penambahan udara dan kalsium untuk menghilangkan S, P, C, Si, dan O. Proses terakhir adalah proses granulasi dengan menyiramnya dengan air agar

menjadi butir-butir kecil *ferronickel* yang sudah dimurnikan (Crundwell, dkk., 2011).

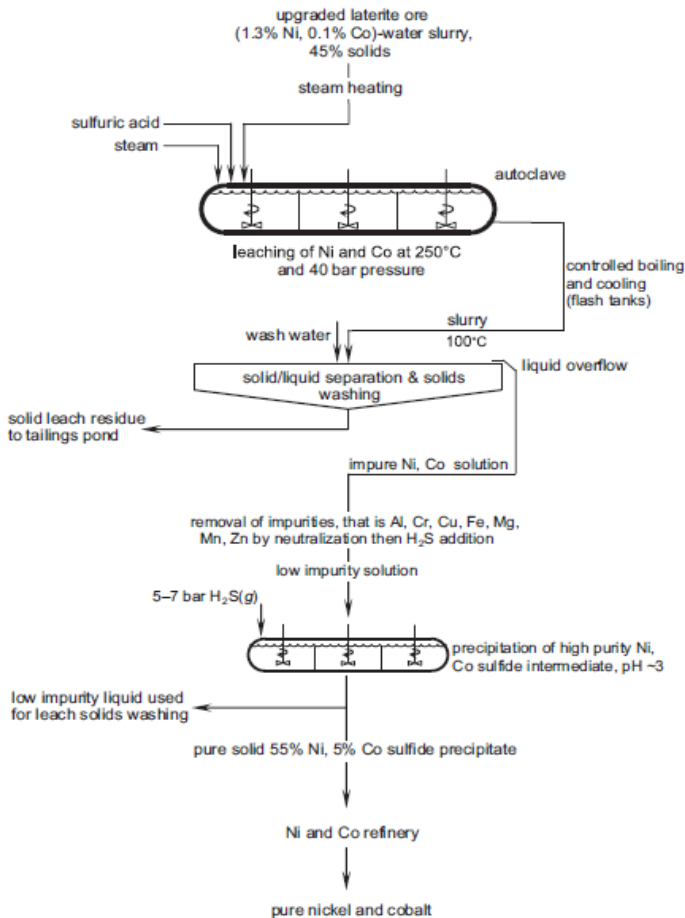


Gambar 2.2 Skema proses ekstraksi ferronickel dari bijih saprolite (Crundwell, dkk., 2011)

2.3.2 Ekstraksi dari Bijih *Limonite*

Bijih *limonite* diekstraksi dengan *leaching* menggunakan asam sulfat yang panas pada temperatur sekitar 250 °C dan bertekanan 40 bar. Pemisahan nikel dilakukan sesuai langkah-langkah berikut: 1) pemurnian dilakukan melalui presipitasi dan konsentrasi larutan dengan *redissolution*; 2) pemisahan nikel dan kobalt pada larutan dilakukan menggunakan solven ekstraksi; 3) reduksi hidrogen atau *electrowinning* dilakukan pada larutan untuk mendapatkan 99,9% nikel murni. Skema proses ekstraksi bijih *saprolite* dapat dilihat pada Gambar 2.3.

Pada bijih *limonite* dengan kadar 1,3% Ni dan 0,1% Co dalam keadaan berair (45% padat) dilakukan *steam heating*. Lalu dilakukan *leaching* pertama pada *autoclave* dengan temperatur 250 °C dan tekanan 40 bar menggunakan larutan asam sulfat. Lalu pada bubur nikel dengan temperatur 100 °C dilakukan proses pemisahan antara solid dan likuid dan pencucian. Pada proses ini residu padat dibuang menuju *tailing pond*. Hasil dari proses ini adalah larutan Ni dan Co yang belum murni. Proses selanjutnya adalah menghilangkan *impurities* yang terdiri dari Al, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, dan Zn dengan proses netralisasi lalu ditambahkan H₂S dengan tekanan 5-7 bar. Larutan dengan *impurity* yang rendah selanjutnya masuk ke *autoclave* kedua. Tujuannya adalah untuk memicu presipitasi Ni yang memiliki kemurnian yang tinggi. Proses ini berlangsung dengan pH mencapai 3. Lalu agar efektif larutan dengan ke *impurity* yang rendah digunakan untuk proses *leach solids washing*. Hasil dari proses ini adalah nikel murni 55% dan kobalt sulfida 5%. Selanjutnya dilakukan proses *refining* untuk mendapatkan nikel dan kobalt yang benar-benar murni (Crundwell, dkk., 2011).



Gambar 2.3 Skema proses ekstraksi dari bijih limonite (Crundwell, dkk., 2011)

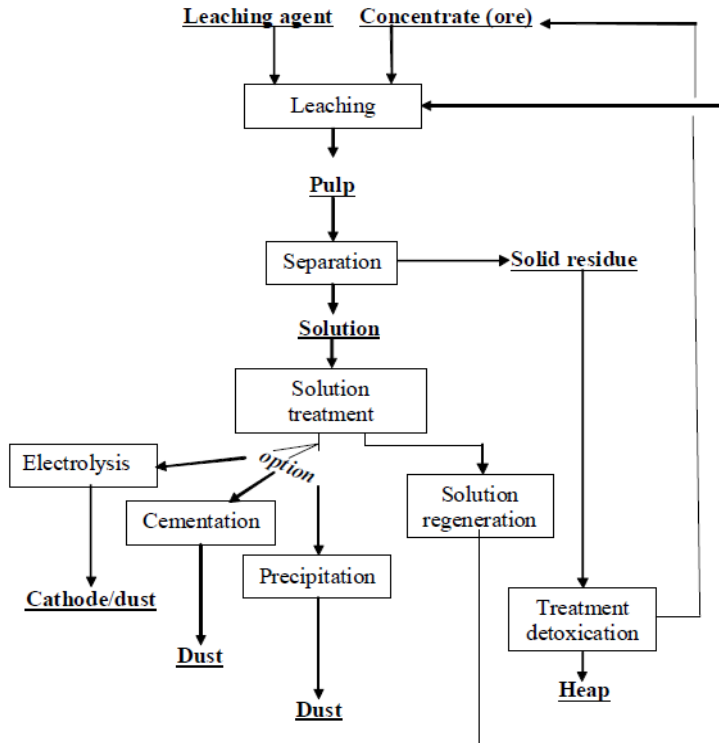
2.4 Hidrometalurgi

Secara umum proses ekstraksi logam *nonferrous* dipengaruhi dua masalah utama, yaitu perlindungan lingkungan dan energi yang dibutuhkan. Selain itu perlu juga memperhitungkan biaya minimum yang dibutuhkan dari sebuah proses. Seperti yang sudah diketahui bahwa jumlah deposit bijih kaya yang konvensional (bijih sulfida untuk nikel) sudah hampir habis. Maka dari itu saat ini dibutuhkan proses untuk mengolah logam dari bijih sampingan (bijih laterit untuk nikel) yang memiliki struktur yang kompleks. Karena kompleksnya bentuk bijih sampingan tersebut, ekstraksi menggunakan proses pirometalurgi tidak lagi efisien. Problem-problem tersebut dapat diatasi dengan menggunakan proses hidrometalurgi. Alasannya adalah luas dan fleksibilitas kemungkinan produksi logam dari larutan ke bentuk yang diinginkan. Namun hidrometalurgi tidak dapat menjadi proses pengolahan utama dari bahan mentah primer menjadi logam *nonferrous*, karena besarnya biaya yang diperlukan. Perlu adanya proses lain untuk melengkapi proses hidrometalurgi. Reagen kimia yang digunakan untuk melarutkan logam juga mempunyai kemampuan yang berbeda untuk mengolah logam. Saat ini sangat banyak jenis pengolahan hidrometalurgi untuk mengolah logam *nonferrous* dari bahan mentah primernya. Itu juga yang menjadi alasan sedikitnya perusahaan yang bertahan dengan menggunakan proses hidrometalurgi. Namun begitu, riset mengenai proses hidrometalurgi untuk logam *nonferrous* masih begitu intens dan menjanjikan, karena ketersediaannya bijih sampingan dan lebih kompleksnya sumber primer, aspek lingkungan dari pirometalurgi dan hidrometalurgi, dan tekanan legislatif mengenai perlindungan lingkungan. Perbandingan proses pirometalurgi dan hidrometalurgi dapat dilihat pada Tabel 2.2 (Havlík, 2008).

Tabel 2.2 Perbandingan proses pirometalurgi dan hidrometalurgi

Proses	Pirometalurgi	Hidrometalurgi
Memproses bijih kaya	Lebih ekonomis	Kurang ekonomis
Memproses bijih sampingan	Tidak cocok dari segi energi	Cocok dengan selektif <i>leaching</i>
Memproses bijih polikomponen	Sulit untuk memisahkan komponen – tidak cocok	Cocok, fleksibel, produksi produk sekunder
Proses ekonomis	Cocok untuk <i>plant</i> yang besar	Kapasitas produksi kecil; investasi lebih kecil
Memproses sumber sekunder	Tidak cocok pada mayoritas kasus	Cocok
Pemisahan komponen murni	Tidak mungkin	Mungkin
Memproses bijih sulfida	Menghasilkan polusi lingkungan dengan SO_2 yang mana harus diolah menjadi H_2SO_4 dengan konsentrasi rendah	Tidak terbentuk SO_2 , memproduksi elemen S
Laju reaksi	Tinggi disebabkan oleh temperatur yang tinggi	Rendah disebabkan oleh temperatur yang rendah
Hasil material	Hasil unit sangat tinggi	Rendah, untuk produksi dengan volume sedikit

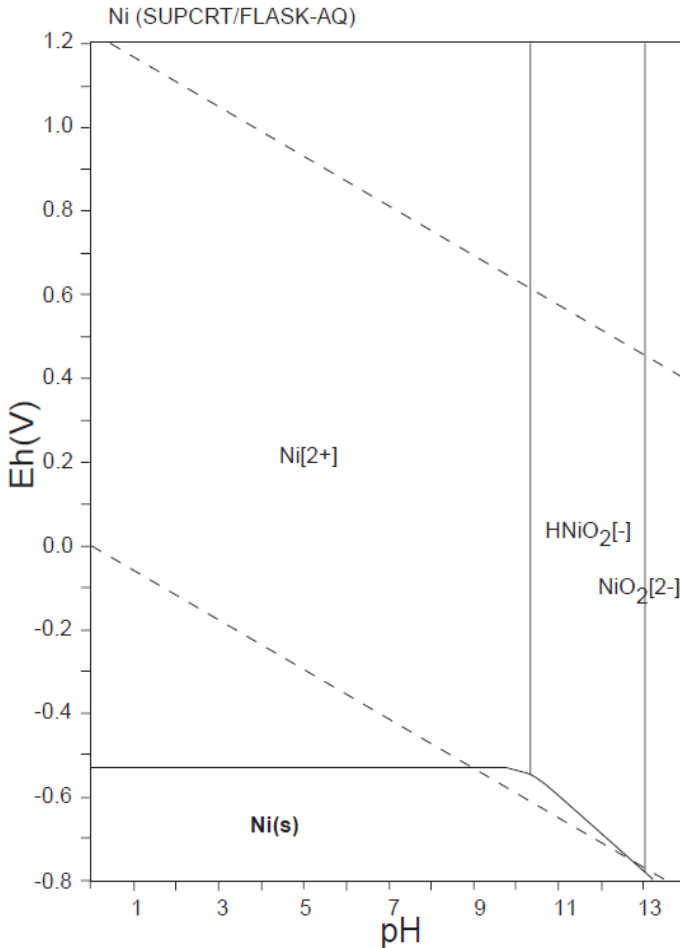
Hidrometalurgi terdiri dari dua kata, ‘*hydro*’ yang berarti air dan ‘*metallurgy*’ yang berarti produksi logam. Jadi, hidrometalurgi adalah ilmu dan metode untuk mengekstrak logam dari bijihnya dengan metode melarutkannya menjadi larutan. Hidrometalurgi sendiri memiliki dua proses utama, yaitu mengubah logam menjadi bentuk larutan (*leaching*), dan memisahkan logam yang diinginkan dari larutan logam (*separation* atau *liquid extraction*). Proses terpenting pada hidrometalurgi adalah proses *leaching*. Karena proses ini menentukan laju dan efisiensi perubahan logam menjadi larutan yang mempengaruhi sebagian besar parameter ekonomi dari seluruh proses. Efisiensi dari proses *leaching* harus ditentukan dengan mengkaji proses dari aspek termodinamikanya, yaitu mengidentifikasi agen apa saja yang berinteraksi bersama. Langkah penting lainnya adalah menentukan kondisi kinetik dari proses, seperti durasi dan tipe kondisi yang terjadi pada reaksi reagen, dan mekanisme reaksi. Dari informasi di atas kita dapat melakukan dan mengoptimalkan proses produksi dengan hidrometalurgi. Bagan dari proses hidrometalurgi dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Bagan proses hidrometalurgi (Havlík, 2008).

Hidrometalurgi dalam kondisi normalnya dilakukan pada temperatur 25-250 °C, dan tekanan total bervariasi dari beberapa kPa hingga lebih dari 5000 kPa. Jika dilihat dari kondisi lingkungannya, proses hidrometalurgi dibagi menjadi dua. Yang pertama terjadi pada temperatur 100 °C dan tekanan total 0,1 MPa, atau biasa disebut *leaching* pada kondisi normal. Jika proses terjadi pada temperatur yang lebih tinggi, otomatis tekanan total yang dihasilkan juga lebih tinggi, atau biasa disebut *pressure leaching*. Proses kedua ini dilakukan di dalam reaktor tekanan seperti *autoclave*.

Proses hidrometalurgi tidak dapat lepas dari termodinamika. Dalam proses hidrometalurgi, termodinamika digunakan untuk menghitung kondisi kimia ekuilibrium antar *species*. Ada tiga metode yang digunakan, yaitu: 1) diagram area stabilitas sistem komponen, 2) diagram *species*, dan 3) penentuan ekuilibrium dalam larutan terkonsentrasi. Diagram area stabilitas menunjukkan pada kondisi mana komponen pada sistem berada pada bentuk solid, likuid, dan gas dan *species* yang larut yang stabil dalam larutan cair. Diagram *species* menunjukkan bagaimana fraksi individu pada jumlah total logam terbentuk dalam bentuk perubahan *species* individu dengan perubahan kondisi sistem. Fasa ekuilibrium pada larutan yang terkonsentrasi menunjukkan energi Gibbs pada kondisi ekuilibrium. Dari ketiga metode ini dapat ditarik diagram yang menjadi patokan dalam proses hidrometalurgi, terutama pada proses *leaching*, yaitu diagram potensial-pH atau diagram E-pH. Diagram E-pH mengindikasikan area stabilitas dari senyawa individu yang berhubungan dengan nilai pH dan potensial. Gambar dari diagram E-pH dari nikel pada air dapat dilihat pada Gambar 2.5 (Havlík, 2008).



Gambar 2.5 Diagram E–pH nikel pada H₂O (Takeno, 2005)

Dari Gambar 2.5 yang menunjukkan diagram E–pH dari Nikel di dalam air, kita mendapatkan 2 reaksi, yaitu (Havlík, 2008):

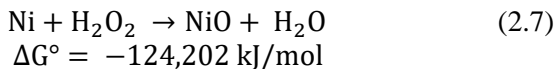
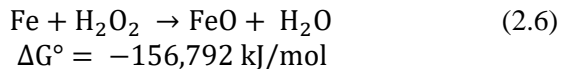
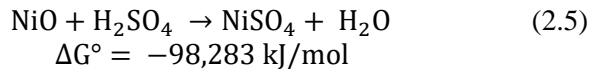
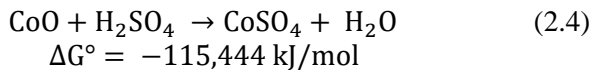
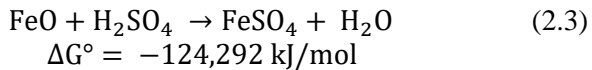
$$E = 0,00 - 0,0591 \text{ pH} \quad (2.1)$$

dan

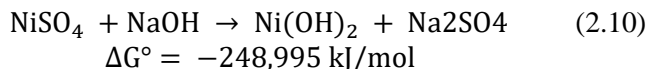
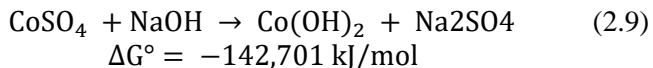
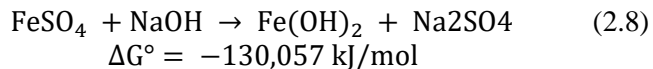
$$E = +1,28 - 0,0591 \text{ pH} \quad (2.2)$$

Persamaan 2.1 untuk reaksi reduksi dan Persamaan 2.2 untuk reaksi oksidasi.

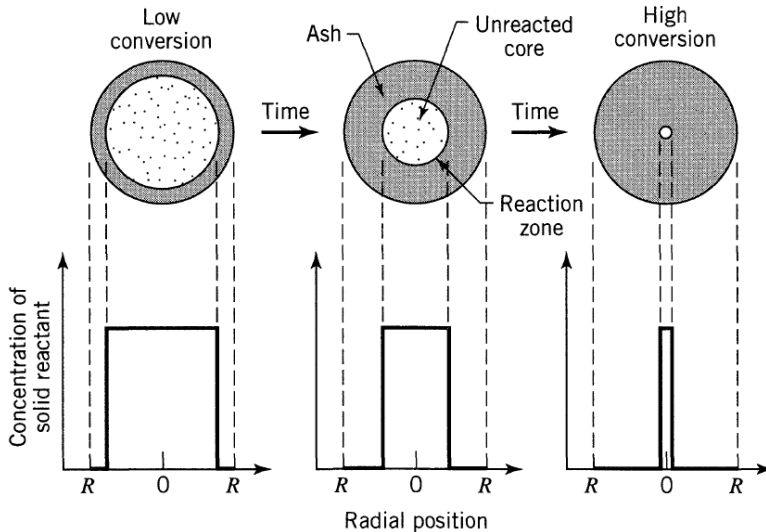
Proses *leaching* pada nikel dapat dilakukan dengan menggunakan asam anorganik (asam sulfat) ataupun asam organik (asam nitrat). Reaksi yang dihasilkan dari mereaksikan asam sulfat pada nikel laterit adalah:



Untuk proses netralisasi, sesuai dengan persamaan reaksi:

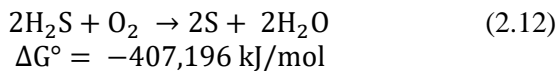
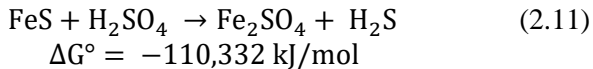


Penggunaan asam sulfat dan asam nitrat mampu menghasilkan nilai *recovery* logam yang relatif lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan asam-asam organik lain, seperti asam oksalat (Astuti, dkk., 2016). Mekanisme *leaching* sendiri dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Mekanisme proses leaching (Levenspiel, 1999).

Dalam proses *leaching*, adanya padatan sulfur dapat menghambat proses *leaching* itu sendiri. Hal ini dikarenakan sulfur tidak dapat larut dalam larutan. Proses terbentuknya padatan sulfur sendiri berdasarkan reaksi:



Yield adalah perbandingan massa produk yang kita dapat dibagi dengan massa produk secara teori. Maka untuk mendapatkan *yield* kita dapat memakai rumus berikut (Astuti, dkk., 2016):

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{kadar Ni dalam larutan} \times \text{volume larutan}}{\text{kadar Ni dalam sampe; } \times \text{massa sampel FeNi}} \quad 2.13$$

2.5 *Ferronickel*

Salah satu produk dari ekstraksi nikel laterit adalah *ferronickel*. *Ferronickel* berbeda dengan produk-produk hasil ekstraksi nikel lainnya. *Ferronickel* mempunyai standar komposisi tersendiri, yaitu kadar nikel dalam rentang 25-450%; kobalt 0,6-1,8%; silikon di bawah 1%; fosfor, karbon, dan sulfur di bawah 0,03% dan besi dengan kadar mengikuti komposisi lain (MSDS Vale, 2018).



Gambar 2.7 *Ferronickel*

Ferronickel adalah suatu paduan nikel dengan besi yang memiliki fisik berwarna perak metalik dan biasanya digunakan sebagai bahan baku pembuatan *stainless steel*. *Ferronickel* memiliki densitas sebesar 3,8 g/cm³, titik leleh 1500°C, dan titik didih 2900°C. Kadar nikel yang berada dalam *ferronickel* membuatnya memiliki sifat yang tahan terhadap korosi dan kualitas ketahanan kekuatan di temperatur tinggi jika diolah lagi menjadi logam jadi. Karena inilah *ferronickel* banyak

diaplikasikan di bidang keteknikan, transportasi, kelistrikan, dan konstruksi (Elliot, dkk., 2017).

Ferronickel sendiri dibagi menjadi dua jenis, yaitu *low grade ferronickel* dan *high grade ferronickel*.

Tabel 2.3 Perbandingan high grade ferronickel dan low grade ferronickel (Solar, dkk., 2008)

Kategori	High Grade Ferronickel	Low Grade Ferronickel
Kadar nikel	Sampai dengan 40%	20-25%
<i>Recovery besi</i>	15-30%	45-65%
Pabrik produsen	Falcondo, Cerro Matoso	SLN, Pamco, Hyuga
	<i>Recovery</i> nikel rendah (~90%)	<i>Recovery</i> nikel tinggi (~95%)
Karakteristik	Kebutuhan energi dan reduktan rendah	Kebutuhan energi dan reduktan tinggi

High grade ferronickel memiliki kadar nikel yang tinggi dan kadar besi yang rendah. Hal ini bisa didapatkan dengan cara mengurangi potensial reduksi dari proses *smelting* (kontrol rasio CO/CO₂ dalam proses). Pada pembuatan *high grade ferronickel* jumlah *recovery* dari nikel dan besi rendah karena potensial reduksi dari proses berkurang. Namun nikel terkonsentrasi dalam produk sehingga memiliki kadar yang tinggi.

Low grade ferronickel memiliki kadar nikel yang rendah dan kadar besi yang relatif tinggi. Pada proses pengolahannya, potensial reduksi dari proses lebih tinggi daripada pemrosesan *high grade ferronickel*, sehingga produk yang didapatkan memiliki *recovery* nikel dan besi yang tinggi namun memiliki kadar nikel yang rendah (Solar, dkk., 2008).

2.6 NiSO₄·6H₂O

Nikel (II) kompleks sudah sangat luas pengaplikasiannya, seperti menjadi katalis untuk sintesis komponen baru, atau sebagai komponen baterai cas-casan. Selain itu nikel (II) kompleks juga menjadi unsur yang penting dalam *ultraviolet light filters* (ULFs). Salah satu jenis nikel (II) kompleks yang sering digunakan sebagai unsur pembuat ULFs adalah NiSO₄·6H₂O (*Nickel (II) Sulfate Hexahydrate*; NSH) karena mempunyai kemampuan absorpsi yang luar biasa dari 350 nm hingga 430 nm dalam larutan cair, dengan daya serap molar $5,13 \pm 0,03 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{dm}^3 \cdot \text{cm}^{-1}$ pada 393 nm lebih dari jangkauan dari 0,04 hingga 0,08 mol·cm⁻³ (Wang, dkk., 2017). Selain itu NSH juga mampu menunjukkan transmisi gelombang putus-putus dalam panjang gelombang dari ultraviolet (UV) hingga mendekati inframerah (NIR). Kristal NSH mampu menampilkan transmisi tinggi pada kisaran sempit 250-340 nm, transmisi sedang



Gambar 2.8 NiSO₄·6H₂O

pada kisaran 450-600 nm, dan transmisi dalam rentang 850-900 nm serta penyerapan yang tinggi pada panjang gelombang lainnya (Kathiravan, dkk., 2016). Wujud *Nickel Sulfate Hexahydrate* dapat dilihat pada Gambar 2.8.

Senyawa NiSO₄·6H₂O mempunyai dua bentuk modifikasi polimorfik: α -NSH dan β -NSH. Kristal α -NSH berwarna hijau kebiru-biruan. Jenis ini berbentuk *tetragonal* dengan sp. gr. *P4₁2₁2* dan sel unit parameter $a = b = 6,780 \text{ \AA}$ dan $c = 18,285 \text{ \AA}$. Kristal β -NSH berwarna hijau terang dan berbentuk *monoclinic* dengan sp. gr. *C2/c* dan sel unit parameter $a = 9,880 \text{ \AA}$, $b = 7,228 \text{ \AA}$, $c = 18,285 \text{ \AA}$, $\beta = 9,88^\circ$, dan $Z = 8$. Kristal α -NSH fasanya dapat

terdekomposisi dalam udara, air, bahkan saat temperatur ruang (Manomenova, dkk., 2005).

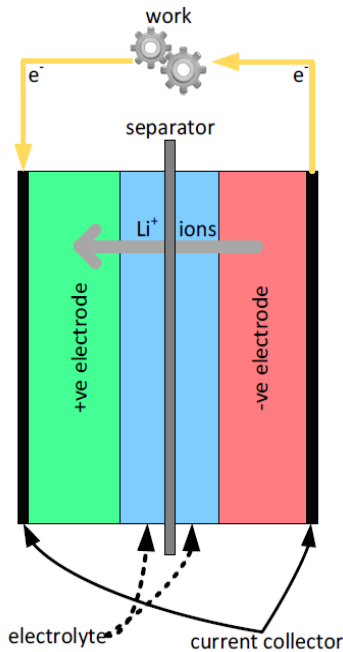
Nikel sulfat juga digunakan sebagai bahan pembuatan baterai Li-ion jenis NMC (*Nickel Manganese Cobalt*). Kebanyakan nikel sulfat di pasar merupakan produk sampingan dari proses elektrolisis dari pemurnian tembaga. Nikel sulfat dapat diproduksi dengan proses *leaching* menggunakan asam sulfat baik dari konsentrat bijih nikel ataupun dari *matte*. Secara keseluruhan, alur pembuatan nikel sulfat adalah: 1) Penambangan bijih nikel, 2) benefisiasi, 3) *drying*, 4) *roasting*, 5) *smelting*, dan 6) *refining* (Bettez, G. M., 2011). Spesifikasi nikel sulfat untuk pembuatan baterai Li-ion jenis NMC dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Spesifikasi $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan pembuat baterai NMC (Coremax, 2012)

No	Komponen	Spesifikasi
1	Nikel (Ni)	> 22,3 wt%
2	Kobalt (Co)	< 100 ppm
3	Mangan (Mn)	< 2 ppm
4	Besi (Fe)	< 3 ppm
5	Tembaga (Cu)	< 1 ppm
6	Natrium (Na)	< 15 ppm
7	Kalsium (Ca)	< 4 ppm
8	Magnesium (Mg)	< 10 ppm
9	Seng (Zn)	< 3 ppm
10	Timbal (Pb)	< 5 ppm
11	Kromium (Cr)	< 5 ppm
12	Kadmium (Cd)	< 1 ppm
13	Aluminium (Al)	< 5 ppm
14	Silikon (Si)	< 10 ppm
15	Kalium (K)	< 10 ppm
16	Klorin (Cl)	< 10 ppm
17	Zat tak larut	< 50 ppm

2.7 Baterai NMC

Baterai NMC adalah salah satu jenis dari Li-ion baterai yang material katodanya menggunakan campuran dari nikel, mangan, dan kobalt sedangkan anodanya sama seperti baterai Li-ion lainnya yaitu menggunakan litium. Secara umum, baterai Li-ion dapat dikategorikan sebagai sistem penyimpanan energi yang menggunakan reaksi penyisipan antara kedua elektrodanya di mana litium berperan sebagai pembawa ion negatifnya. Untuk elektrolit yang digunakan bermacam-macam tergantung dari jenis elektrode yang dipakai. Namun kebanyakan terdiri dari campuran garam litium dan solven organik agar dapat mengalirkan aliran ion litium melewati elektrode dengan mencegah korsleting internal. Secara umum skema baterai Li-ion dapat dilihat pada Gambar 2.9 (Miao, dkk., 2019).



Gambar 2.9 Skema baterai Li-Ion
(Miao, dkk., 2019)

Baterai Li-ion sendiri terbagi menjadi 5 menurut material penyusun katodenya, antara lain: *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 ini, baterai NMC merupakan baterai dengan sifat paling unggul untuk penggunaan EV, karena memiliki densitas energi yang tinggi yang mencapai 0,6 kWh/kg dan memiliki *life cycle* yang moderat (2000-3000 kali). Dapat dilihat pada Gambar 2.10 perbandingan performa kerja dari kelima jenis teknologi baterai Li-ion (Campagnol, dkk., 2017).

Tabel 2.5 Perbandingan jenis-jenis baterai Li-ion
(Campagnol, dkk., 2017)

Material	Cost (USD/kWh)	Energi density (kWh/kg)	Ni content
LCO	<i>Low</i>	0,54	0
NMC	<i>Mid</i>	0,60	0,69 (51 wt%)
LMO	<i>High</i>	0,41	0
LFP	<i>High</i>	0,53	0
NCA	<i>Mid</i>	0,72	0,68 (49 wt%)

Yang menghasilkan sifat densitas energi yang tinggi pada NMC adalah kombinasi antara nikel dan mangan. Nikel mempunyai sifat spesifik energi yang tinggi tapi stabilitas yang jelek. Mangan mempunyai keunggulan untuk dibuat struktur *spinel* untuk mendapatkan tahanan internal yang rendah tapi memiliki spesifik energi yang rendah.

Dengan menggabungkan kedua unsur tersebut dengan formula tertentu diharapkan didapat katode dengan sifat yang unggul. Kebanyakan riset menggunakan elektrode *nickel-rich* untuk meningkatkan densitas energinya, namun harganya mahal. Dengan mereduksinya dengan kobalt maka dapat mengurangi biaya pembuatan. NMC sendiri memiliki beberapa jenis, yang paling pertama adalah NMC111, di mana angka pada penamaannya menandakan komposisi nikel, mangan, dan kobalt yang terdapat pada katode. Dunia industri sendiri sudah mengganti penggunaan elektrodanya dari NMC111 (kapasitas debit 154 Ah.kg⁻¹ pada 0,1 C) ke NMC442 ke NMC622, dan sekarang NMC811 (kapasitas debit > 185 Ah.kg⁻¹ pada 0,1 C) (Miao, dkk., 2019).

2.8 Penelitian Sebelumnya

Penelitian sebelumnya oleh Morcali pada tahun 2019, meneliti mengenai peleburan secara oksidatif *nickel matte* dengan menggunakan larutan asam sulfat. *Nickel matte* (Ni₃S₂) adalah bahan baku utama dalam pembuatan *nickel oxide* dan logam nikel dengan menggunakan proses *refineries*. *Nickel matte* sendiri mengandung sekitar 73 wt% nikel. Pada penelitian ini dilakukan investigasi pada proses *leaching* nikel dengan larutan asam sulfat dan adanya udara sebagai oksidator dengan tujuan menghadirkan proses *leaching* dengan biaya yang rendah. Sebagai variabel pada penelitian ini adalah laju udara yang masuk, kecepatan pengadukan, rasio S/L, konsentrasi asam, temperatur reaksi, waktu reaksi, dan jumlah besi sulfat yang ditambahkan. Hasilnya didapat nikel sebesar 90% dan kobalt sebesar 80% pada proses ekstraksi ini dengan meleburkannya pada H₂SO₄ dan mengalirkan oksigen ke dalamnya. Untuk meningkatkan persentase peleburan *matte*, maka ditambahkan besi oksida dan potensial oksidasi dan reduksi (ORP) diukur untuk mengetahui efek dari ion besi pada *recovery* nikel dan kobalt. Persentase peleburan tertinggi (95%) didapat dengan menambahkan besi sulfat sebesar 1200 mg/L (Morcali, dkk., 2019)

Penelitian lainnya dilakukan oleh Schalkwyk pada 2019 mengenai *leaching converter matte* Ni-Cu-Fe-S pada beberapa variasi *iron endpoints*. Di Western Platinum Pty. Ltd. *Base Metal Refinery*, *converter matte* yang dihasilkan mengandung 48% Ni, 29% Cu, 21% S, dan 0,6-5% Fe, dengan mineral fasa utamanya berupa *heazlewoodite* (Ni_3S_2), *chalcocite* (Cu_2S), dan paduan Ni-Cu. Dalam penelitian sebelumnya diketahui bahwa kandungan besi pada *converter matte* dapat secara signifikan mempengaruhi performa tahap pertama *atmospheric leaching*, yang tujuan utamanya adalah untuk mengendapkan Cu dan *platinum group elements* (PGEs) dan tujuan sekundernya adalah untuk meleburkan nikel. Penelitian ini berskala laboratorium dengan menggunakan *converter matte* dengan variasi *iron endpoints* 0,53%, 0,83%, dan 5,72%, dalam kondisi diberi oksigen dan tidak diberi oksigen. Hasilnya semakin tinggi kadar besi dalam *matte* akan membuat kadar paduan Ni-Cu semakin sedikit daripada *matte* dengan kadar besi yang lebih rendah. Dengan diberi oksigen, Nikel lebih mudah untuk dilakukan *leaching* pada *matte* dengan kadar besi rendah daripada *matte* dengan kadar besi yang tinggi. Pada kondisi tanpa diberi oksigen didapat hasil yang sama pula (Schalkwyk, dkk., 2013).

Ilyas juga melakukan penelitian mengenai ekstraksi nikel dan kobalt dari bijih laterit menggunakan *carbothermic reduction roasting-ammoniacal leaching process*. Bijih nikel laterit yang didapat dari Bajaur (Pakistan) sudah diketahui terlebih dahulu potensial eksploitasinya via proses Caron. Parameter untuk proses *roasting* adalah *coal mixing proportion* (5-15 wt%), temperatur (600-900 °C), dosis aditif (3-12 wt%), dan waktu (15-180 menit) divariasikan untuk mencapai reduksi nikel dan kobalt yang optimal. Hasil maksimal dicapai dengan pencampuran *coal* 10 wt% dan 9wt% Na_2SO_4 , dan dipanaskan pada temperatur 800°C selama 120 menit. Proses *leaching* dari produk *roast-reduced* dilakukan menggunakan larutan $\text{NH}_4\text{OH}-(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (150 g/L total NH_3) dipengaruhi oleh konsentrasi ion karbonat dan menghasilkan > 90% Ni dan 67% Co. Hasil dari *paper* menunjukkan bahwa proses

pengolahan bijih laterit dengan proses *roasting-leaching* mungkin dilakukan dan dapat berguna ke depannya (Ilyas, dkk., 2019).

Berbeda dengan Ilyas yang menggunakan amonium karbonat sebagai bahan untuk *leaching*, Li pada tahun 2017 meneliti untuk melakukan ekstraksi pada bijih laterit menggunakan proses *roasting-leaching* menggunakan larutan amonium sulfat. Untuk parameter yang digunakan adalah dosis amonium sulfat, temperatur *roasting*, *roasting time*, temperatur *leaching*, dan waktu *leaching*. Pada penelitian ini temperatur yang digunakan hanya 400°C di mana energi yang digunakan juga lebih sedikit dan peralatan yang digunakan sedikit yang terkorosi. Hasil *leaching* yang didapat dengan menggunakan amonium sulfat adalah 90,8% Ni, 4% Co, 86,7% Mn, dan 9,98% Fe pada kondisi yang optimal (Li, dkk., 2017).

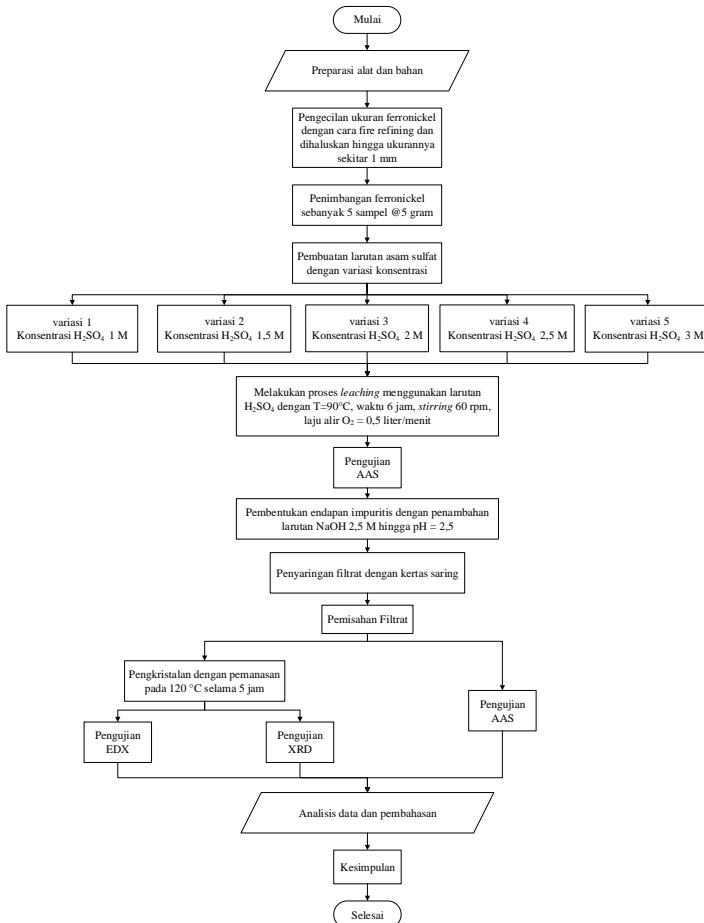
Penelitian tentang pembuatan katode baterai berbahan nikel dari *nickel matte* juga sudah pernah dilakukan, yaitu oleh Zhao Xi pada tahun 2019. Xi meneliti tentang pembuatan katode baterai Li-ion jenis NCA (Litium-Nikel-Kobalt-Aluminium) dari *high grade nickel matte* menggunakan proses hidrometalurgi. Prosesnya terdiri dari empat tahap, yaitu 1) *oxidation roasting*, 2) *leaching* 2 tahap, 3) *purification*, dan 4) sintesis material. Pertama, *high-grade nickel matte* melalui proses *roasting* untuk menghilangkan kadar sulfurnya pada udara terbuka. Lalu proses *leaching* yang pertama bertujuan untuk menghilangkan 78,10% Cu dengan sedikit ekstraksi Ni dan Co pada temperatur kamar di bawah kondisi optimal (25 °C; HCl 1,50 mol.L⁻¹; L/S 7,0; 30 menit) yang menghasilkan produk dengan kadar 96,23% Ni, 96,58% Cu, dan 84,18% Co. Setelah itu dilanjutkan dengan proses *thermal leaching* (proses *leaching* yang kedua) yang dilakukan kondisi optimum (70 °C; HCl 3,0 mol.L⁻¹; L/S 10,0; 120 menit), tujuannya untuk menghilangkan Fe, Zn, dan Ca sebagai residu. Produk yang dihasilkan pada proses ini adalah *lixivium*. Selanjutnya *lixivium* dimurnikan dengan menggunakan metode ekstraksi solven untuk menyesuaikan rasio massa dari Cu dan Ni agar sesuai dengan ketentuan sebagai bahan material katode. Proses terakhir, katode

NCA disintesis menggunakan pirolisis dan *sintering*. Hasilnya, performa elektrokimia dari hasil material sesuai dengan yang disiapkan dari yang menunjukkan proses ini dapat mewujudkan pemanfaatan komprehensif *nickel matte* (Zhou Xi, dkk., 2019).

.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian kali ini adalah:

3.2.1 Gas Oksigen

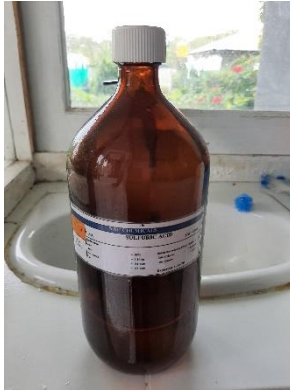
Gas oksigen pada proses ini digunakan pada proses *leaching* sebagai pengoksidator nikel agar dapat bereaksi dengan H_2SO_4 .



Gambar 3.2 Tabung oksigen

3.2.2 Larutan H_2SO_4

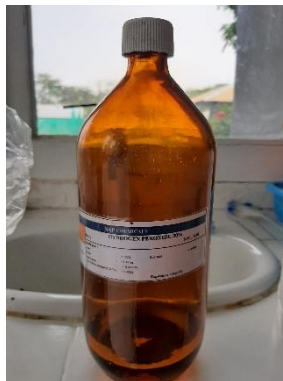
Larutan H_2SO_4 digunakan sebagai pelarut pada proses *leaching* produk *fire refining* berupa *ferronickel*. Larutan H_2SO_4 merupakan variabel kontrol dengan 5 variasi konsentrasi.



Gambar 3.3 Larutan H_2SO_4 98%

3.2.3 Larutan H_2O_2

Larutan hidrogen peroksida digunakan untuk membantu mempercepat proses oksidasi dari *ferronickel*. Hal ini dikarenakan hidrogen peroksida yang merupakan larutan pengoksidasi kuat.



Gambar 3.4 Larutan H_2O_2 30%

3.2.4 Serbuk NaOH

Serbuk NaOH digunakan untuk membuat larutan NaOH yang berguna untuk menetralkan larutan agar impuritas yang ada di dalam *leachant* mengendap. Larutan yang digunakan memiliki konsentrasi 2,5 M.



Gambar 3.5 Serbuk NaOH

3.2.5 Air Deionisasi

Air Deionisasi (18M Ohm cm) digunakan untuk mengencerkan larutan H_2SO_4 dan pembuatan larutan NaOH 2,5 M.



Gambar 3.6 Air deionisasi

3.2.6 *Ferronickel*

Bahan yang akan diproses pada penelitian ini. *Ferronickel* ini merupakan hasil dari proses *fire refining* yang sudah dilakukan pada penelitian sebelumnya dan dipilih dengan kandungan nikel tertinggi.



Gambar 3.7 *Ferronickel*

3.3 Alat Penelitian

Alat penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

3.3.1 Timbangan Digital

Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa *ferronickel*, H_2SO_4 , dan $NaOH$.



Gambar 3.8 Timbangan digital

3.3.2 *Valve untuk Gas Oksigen*

Valve digunakan untuk mengatur laju alir gas oksigen yang mengalir ke dalam gelas *beaker*.



Gambar 3.9 *Valve untuk gas oksigen*

3.3.3 *Flow Meter*

Flow meter digunakan untuk mengukur laju alir gas oksigen.



Gambar 3.10 *Flow meter*

3.3.4 Gelas *beaker*

Gelas *beaker pyrex* digunakan untuk membuat larutan H_2SO_4 dan $NaOH$ 2,5M. Gelas *beaker* yang digunakan memiliki ukuran 1 L dan 500 mL. Selain itu, gelas *beaker* digunakan juga untuk wadah proses *leaching* dan separasi.



Gambar 3.11 Gelas *beaker*

3.3.5 Tabung Kepala Tiga

Tabung kepala tiga digunakan selama proses *leaching* agar saluran oksigen, pH meter, dan kondensor dapat dikaitkan.



Gambar 3.12 Tabung kepala tiga

3.3.6 Kondensor

Kondensor digunakan untuk mendinginkan kembali atau mengembunkan kembali gas yang menguap selama proses *leaching* agar tidak ada gas H_2SO_4 yang keluar.



Gambar 3.13 Kondensor

3.3.7 Buret

Buret digunakan untuk proses titrasi NaOH untuk menetralkan larutan agar pengotor mengendap.



Gambar 3.14 Buret

3.3.8 pH Meter Digital

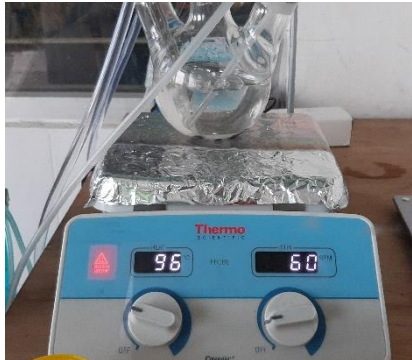
pH meter digital digunakan untuk mengukur pH larutan *leaching* secara kontinu selama proses *leaching* berlangsung. pH meter yang digunakan ialah merek Hanna model HI9025



Gambar 3.15 pH meter digital

3.3.9 Hot Plate dan Magnetic Stirrer

Hot plate digunakan pada proses *leaching* dan diatur pada temperatur 90 °C. *Magnetic stirrer* digunakan untuk mengaduk larutan *leaching*. Pengadukan dilakukan pada kecepatan 60 rpm.



Gambar 3.16 *Hot plate dan magnetic stirrer*

3.3.10 Kertas Saring

Kertas saring digunakan untuk memisahkan endapan impuritis hasil dari proses *separation*.



Gambar 3.17 Kertas saring

3.3.11 Pompa Air

Pompa air berguna untuk menyalurkan air pada kondensor untuk mendinginkan gas yang menguap hasil dari proses *leaching*.



Gambar 3.18 Pompa air

3.3.12 Kompor

Kompor digunakan untuk memanaskan filtrat pada proses kristalisasi agar terbentuk kristal.



Gambar 3.19 Kompor

3.4 Metode Penelitian

Langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini adalah:

1. Mengecilkkan ukuran *ferronickel* menjadi sekitar 1 mm.
2. Membuat larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 M yang dicampur dengan H_2O_2 30% 75 mL.
3. Membuat larutan NaOH dengan konsentrasi 2,5M.
4. Mempersiapkan aparatus percobaan *leaching* sesuai Gambar 3.2.
5. Memasukkan *ferronickel* hasil dari *fire refining* ke dalam gelas *beaker* yang sudah berisi larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi sesuai dengan variabel.
6. Melakukan proses *leaching* dengan variasi konsentrasi yang sudah ditentukan sebelumnya. Variabel tetap ialah laju alir oksigen sebesar 0,5 L/menit, temperatur 90 °C, waktu selama 6 jam dan agitasi 60 rpm.
7. Menambahkan NaOH 2,5M ke dalam gelas *beaker* hingga dicapai pH sebesar 2,5.
8. Menyaring endapan yang terbentuk.
9. Memanaskan larutan $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ pada $T = 90$ °C selama 3 jam
10. Menguji endapan kristal $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ dengan menggunakan pengujian EDX dan XRD.
11. Menganalisis data dan pembahasan.
12. Menyimpulkan hasil penelitian

3.5 Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan dua jenis pengujian, yaitu:

3.5.1 Pengujian Energy-dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

Pengujian EDX ini digunakan untuk mengetahui komposisi kimia yang dihasilkan dari kristal $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ dan pengotor yang dihasilkan dari proses *leaching*. Pengujian EDX dilakukan menggunakan alat SEM/EDX di Laboratorium Karakterisasi

Material di Departemen Teknik Material ITS. Alat SEM/EDX dapat dilihat pada Gambar 3.20.



Gambar 3.20 Alat SEM/EDX

3.5.2 Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD)

Pengujian XRD ini dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan pengotor yang terbentuk hasil dari proses *leaching*. Pengujian XRD ini menggunakan alat XRD PAN Analytical yang berada di Laboratorium Karakterisasi Material di Departemen Teknik Material ITS. Alat XRD PAN Analytical dapat dilihat seperti Gambar 3.21.



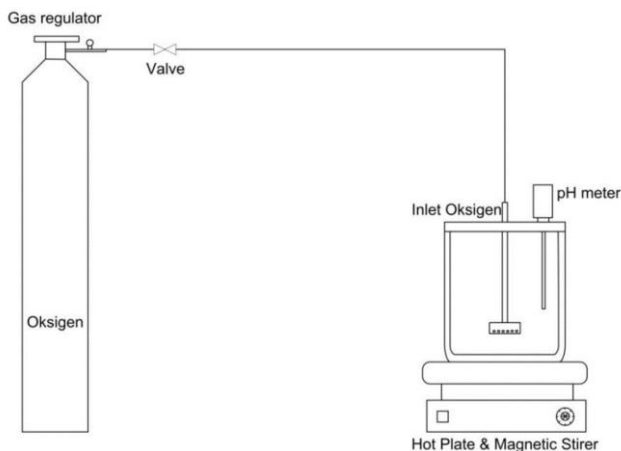
Gambar 3.21 Alat XRD PAN Analytical

3.5.3 Pengujian Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Pengujian AAS ini dilakukan untuk mengetahui kadar Fe, Ni, dan Co yang terdapat pada larutan filtrat $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebelum dan sesudah melalui proses netralisasi. Pengujian AAS dilakukan di Laboratorium Teknologi Air dan Konsultasi Industri Departemen Teknik Kimia ITS.

3.6 Rancangan Penelitian

Gambar 3.22 di bawah menunjukkan skema peralatan yang digunakan pada penelitian kali ini untuk proses *leaching ferronickel* hasil proses *fire refining*.



Gambar 3.22 Skema peralatan untuk proses *leaching*

Tabel 3.1 Rancangan penelitian

Konsentrasi H₂SO₄ (M)	Karakterisasi		
	EDX	XRD	AAS
1	✓	✓	✓
1,5	✓	✓	✓
2	✓	✓	✓
2,5	✓	✓	✓
3	✓	✓	✓

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Bahan Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan pengujian EDX, XRD, dan AAS pada sampel *ferronickel* oksida dan larutan filtrat hasil *leaching* dengan berbagai variasi konsentrasi asam sulfat (sebelum dan sesudah proses netralisasi).

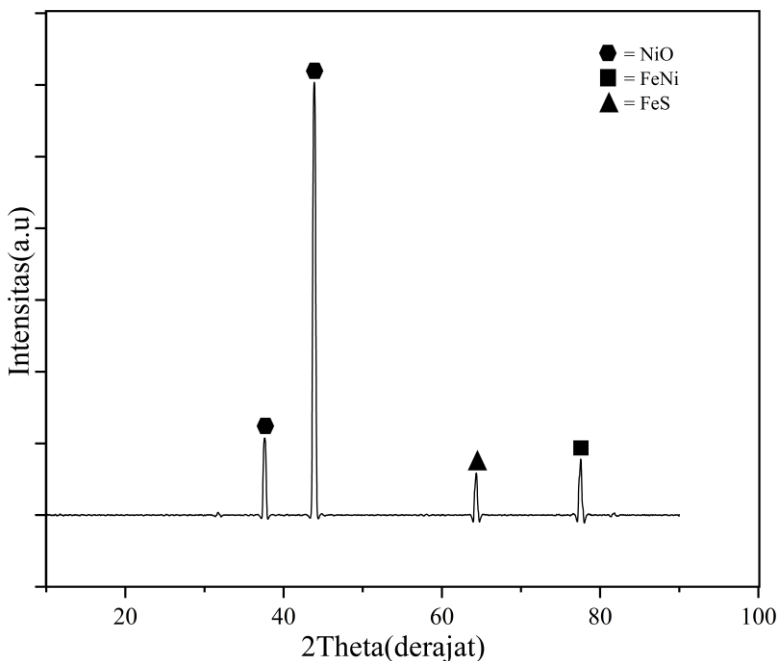
4.1.1 Karakterisasi Sampel Ferronickel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah berupa *ferronickel* yang sudah melalui proses *fire refining* untuk meningkatkan kadar nikelnya. Hanya saja untuk mengecilkan ukuran sampelnya menjadi serbuk, *ferronickel* dipanaskan lagi hingga menjadi bentuk oksida. Sampel kemudian diuji XRD dan EDX untuk mengetahui kandungan awalnya sebelum melalui proses *leaching*. Hasil dari pengujian EDX berupa komposisi kimia dari sampel *ferronickel* oksida. Komposisinya dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengujian EDX sampel *ferronickel* oksida

Unsur	Ni	Co	Fe	Cr	S	Na	O
% Berat	36,25	2,27	50,71	0,43	3,71	0,37	6,25

Dari hasil uji EDX, didapatkan bahwa sampel *ferronickel* oksida memiliki kandungan 50,7% Fe, 36,25% Ni, dan 6,25% O. Untuk unsur lainnya cenderung kecil yaitu di bawah 4%, termasuk Co yang hanya 2,27%. Kandungan Ni dalam sampel sudah tergolong tinggi jika dibandingkan dengan kandungan Ni dalam *ferronickel* hasil dari proses *Mini Blast Furnace* yang merupakan dari proses *fire refining*. Selanjutnya sampel diuji XRD. Tujuannya adalah untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada sampel.



Gambar 4.1 Hasil pengujian XRD sampel *ferronickel* oksida

Hasil pengujian XRD sampel *ferronickel* oksida ditunjukkan pada Gambar 4.1 dengan hasil bahwa senyawa yang terkandung di dalam *ferronickel* oksida adalah NiO, FeS, dan FeNi. NiO dapat ditemukan pada *peak* 2θ pada 37.698, dan 43.915. Sedangkan senyawa FeNi (*ferronickel*) dapat ditemukan pada *peak* 2θ 77.622. Sedangkan senyawa FeS dapat ditemukan pada *peak* 2θ 64.2430.

4.1.2 Karakterisasi Larutan Filtrat NiSO₄ Sebelum Netralisasi

Larutan filtrat yang didapat setelah proses penyaringan diambil cuplikan sebanyak 7 mL untuk dilakukan pengujian AAS. Pengujian AAS ini untuk mengetahui kadar Fe, Ni, dan Co yang

terkandung dalam larutan. Hasil dari pengujian AAS dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil pengujian AAS untuk filtrat sebelum proses netralisasi

Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄	pH Larutan	Hasil Analisis Fe (mg/L)	Hasil Analisis Ni (mg/L)	Hasil Analisis Co (mg/L)
3M	- 0,778	107, 86	983, 62	114, 00
2,5M	- 0,699	214, 29	827, 80	88,0 0
2M	- 0,602	212, 86	800, 43	93,0 0
1,5M	- 0,477	210, 00	771, 69	91,2 5
1M	- 0,301	313, 57	468, 10	90,0 0

Dari hasil di atas untuk kandungan nikel pada filtrat dari konsentrasi 1M hingga 3M cenderung naik. Hasil tertinggi pada konsentrasi 3M didapat kandungan Ni sebesar 983,62 mg/L dan hasil terendah pada konsentrasi 1M yaitu sebesar 468,10 mg/L. Untuk kandungan Fe dan Co cenderung fluktuatif, dengan kandungan Fe tertinggi sebesar 313,57 mg/L pada variasi konsentrasi asam sulfat 1M dan untuk Co tertinggi sebesar 114 mg/L pada variasi konsentrasi asam sulfat 3M.

4.1.3 Karakterisasi Larutan Filtrat NiSO₄ Setelah Netralisasi

Setelah proses netralisasi, larutan filtrat diambil cuplikan sebanyak 7 mL untuk dilakukan pengujian AAS juga. Sama dengan sebelumnya, pengujian ini untuk mengetahui kadar Fe, Ni, dan Co yang terdapat di dalam larutan. Hasil uji AAS dapat dilihat pada Tabel 4.3.

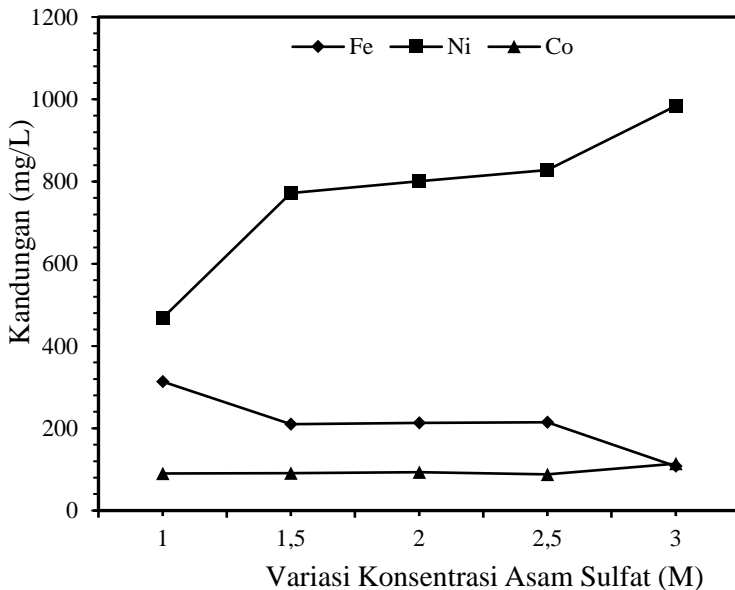
Tabel 4.3 Hasil pengujian AAS untuk filtrat sesudah proses netralisasi

Variasi Konsentrasi H_2SO_4	pH Akhir Larutan	Hasil Analisis Fe (mg/L)	Hasil Analisis Ni (mg/L)	Hasil Analisis Co (mg/L)
3M	2,5	27,86	434,70	95,00
2,5M	2,5	80,71	597,20	127,00
2M	2,5	143,57	597,20	141,00
1,5M	2,5	117,14	586,21	93,00
1M	2,5	80,00	292,46	88,00

Dari hasil di atas didapat bahwa setelah proses netralisasi, kandungan besi, nikel, dan kobalt dalam larutan berkurang seluruhnya. Untuk kandungan nikel, hasil tertinggi didapat pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dan 2,5M yaitu sebanyak 597,20 mg/L. Pada konsentrasi 3M, jumlah kandungan nikel berkurang menjadi hanya 434,70 mg/L. Untuk kandungan Fe tertinggi didapat pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M sebesar 143 mg/L lalu menurun pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M dan 3M. Begitu juga dengan kandungan Co terbanyak pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M sebesar 141,00 mg/L lalu mengalami penurunan pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M dan 3M.

4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi H_2SO_4 Terhadap *Yield*

Perhitungan *yield* dilakukan menggunakan hasil dari pengujian AAS pada sampel filtrat $NiSO_4$ sebelum dan sesudah proses netralisasi dengan menggunakan Persamaan 2.13. Dari Tabel 4.1 tersebut dapat dibuat tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat $NiSO_4$ yang dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat NiSO_4 sebelum proses netralisasi

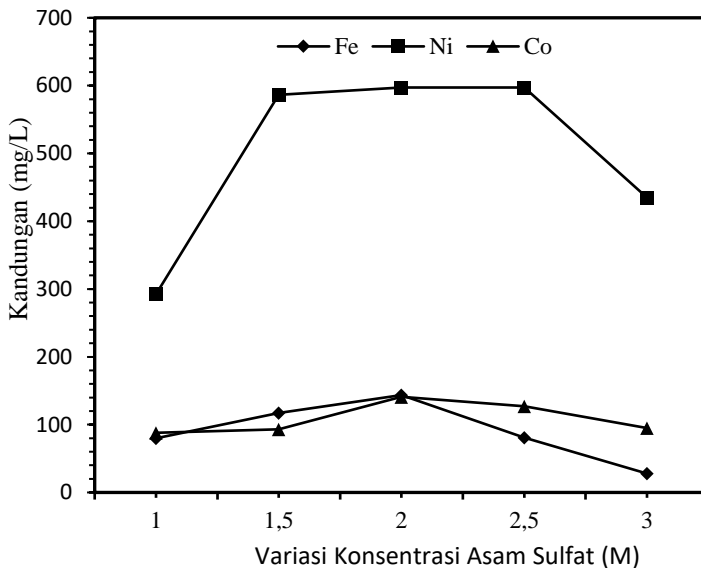
Dari Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa kadar nikel dalam filtrat NiSO_4 sebelum netral mengalami peningkatan pesat pada variasi konsentrasi 1,5M. Setelah itu cukup landai dengan terus naik berbarengan dengan naiknya konsentrasi asam sulfat. Hal ini dikarenakan konsentrasi asam sulfat akan mempengaruhi koefisien aktivasi. Semakin tinggi konsentrasi asam sulfat maka koefisien aktivasi juga akan semakin tinggi yang akan menyebabkan pelarut mampu melarutkan sampel lebih banyak. Hal ini sesuai teori yang menyatakan semakin tinggi konsentrasi pelarut maka semakin banyak sampel yang larut di dalam larutan (Zhang, 2013). Untuk kadar Fe dan Co cenderung rendah dan fluktuatif. Hal ini dikarenakan kandungan sampel *ferronickel* yang tidak merata akibat dari proses *fire refining* yang kurang maksimal. Proses larutnya logam ke dalam larutan asam sulfat sendiri sesuai dengan

Reaksi 2.3 hingga 2.7. Untuk larutan padat FeNi sebelum melalui reaksi di atas terlebih dahulu melalui Reaksi 2.11 dan 2.12.

Dari reaksi di atas, Reaksi 2.2 dan 2.3 akan bereaksi terlebih dahulu menghasilkan FeO dan NiO. Hal ini dikarenakan energi bebas Gibbunya yang sangat kecil. Setelah itu berturut-turut bereaksi Reaksi 2.5, Reaksi 2.6, dan yang terakhir 2.7. Hal tersebut dikarenakan energi bebas Gibbs dari Reaksi 2.7 yang sangat tinggi, yang menandakan bahwa afinitas nikel yang tinggi yang menandakan bahwa nikel susah beroksidasi. Hal ini sesuai dengan tinjauan pustaka yang menyebutkan bahwa urutan kelarutan berturut Fe, Co, dan Ni yang mengacu pada energi bebas Gibbs (Z. Zhu, 2010).

Setelah itu filtrat melalui proses netralisasi dengan penambahan NaOH. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor utama yaitu Fe. Proses netralisasi ini berjalan dengan Reaksi 2.8, 2.9, dan 2.10.

Dari tiga reaksi di atas didapat produk reaksi berupa $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_2$, dan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ yang berupa endapan. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Zhu pada tahun 2010, yang mengatakan bahwa pada pH rendah Fe lebih dulu mengendap, baru pada pH tinggi Co dan Ni menyusul mengendap (Z. Zhu, 2010). Endapan ini nantinya akan disaring, lalu setelah itu filtrat akan diuji AAS kembali yang dapat dilihat pada Tabel 4.3. Dari Tabel 4.3 tersebut dapat dibuat grafik tren kandungan yang ada di dalam filtrat NiSO_4 yang dapat dilihat pada Gambar 4.3.

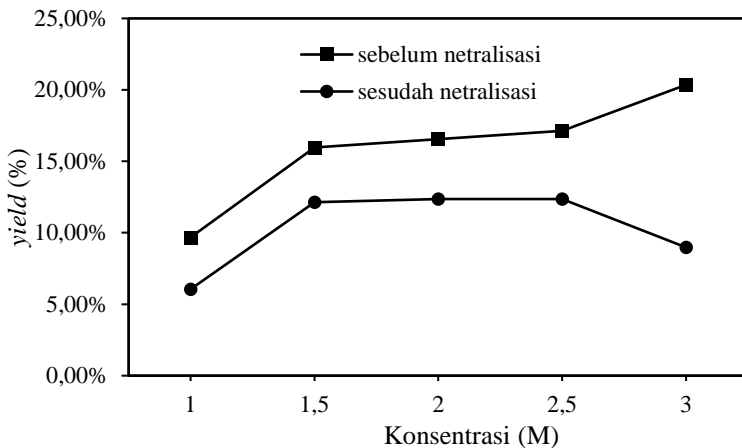


Gambar 4.3 Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat NiSO_4 setelah proses netralisasi

Dari grafik di atas dapat diketahui bahwa kandungan Fe, Ni, dan Co pada filtrat NiSO_4 memiliki tren yang sama, yaitu meningkat sampai di variasi konsentrasi asam sulfat 2M, lalu menurun pada konsentrasi asam sulfat 3M. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi asam sulfat, menyebabkan semakin rendah pula pH dari larutan. Karena proses netralisasi adalah proses penambahan NaOH hingga pH larutan menjadi 2,5M, maka pertambahan pH yang terjadi pada larutan dengan konsentrasi asam sulfat tinggi juga tinggi. Hal ini akan menyebabkan nikel mulai bereaksi dan mengendap karena tinggi kenaikan pH larutan.

Dari data Tabel 4.2 kita dapat menghitung *yield* dengan menggunakan Persamaan 2.13. Massa sampel FeNi yang digunakan pada penelitian ini sebesar 5 gram dengan kandungan

36,25%. Larutan yang digunakan pada proses *leaching* adalah asam sulfat sebanyak 300 mL dan hidrogen peroksida sebanyak 75 mL. Jadi total larutan yang digunakan adalah 375 mL. Untuk kadar nikel di dalam larutan kita menggunakan hasil dari uji AAS. Pengujian AAS sendiri kita lakukan di Laboratorium Teknologi Air dan Konsultasi Industri di Departemen Teknik Kimia Perhitungan *yield* sesuai dengan Persamaan 2.13. Hasil perhitungan dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik tren *yield* kandungan nikel dari variasi konsentrasi asam sulfat

Dari Gambar 4.4 di atas dapat diketahui untuk *yield* untuk variasi konsentrasi asam sulfat sebelum netralisasi konstan mengalami kenaikan dari 1M menuju ke 3M berurutan 9,68%, 15,97%, 16,56%, 17,13%, dan 20,35%. Kenaikan *yield* yang paling signifikan adalah pada saat konsentrasi asam sulfat 1,5M. Sedangkan saat konsentrasi 2M kenaikan tidak signifikan hingga saat konsentrasi 3M kenaikan menjadi signifikan namun tidak signifikan saat konsentrasi 1,5M. Sedangkan sesudah proses netralisasi semua *yield* menurun jika dibandingkan saat sebelum netralisasi. Pada konsentrasi 1M didapat *yield* sebesar 6,05%.

Untuk 1,5M naik signifikan mencapai 12,13%. *Yield* berada pada puncak saat konsentrasi 2M dan 2,5M dengan 12,36%. Lalu *yield* turun di angka 8,99% saat konsentrasi 3M. Hal ini berkaitan dengan Gambar 4.3, bahwa berkurangnya *yield* pada variasi konsentrasi asam sulfat 3M dikarenakan tingginya penambahan pH pada proses netralisasi yang mengakibatkan nikel ikut mengendap menjadi $\text{Ni}(\text{OH})_2$.

Nilai *yield* yang berada di bawah 20% ini diakibatkan terdapatnya senyawa FeS pada sampel *ferronickel* oksida yang digunakan. Saat pelarut berinteraksi dengan permukaan sampel untuk melarutkan besi dan nikel, senyawa FeS berinteraksi dengan asam sulfat menghasilkan produk berupa padatan sulfur. Padatan sulfur ini bersifat tidak mudah larut dan menutupi seluruh permukaan sampel. Hasilnya proses *leaching* terhambat akibat tertutupnya permukaan dengan padatan sulfur ini (Havlík, 2008).

Senyawa FeS pertama-tama akan bereaksi dengan H_2SO_4 menghasilkan produk berupa gas H_2S sesuai Reaksi 2.11. Lalu gas H_2S ini akan bereaksi dengan O_2 yang memang ditambahkan ke dalam larutan membentuk padatan Sesuai Reaksi 2.12. Reaksi gas H_2S dengan O_2 ini sangat spontan terlihat dari energi bebas Gibbnya yang sangat kecil. Hasil dari Reaksi 2.12 yang berupa padatan S inilah yang menutupi permukaan sampel *ferronickel* dan membuat asam sulfat tidak bisa melarutkan karena sifat dari padatan sulfur ini yang tidak bisa larut.

Selain itu ukuran sampel FeNi juga berpengaruh. Pada penelitian ini tidak diatur ukuran FeNi yang akan mengalami proses *leaching*. Semakin kecil ukuran sampel maka semakin besar pula luas permukaan yang kontak langsung dengan asam sulfat. Hal ini akan mengurangi kemungkinan terhambatnya proses *leaching* karena padatan sulfur yang menutupi permukaan (Jessica Egan, 2016). Dapat disimpulkan bahwa konsentrasi asam sulfat paling efektif adalah 2M.

4.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi H_2SO_4 Terhadap Komposisi Kimia

Untuk mengetahui komposisi kimia dari produk $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ maka dilakukan pengujian EDX. Sebelum diuji terlebih dahulu filtrat $NiSO_4$ dikristalisasi menjadi $NiSO_4 \cdot 6H_2O$. Hasil dari uji EDX ini dapat dilihat pada Tabel 4.4.

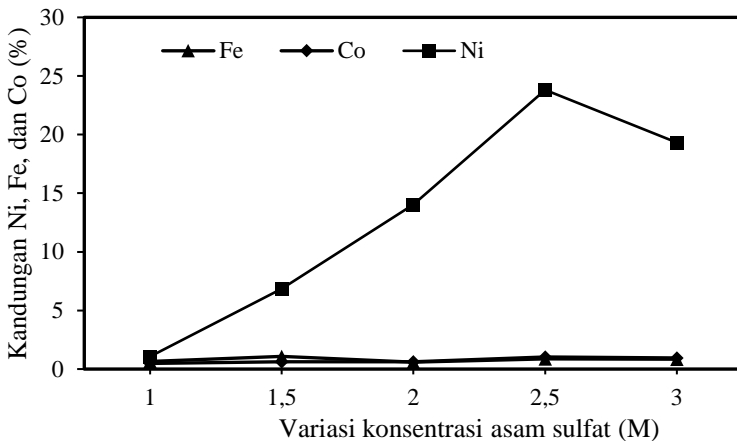
Tabel 4.4 Komposisi kimia produk pada beberapa variasi konsentrasi Asam Sulfat

Unsur	1M	1,5M	2M	2,5M	3M
O (wt%)	36,22	36,57	36,71	28,26	38,52
Na (wt%)	34,50	26,40	22,29	18,03	19,08
S (wt%)	26,30	27,75	25,21	26,78	20,90
Cr (wt%)	0,77	0,70	0,56	1,22	0,38
Fe (wt%)	0,66	1,08	0,59	0,87	0,84
Co (wt%)	0,48	0,63	0,62	1,03	0,96
Ni (wt%)	1,07	6,86	14,02	23,81	19,32

Dari tabel di atas didapatkan komposisi kimia produk pada berbagai variasi konsentrasi. Pada konsentrasi 1M didapatkan komposisi kimia: 36,22% O, 34,50% Na, 26,30% S, 0,77% Cr, 0,66% Fe, 0,48% Co, dan 1,07% Ni. Pada konsentrasi 1,5M didapatkan komposisi kimia produk: 36,57% O, 26,40% Na, 27,75% S, 0,70% Cr, 1,08% Fe, 0,63% Co, dan 6% Ni. Pada konsentrasi 2M didapatkan komposisi kimia: 36,71% O, 22,29% Na, 25,21% S, 0,56% Cr, 0,59% Fe, 0,62% Co, dan 14,02% Ni. Pada konsentrasi 2,5M didapatkan komposisi kimia 28,26% O, 18,03% Na, 26,78% S, 1,22% Cr, 0,87% Fe, 1,03% Co, dan

23,81% Ni. Pada konsentrasi 3M didapatkan komposisi kimia 38,52% O, 19,08% Na, 20,90% S, 0,38% Cr, 0,84% Fe, 0,96% Co, dan 19,32% Ni. Dari Tabel 4.4 dapat dilihat juga bahwa kandungan Na dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sangat tinggi. Na sendiri merupakan produk dari Reaksi 2.8, 2.9, dan 2.10 yang berupa padatan Na_2SO_4 . Dari data di atas dapat dibuat grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co dalam kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dapat dilihat pada Gambar 4.5.

Dari hasil di atas kadar nikel cenderung naik hingga paling



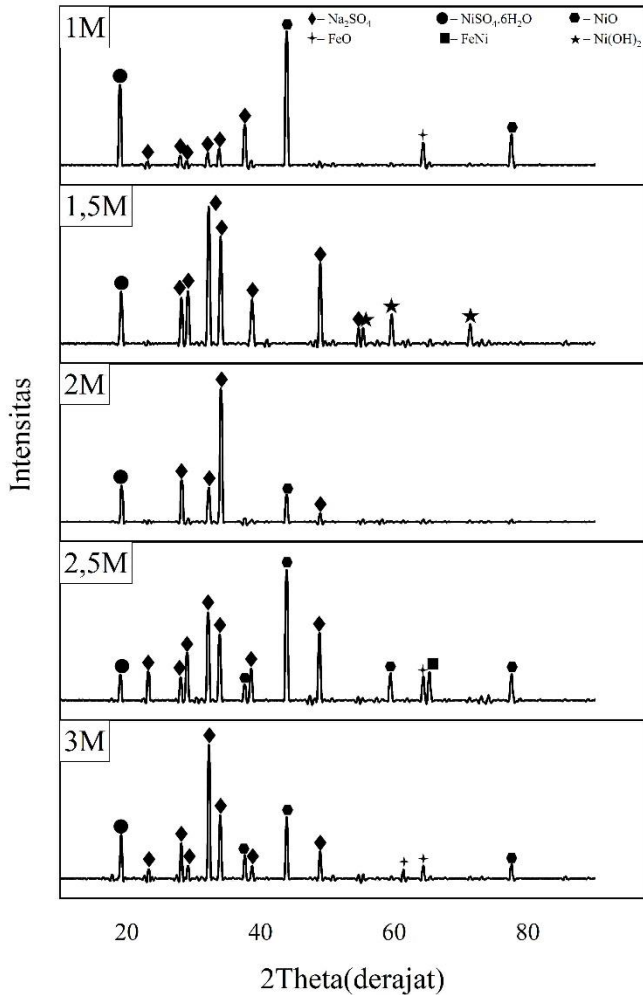
Gambar 4.5 Grafik tren kandungan Ni, Fe, dan Co pada filtrat $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

tinggi didapatkan pada variasi konsentrasi 2,5M yaitu sebesar 23,81%. Sedangkan pada variasi konsentrasi 3M terjadi penurunan kadar nikel menjadi 19,32%. Penurunan ini dikarenakan efek dari proses netralisasi. Seperti yang sudah dibahas sebelumnya, karena kenaikan pH pada variasi konsentrasi 3M menjadi pH = 3,5 sangat tinggi, akibatnya banyak nikel yang akhirnya ikut mengendap menjadi $\text{Ni}(\text{OH})_2$ sehingga kadar nikel pun berkurang karena endapan ini nantinya akan disaring. (Zhu, dkk. 2010). Hal itu dapat dilihat dari grafik tren penurunan kadar nikel dalam filtrat NiSO_4 pada Gambar 4.6.

Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa pengurangan nikel yang besar pada variasi konsentrasi asam sulfat 3M sesuai dengan berkurangnya kadar nikel. Untuk kadar Co dan Fe yang tersisa sudah sangat sedikit yaitu di bawah 1%. Hal ini sesuai dengan tujuan dari proses netralisasi yaitu untuk menghilangkan pengotor (Z. Zhu, 2010). Dari penelitian ini kadar nikel yang dihasilkan sudah mencapai standar kadar nikel untuk menjadi katode baterai NMC, yaitu 23 wt% pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M (Coremax, 2012).

4.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi H_2SO_4 Terhadap Senyawa yang Terbentuk

Untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dilakukan pengujian XRD. Hasil dari grafik XRD dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Hasil pengujian XRD kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Dari grafik di atas dapat diperoleh bahwa senyawa yang terbentuk pada produk. Pada konsentrasi H_2SO_4 3M senyawa yang terbentuk Na_2SO_4 , $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NiO , dan FeO . Senyawa Na_2SO_4 ditunjukkan *peak* 2θ pada 23.1768° , 28.1400° , 29.2263° , 32.2719° , 33.9888° , 38.4886° , dan 48.8951° . Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada *peak* 2θ 19.2163° . Senyawa NiO pada *peak* 2θ 37.6082° , 43.8573° , dan 77.5553° . Serta FeO pada *peak* 2θ 61.3231° dan 64.4035° . Adanya senyawa NiO dan FeO ini menunjukkan bahwa sampel *ferronickel* oksida tidak seluruhnya larut dalam larutan H_2SO_4 . Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terbentuk dari reaksi yang terjadi saat proses *leaching* sesuai dengan Reaksi 2.7 (Astuti, dkk., 2016). Sedangkan Na_2SO_4 didapat dari reaksi pada proses netralisasi (Zhu, dkk., 2010).

Pada variasi konsentrasi H_2SO_4 2,5M adalah $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , dan NiO . $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat ditemukan pada *peak* 2θ 19.2590° . Na_2SO_4 pada *peak* 2θ 28.2095° , 32.1662° , 33.9470° , dan 34.1818° . sedangkan NiO pada *peak* 2θ 43.8532° .

Pada variasi konsentrasi H_2SO_4 2M adalah $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , dan NiO . $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat ditemukan pada *peak* 2θ 19.2590° . Na_2SO_4 pada *peak* 2θ 28.2095° , 32.1662° , 33.9470° , dan 34.1818° . sedangkan NiO pada *peak* 2θ 43.8532° .

Pada variasi konsentrasi H_2SO_4 1,5M adalah Na_2SO_4 , $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{Ni}(\text{OH})_2$. Na_2SO_4 dapat ditemukan pada *peak* 2θ 28.1625° , 29.1148° , 32.2531° , 33.9281° , 34.1850° , 38.7883° , 48.8807° , dan 54.6301° . $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat ditemukan pada *peak* 2θ 19.2400° . Dan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dapat ditemukan pada *peak* 2θ 55.3075° , 59.6594° , dan 71.2955° . Terbentuknya $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ini dikarenakan semakin banyak NaOH yang bereaksi dengan larutan sehingga banyak Ni yang akhirnya berubah menjadi $\text{Ni}(\text{OH})_2$. Hal ini dikarenakan sedikitnya kemampuan larutan H_2SO_4 untuk melarutkan sehingga kandungan unsurnya yang sedikit. Kandungan unsur yang sedikit mengakibatkan kebutuhan NaOH juga sedikit, karena jumlahnya yang sama hingga pH 2,5 jadi banyak NaOH yang sudah bereaksi dengan Ni (Zhu, dkk. 2010).

Pada variasi konsentrasi H_2SO_4 1M senyawa yang terbentuk adalah Na_2SO_4 , $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NiO , dan FeO . Na_2SO_4 dapat dilihat pada *peak* θ 23.0316°, 28.8587°, 29.0097°, 32.1174°, 33.8863°, dan 38.4886°. $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dapat dilihat pada *peak* θ 9.0086°. NiO dapat dilihat pada *peak* θ 43.8473° dan 77.4574°. Dan FeO pada *peak* θ 64.2788°

Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ merupakan bentuk kristal dari NiSO_4 yang diperoleh dari Reaksi 2.7. H_2O sendiri berada pada celah NiSO_4 . Reaksi 2.7 ini sendiri terjadi pada temperatur 90°C dan memiliki energi bebas Gibbs $-98,283$ kJ/mol. Dari semua reaksi pada proses *leaching* ini Reaksi 2.7 inilah yang paling besar, yang menandakan reaksi ini terjadi paling terakhir. Na_2SO_4 merupakan produk dari netralisasi yang didapat dari Reaksi 2.8, 2.9, dan 2.10. Reaksi ini terjadi pada temperatur kamar. $\text{Ni}(\text{OH})_2$ merupakan produk dari Reaksi 2.10. Hal ini terjadi karena jumlah NaOH yang terlalu banyak sehingga nikel sudah ada yang bereaksi dengan NaOH . Senyawa $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ada juga karena proses penyaringan yang tidak maksimal. Senyawa FeO , NiO , dan FeNi yang ada merupakan senyawa dari sampel *ferronickel* yang tidak larut di dalam larutan dan menjadi serbuk yang melayang di dalam larutan. Senyawa ini ada dikarenakan proses penyaringan dengan kertas saring yang kurang maksimal. Begitu juga dengan senyawa $\text{Ni}(\text{OH})_2$ yang merupakan senyawa produk dari proses netralisasi. yang tidak ikut tersaring. Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk merupakan produk dari Reaksi 2.7 yang tidak bereaksi dengan NaOH . $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ini adalah senyawa utama yang dicari dalam penelitian ini. Jumlah senyawa ini tergantung dari jumlah nikel yang larut dalam asam sulfat dan juga kenaikan pH saat proses netralisasi. Dengan kata lain semakin tinggi konsentrasi asam sulfat, maka semakin banyak $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk (Z. Zhu, 2010). Akan tetapi konsentrasi yang terlalu tinggi juga akan mengakibatkan nikel yang mengendap semakin besar, karena saat kenaikan pH tinggi jumlah nikel yang mengendap akan signifikan, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Senyawa Na_2SO_4 merupakan senyawa produk dari proses netralisasi. Jumlah Na_2SO_4

yang banyak ini juga berpengaruh dengan selisih pH yang tinggi saat dilakukan proses netralisasi. Selisih pH yang tinggi ini diakibatkan tingginya konsentrasi asam sulfat yang mengakibatkan pH larutan menjadi sangat rendah.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan analisis data yang telah dilakukan maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. *Yield* tertinggi untuk larutan filtrat sebelum proses netralisasi sebesar 20,35% pada variasi konsentrasi asam sulfat 3M, dan untuk larutan filtrat sesudah proses netralisasi sebesar 12,36% pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dan 2,5M. Untuk variasi konsentrasi asam sulfat dengan hasil *yield* paling optimal yaitu konsentrasi asam sulfat 2M karena memiliki pengurangan kadar nikel yang lebih kecil daripada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M dan 3M.
2. Kadar nikel tertinggi yang didapat dari kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ adalah 23,8% yaitu pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M namun masih terdapat senyawa NiO dan FeNi dalam produk yang dihasilkan pada variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M. Komposisi kimia paling optimal yaitu pada variasi konsentrasi asam sulfat 2M dengan kadar nikel 14,02% namun tanpa ada senyawa NiO dan FeNi yang tersisa dari produk.
3. Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat terbentuk pada semua variasi konsentrasi asam sulfat. Namun senyawa yang dihasilkan pada kristal $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ masih didominasi oleh Na_2SO_4 yang merupakan produk dari proses netralisasi.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Ukuran butir sampel yang akan dilarutkan diperkecil.
2. Perhatikan media yang digunakan untuk *fire refining* dan mengecilkan ukuran sampel agar tidak bercampur dengan FeS.
3. Waktu *leaching* diubah menjadi 8-10 jam dengan tanpa penambahan oksigen.

-
4. Konsentrasi larutan akhir saat proses netralisasi perlu diperhatikan lagi.
 5. Penyaringan dilakukan secara berkala agar tidak ada NiO dan FeNi yang tersisa.

DAFTAR PUSTAKA

- B. Akinwolemiwa, 2015. "Redox Electrolytes in Capacitors". **Electrochemical Society**, pp. A5054-A5059.
- Campagnol, N., Hoffman, K., Lala, A. & Ramsbottom, O., 2017. **The Future of Nickel: A Class Act**. s.l.:McKinsey & Company.
- Crundwell, F. K. et al., 2011. **Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum-Group Metals**. Oxford: Elsevier Ltd..
- Elliot, R., Peacey, J. & Pickles, C., 2017. "Ferronickel Particle Formation During the Carbothermic Reduction". **Minerals Engineering**, pp. 166-176.
- Everhart, J. L., 1971. **Engineering Properties of Nickel and Nickel Alloys**. New York : Plenum Press.
- Havlík, T., 2008. **Hydrometallurgy Principles and Applications**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Huda, M., Aziz, M. & Tokimatsu, K., 2019. "The Future of Electric Vehicles to Grid Integration in Indonesia". **Energy Procedia**, pp. 4592-4597.
- Ilyas, S. et al., 2019. "Extraction of Nickel and Cobalt From A Laterite Ore Using The Carbothermic Reduction Roasting-Ammoniacal Leaching Process". **Separation and Purification Technology**, Volume 232.
- Jessica Egan, C. B. a. D. H., 2016. "Effect of Particle Size and Grinding Time on Gold". **minerals**, pp. 68-77.
- Kathiravan, P. et al., 2016. "Growth and Characterization of Alpha-nickel Sulphate Hexahydrate Single Crystal". **Journal of Modern Science** , Volume XX, pp. 1-13.
- Levenspiel, O., 1999. **Chemical Reaction Engineering**. 3rd penyunt. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Li, J. et al., 2017. "The Extraction of Valuable Metals and Phase Transformation and Formation Mechanism in Roasting-Water Leaching Process of Laterite with Ammonium

-
- Sulfate". **Journal of Cleaner Production**, Volume 140, pp. 1148-1155.
- Manomenova, V. L. et al., 2005. V. L. Manomenova, E. B. Rudneva, A. É. Voloshin, L. V. Soboleva., **Crystallography Reports**, Volume 50, pp. 877-882.
- Miao, Y., Hynan, P., Jouanne, A. v. & Yokochi, A., 2019. "Current Li-Ion Battery Technologies in Electric". **energies**, Volume 12, pp. 1-20.
- Morcali, M. H., Khajavi, L. T., Aktas, S. & Dreisinger, D. B., 2019. "Oxidative Dissolution of Nickel Matte in Dilute Sulfuric Acid Solutions". **Hydrometallurgy**, Volume 185, pp. 257-265.
- Schalkwyk, R. v., Eksteen, J. & Akdogan, G., 2013. "Leaching of Ni-Cu-Fe-S Converter Matte at Varying Iron Endpoints; Mineralogical Changes and Behaviour of Ir, Rh and Ru". **Hydrometallurgy**, Volume 136, pp. 36-45.
- Solar, M., Wasmund, B. & Candy, I., 2008. "Selection of Optimum Ferronickel Grade for Smelting Nickel Laterites". **CIM Bulletin**, pp. 1-8.
- Sugiyono, A., 1998 . "Overview of Nickel Industry in Indonesia". **Mamberamo Now**, 1 April, pp. 3-4.
- Takeno, N., 2005. **Atlas of Eh-pH diagrams**. Jepang: National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.
- Vale, 2018. **Safety Data Sheet**, s.l.: s.n.
- Wang, W. et al., 2017. "Structures, Photophysical Properties, and Growth Patterns of Methylurea Coordinated Ni(II) and Mn(II) Complexes". **crystals**, Volume 7, pp. 1-11.
- Wanta, K. C., Susanti, R. F., Santoso, R. K. B. & Tanujaya, F. H., 2017. **Studi Kinetika Proses Leaching Nikel Laterit dalam Suasana Asam pada Kondisi Atmosferis**. Bandung, Universitas Katolik Parahyangan.
- Z. Zhu, Y. P. W. Z. W. W. C. C., 2010. "Precipitation of impurities from synthetic laterite leach solutions". **Hydrometallurgy**, pp. 81-85.
-

-
- Zhang, X. Y. a. L., 2013. "Effects of Reagent Concentration and Particle Size". **Acta Physica Polonica**.
- Zhao Xi, Z. W. et al., 2019. "Hydrometallurgical production of $\text{LiNi}_{0.80}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05}\text{O}_2$ cathode material from high-grade nickel matte". **Hydrometallurgy**, Volume 196, pp. 30-41.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

1. Perhitungan kebutuhan massa H_2SO_4 dan NaOH untuk membuat larutan sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan

$$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{Mr} = \frac{\text{massa}}{Mr} \times \frac{1}{\text{vL}}$$

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

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

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

- $$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{Mr}$$
$$M = \frac{10 \times 1,84 \times 98}{98}$$
$$M = 18,4 \text{ M}$$

- a. H_2SO_4 3M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$18,4 \times V_1 = 3 \times 100$$
$$V_1 = 16,3 \text{ mL}$$

- b. H_2SO_4 2,5M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$18,4 \times V_1 = 2,5 \times 100$$
$$V_1 = 13,587 \text{ mL}$$

- c. H_2SO_4 2M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$18,4 \times V_1 = 2 \times 100$$
$$V_1 = 10,870 \text{ mL}$$

- d. H_2SO_4 1,5M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$18,4 \times V_1 = 1,5 \times 100$$
$$V_1 = 8,152 \text{ mL}$$

e. H₂SO₄ 1M

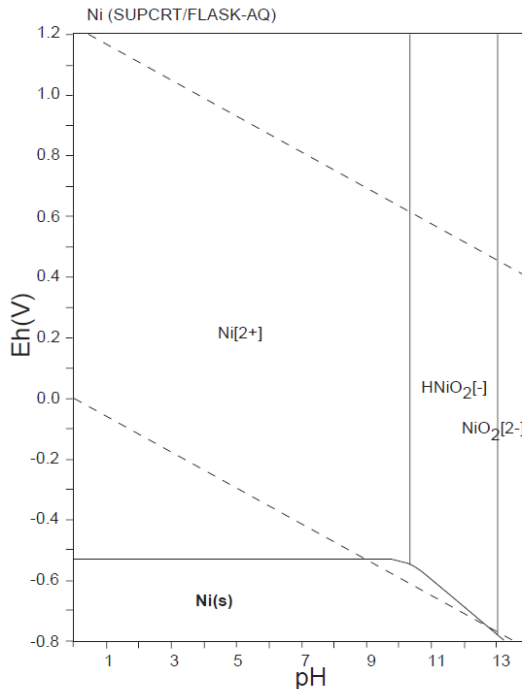
$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\18,4 \times V_1 &= 1 \times 100 \\V_1 &= 5,435 \text{ mL}\end{aligned}$$

- $$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{M_r}$$
$$M = \frac{10 \times 2,1 \times 98}{98}$$
$$M = 21 \text{ M}$$

NaOH 2,5M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\21 \times V_1 &= 2,5 \times 100 \\V_1 &= 11,91 \text{ mL}\end{aligned}$$

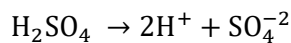
2. Perhitungan E dan pH dengan E-pH diagram
a. Perhitungan pH larutan H₂SO₄ berbagai



Gambar E-pH diagram
konsentrasi

$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

di mana: $[H^+]$ = konsentrasi H⁺



- H₂SO₄ 3M
H₂SO₄ → 2H⁺ + SO₄⁻²

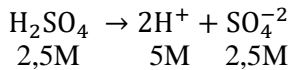
3M 6M 3M

$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

$$\text{pH} = -\log[6]$$

$$\text{pH} = -0,778$$

- H_2SO_4 2,5M

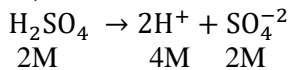


$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

$$\text{pH} = -\log[5]$$

$$\text{pH} = -0,699$$

- H_2SO_4 2M

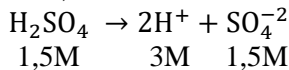


$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

$$\text{pH} = -\log[4]$$

$$\text{pH} = -0,602$$

- H_2SO_4 1,5M

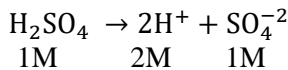


$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

$$\text{pH} = -\log[3]$$

$$\text{pH} = -0,477$$

- H_2SO_4 1M



$$\text{pH} = -\log[H^+]$$

$$\text{pH} = -\log[2]$$

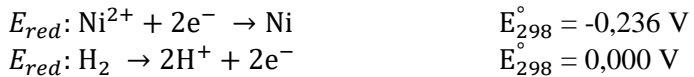
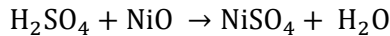
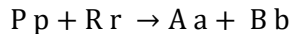
$$\text{pH} = -0,301$$

b. Perhitungan potensial reaksi

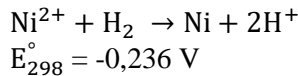
$$E_{298} = E_{298}^{\circ} + \frac{0,02568}{z} \times \ln \frac{a_a^A \cdot a_b^B}{a_p^P \cdot a_r^R}$$

Di mana: E_{298}° = potensial standar reaksi
 z = jumlah elektron
 a = aktivitas ion

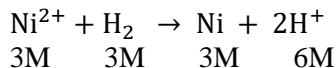
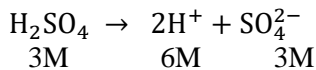
Reaksi:



+



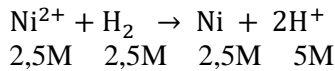
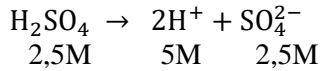
- H_2SO_4 3M



$$E_{298} = -0,236 + \frac{0,02568}{2} \times \ln \frac{[3] \cdot [6]^2}{[3] \cdot [3]}$$

$$E_{298} = -0,204 \text{ V}$$

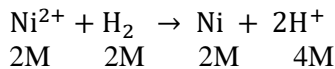
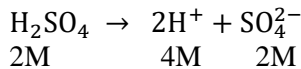
- H₂SO₄ 2,5M



$$E_{298} = -0,236 + \frac{0,02568}{2} \times \ln \frac{[2,5] \cdot [5]^2}{[2,5] \cdot [2,5]}$$

$$E_{298} = -206 \text{ V}$$

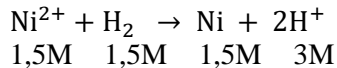
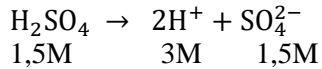
- H₂SO₄ 2M



$$E_{298} = -0,236 + \frac{0,02568}{2} \times \ln \frac{[2] \cdot [4]^2}{[2] \cdot [2]}$$

$$E_{298} = -0,209 \text{ V}$$

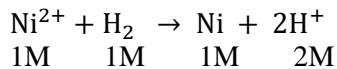
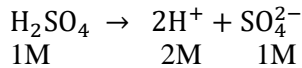
- H₂SO₄ 1,5M



$$E_{298} = -0,236 + \frac{0,02568}{2} \times \ln \frac{[1,5] \cdot [3]^2}{[1,5] \cdot [1,5]}$$

$$E_{298} = -0,213 \text{ V}$$

- H₂SO₄ 1M



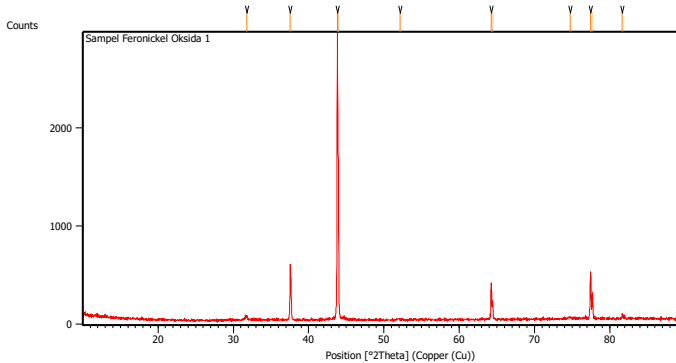
$$E_{298} = -0,236 + \frac{0,02568}{2} \times \ln \frac{[1] \cdot [2]^2}{[1] \cdot [1]}$$

$$E_{298} = -0,218 \text{ V}$$

3. Hasil Pengujian Bahan dan Produk Penelitian

a. Hasil Pengujian XRD

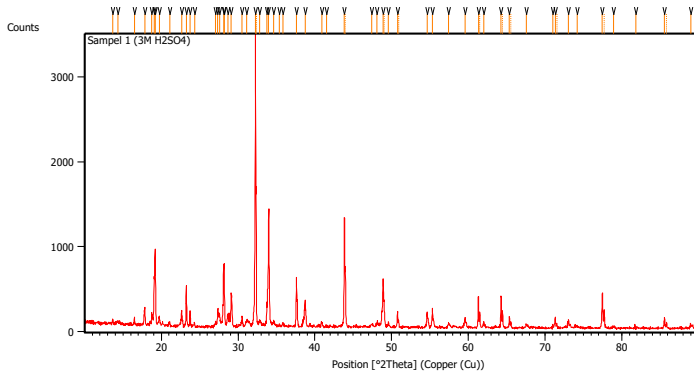
- Sampel *ferronickel*



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.8241	43.12	0.1004	2.81198	1.50
37.5636	563.60	0.1171	2.39448	19.56
43.8158	2881.58	0.1020	2.06451	100.00
43.9580	1422.91	0.0816	2.06327	49.38
52.1481	8.09	0.9792	1.75254	0.28
64.2430	335.00	0.1224	1.44870	11.63
64.4471	182.33	0.1224	1.44820	6.33
74.7119	15.93	0.6528	1.26952	0.55
77.4537	475.81	0.1224	1.23128	16.51
77.6800	265.99	0.1020	1.23131	9.23
81.6491	49.37	0.1224	1.17829	1.71

- **Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 3M**

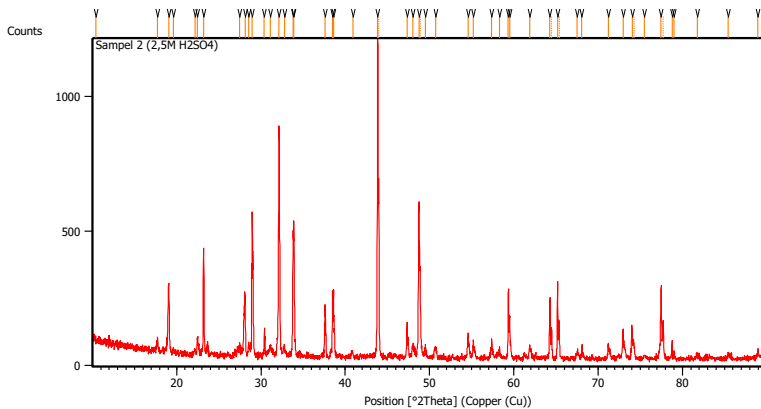


Peak List:

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
13.6719	56.63	0.0836	6.47698	1.63
14.3693	19.27	0.4015	6.16415	0.56
16.4999	98.09	0.0669	5.37270	2.83
17.8424	196.18	0.0836	4.97136	5.66
18.7451	154.52	0.0669	4.73393	4.46
19.0627	565.85	0.0502	4.65577	16.32
19.2017	904.64	0.0669	4.62238	26.09
19.7360	102.19	0.1338	4.49845	2.95
21.0808	46.22	0.2007	4.21442	1.33
22.6405	187.43	0.0669	3.92749	5.41
23.2493	476.63	0.0836	3.82600	13.75
23.7254	182.64	0.0669	3.75029	5.27
24.3236	39.76	0.1004	3.65940	1.15
27.0517	61.91	0.1004	3.29623	1.79
27.3546	209.57	0.0502	3.26042	6.04
27.5823	149.97	0.0669	3.23402	4.33
28.1135	726.16	0.0612	3.17149	20.94

28.1932	708.58	0.0669	3.16532	20.44
28.6505	125.80	0.1338	3.11583	3.63
29.1072	378.40	0.1338	3.06797	10.91
30.5206	84.21	0.1673	2.92904	2.43
31.1111	69.74	0.3346	2.87478	2.01
32.2719	3467.19	0.0612	2.77169	100.00
32.3679	1435.92	0.0408	2.77054	41.41
32.8313	82.26	0.2040	2.72573	2.37
33.7407	290.23	0.0612	2.65431	8.37
33.9888	1377.94	0.0612	2.63550	39.74

- **Produk NiSO₄·6H₂O Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 2.5M**



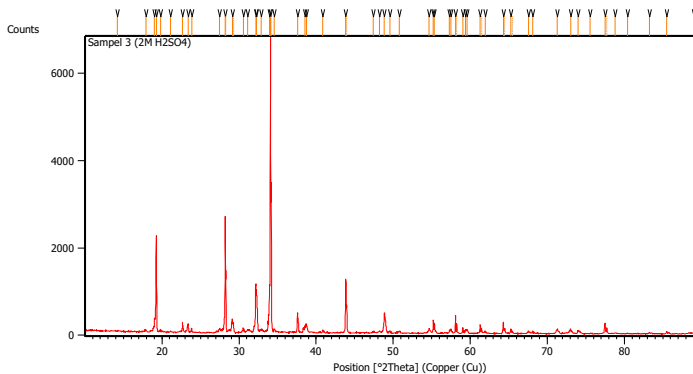
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4227	11.80	0.8029	8.48773	0.99
17.7353	45.56	0.1338	5.00113	3.84
19.0991	203.51	0.1171	4.64697	17.14
19.6300	17.64	0.2007	4.52248	1.49

22.1952	14.99	0.1338	4.00527	1.26
22.4778	61.60	0.1004	3.95554	5.19
23.1979	397.98	0.1004	3.83437	33.52
27.4634	41.65	0.1004	3.24775	3.51
28.1077	230.12	0.0836	3.17475	19.38
28.5544	40.16	0.1673	3.12610	3.38
28.9761	523.58	0.1171	3.08156	44.09
30.4043	99.12	0.0502	2.93998	8.35
31.0995	33.94	0.3346	2.87583	2.86
32.1592	856.51	0.1171	2.78344	72.13
32.7877	46.91	0.1338	2.73151	3.95
33.8051	448.48	0.0816	2.64940	37.77
33.9013	507.96	0.0502	2.64429	42.78
37.6170	194.42	0.1171	2.39120	16.37
38.4999	246.75	0.0612	2.33643	20.78
38.6055	230.98	0.0502	2.33222	19.45
40.9046	17.35	0.2676	2.20629	1.46
43.8542	1187.40	0.1020	2.06278	100.00
43.9876	601.07	0.0612	2.06195	50.62
47.3411	129.90	0.0816	1.91866	10.94
48.0181	42.13	0.1632	1.89318	3.55
48.7484	581.07	0.1428	1.86651	48.94
48.8927	324.99	0.0612	1.86597	27.37
49.4801	40.11	0.1632	1.84061	3.38
50.7071	38.37	0.2448	1.79891	3.23
54.5739	94.02	0.0612	1.68023	7.92
55.1808	48.45	0.1224	1.66318	4.08
57.3820	74.05	0.0612	1.60450	6.24
58.2963	33.26	0.1224	1.58150	2.80
59.3477	255.13	0.0816	1.55596	21.49
59.5144	157.49	0.1020	1.55200	13.26
61.8587	42.61	0.1224	1.49869	3.59
64.2865	218.56	0.1224	1.44783	18.41
64.4926	112.47	0.1020	1.44728	9.47
65.1909	287.58	0.0816	1.42991	24.22

65.3793	131.55	0.1020	1.42979	11.08
67.5337	29.22	0.2856	1.38589	2.46
68.0783	53.81	0.0816	1.37613	4.53
71.2036	53.15	0.0612	1.32320	4.48
72.9640	104.95	0.0816	1.29556	8.84
74.0340	122.78	0.1020	1.27946	10.34
74.2594	53.00	0.1224	1.27930	4.46
75.5007	15.15	0.2448	1.25820	1.28
77.4800	274.80	0.1020	1.23093	23.14
77.7137	142.00	0.1020	1.23086	11.96
78.7851	61.26	0.0612	1.21378	5.16

- **Produk NiSO₄·6H₂O Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 2M**



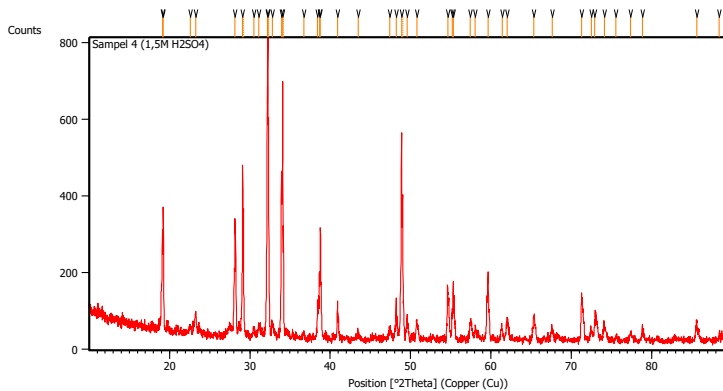
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.2003	10.13	0.8029	6.23715	0.15
17.8992	45.73	0.1338	4.95569	0.68
19.0406	313.84	0.0502	4.66113	4.65
19.2590	2219.63	0.0836	4.60875	32.86
19.7875	44.87	0.2676	4.48685	0.66

21.0845	21.36	0.2007	4.21367	0.32
22.6921	179.64	0.0669	3.91867	2.66
23.3750	205.76	0.1338	3.80571	3.05
23.8437	102.93	0.0669	3.73195	1.52
27.4751	91.47	0.1673	3.24639	1.35
28.2095	2606.76	0.0612	3.16091	38.59
28.2975	1197.59	0.0408	3.15911	17.73
29.1316	311.70	0.1632	3.06292	4.61
29.2775	182.16	0.1224	3.05556	2.70
30.5738	66.22	0.1632	2.92164	0.98
31.1263	61.76	0.3264	2.87103	0.91
32.1662	1089.36	0.0612	2.78055	16.13
32.2697	933.96	0.1020	2.77186	13.83
32.8740	70.61	0.3264	2.72228	1.05
33.9470	1058.37	0.0408	2.63865	15.67
34.0781	6755.56	0.0612	2.62880	100.00
34.1818	3069.05	0.0408	2.62757	45.43
34.5599	70.68	0.1632	2.59324	1.05
37.5905	470.30	0.1020	2.39084	6.96
38.5774	163.29	0.1224	2.33192	2.42
38.7738	167.55	0.1632	2.32056	2.48
40.8352	52.81	0.1632	2.20805	0.78
43.8532	1223.47	0.0816	2.06283	18.11
43.9866	594.44	0.0612	2.06199	8.80
47.4383	28.82	0.3264	1.91496	0.43
48.2188	44.92	0.2448	1.88577	0.66
48.8693	466.30	0.1020	1.86218	6.90
49.6103	39.19	0.2448	1.83608	0.58
50.8070	34.35	0.3264	1.79561	0.51
54.6818	106.66	0.1632	1.67717	1.58
55.2044	314.36	0.0612	1.66253	4.65
55.3599	211.61	0.0816	1.65823	3.13
57.3191	79.24	0.0612	1.60612	1.17
57.5069	90.86	0.1020	1.60131	1.34
58.1015	411.01	0.0816	1.58634	6.08

58.2584	197.46	0.0612	1.58637	2.92
59.0340	128.23	0.0612	1.56348	1.90
59.4117	96.57	0.1020	1.55444	1.43
59.5963	99.71	0.1020	1.55006	1.48
61.3081	194.45	0.1020	1.51083	2.88
61.4795	90.93	0.0816	1.51077	1.35
61.9248	56.32	0.1020	1.49725	0.83
64.2954	249.78	0.1224	1.44765	3.70
64.4799	134.99	0.0612	1.44754	2.00
65.2703	112.89	0.1224	1.42836	1.67

- **Produk NiSO₄·6H₂O Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 1,5M**



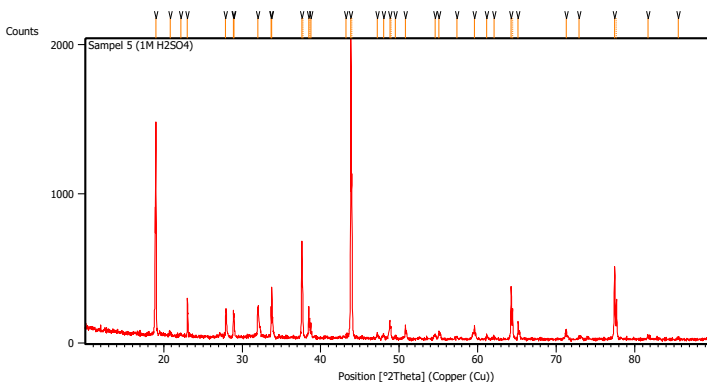
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.1152	258.39	0.0502	4.64310	32.47
19.2400	310.47	0.0669	4.61327	39.01
22.6128	17.94	0.2007	3.93224	2.25
23.2683	53.28	0.1673	3.82293	6.70
28.1625	305.30	0.0669	3.16870	38.36

29.1148	442.90	0.0408	3.06465	55.65
29.2061	322.49	0.0408	3.06287	40.52
30.4853	21.20	0.2448	2.92992	2.66
31.1206	30.33	0.2448	2.87154	3.81
32.1733	626.85	0.0612	2.77995	78.77
32.2531	795.85	0.0612	2.77326	100.00
32.3346	535.90	0.0612	2.77333	67.34
32.8229	34.38	0.2448	2.72640	4.32
33.9281	430.81	0.0612	2.64008	54.13
34.0908	679.43	0.0612	2.62785	85.37
34.1850	283.10	0.0408	2.62733	35.57
36.7049	13.17	0.2448	2.44647	1.65
38.4214	91.77	0.0612	2.34103	11.53
38.6633	178.30	0.0612	2.32694	22.40
38.7883	290.42	0.0408	2.31972	36.49
40.9136	101.15	0.1224	2.20400	12.71
43.4957	14.70	0.6528	2.07895	1.85
47.4359	24.82	0.3264	1.91505	3.12
48.2188	110.96	0.0612	1.88577	13.94
48.8807	537.32	0.0612	1.86177	67.52
49.0071	376.06	0.0612	1.86188	47.25
49.5688	64.39	0.0816	1.83752	8.09
50.7655	48.87	0.1632	1.79698	6.14
54.6301	137.12	0.1020	1.67864	17.23
55.1609	61.72	0.0816	1.66374	7.76
55.3075	152.50	0.0816	1.65967	19.16
57.4391	42.96	0.2040	1.60304	5.40
58.0664	32.97	0.2040	1.58721	4.14
59.6594	165.38	0.1224	1.54858	20.78
61.3856	34.49	0.2448	1.50910	4.33
62.0403	48.07	0.4080	1.49474	6.04
65.3550	64.54	0.2448	1.42672	8.11
67.6240	28.91	0.2856	1.38426	3.63
71.2955	115.17	0.1632	1.32172	14.47
72.4896	24.72	0.2448	1.30286	3.11

72.9449	49.23	0.2856	1.29585	6.19
74.1024	39.96	0.4080	1.27844	5.02
75.5716	9.40	0.2448	1.25720	1.18
77.3823	18.88	0.3264	1.23224	2.37
78.8850	22.29	0.4080	1.21249	2.80
85.6028	49.95	0.1224	1.13369	6.28
88.4373	23.45	0.1632	1.10453	2.95

- **Produk NiSO₄.6H₂O Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 1M**



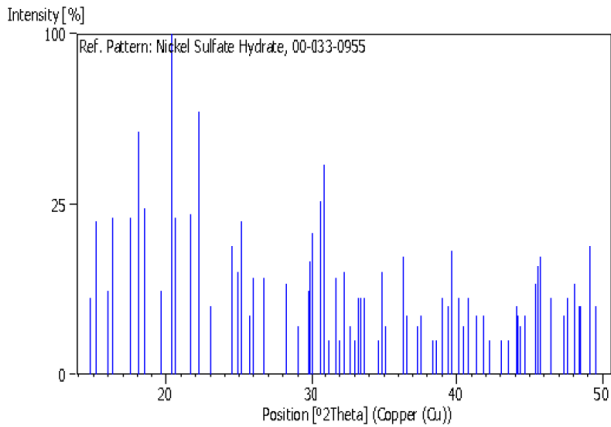
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.0086	1388.10	0.0669	4.66890	69.31
20.8436	12.88	0.4015	4.26183	0.64
22.1727	15.07	0.4015	4.00928	0.75
23.0316	257.05	0.1171	3.86167	12.83
27.9005	153.96	0.1338	3.19786	7.69
28.8837	173.34	0.0612	3.08864	8.65
28.9734	158.17	0.0502	3.08183	7.90
31.9821	190.96	0.0502	2.79845	9.54

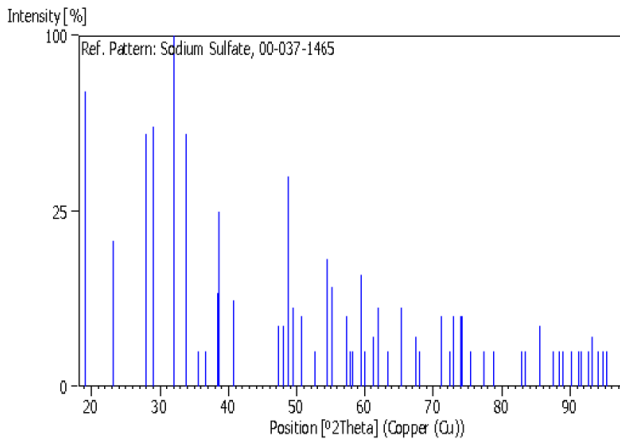
33.6785	213.82	0.0408	2.65907	10.68
33.7771	329.36	0.0408	2.65153	16.45
37.6024	650.47	0.0816	2.39012	32.48
37.7203	283.02	0.0612	2.38883	14.13
38.4886	200.56	0.0612	2.33710	10.01
38.6014	131.97	0.0408	2.33631	6.59
38.7555	98.66	0.0408	2.32161	4.93
43.2444	28.36	0.0612	2.09045	1.42
43.8473	2002.77	0.0816	2.06309	100.00
43.9797	1006.86	0.0612	2.06230	50.27
47.2224	24.87	0.4080	1.92321	1.24
48.0130	31.78	0.1632	1.89337	1.59
48.8047	123.08	0.0816	1.86449	6.15
48.9452	76.11	0.0612	1.86409	3.80
49.5280	16.17	0.2448	1.83894	0.81
50.8002	97.04	0.0816	1.79583	4.85
54.5540	25.75	0.3264	1.68080	1.29
55.0856	49.62	0.1224	1.66583	2.48
57.3714	15.47	0.3264	1.60477	0.77
59.5984	92.20	0.0816	1.55002	4.60
61.1531	25.23	0.1224	1.51428	1.26
62.1062	10.03	0.4080	1.49331	0.50
64.2788	350.91	0.1020	1.44798	17.52
64.4601	203.64	0.0816	1.44794	10.17
65.1503	120.40	0.0816	1.43070	6.01
71.2979	61.75	0.1020	1.32168	3.08
72.9274	16.35	0.4080	1.29612	0.82
77.4574	491.94	0.1020	1.23123	24.56
77.6831	267.31	0.1020	1.23127	13.35
81.6858	30.60	0.1632	1.17785	1.53
85.5803	9.27	0.4896	1.13393	0.46

b. ICDD

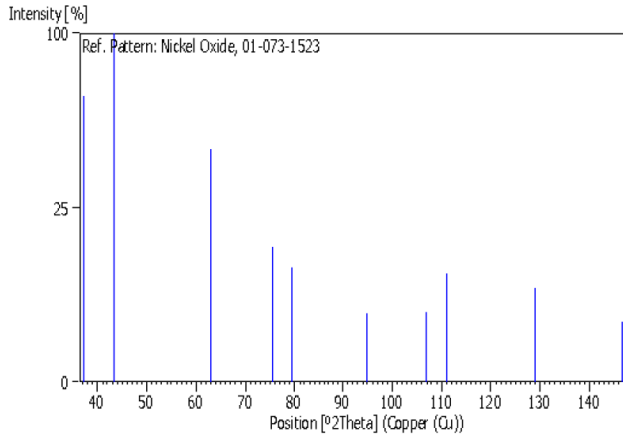
- $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



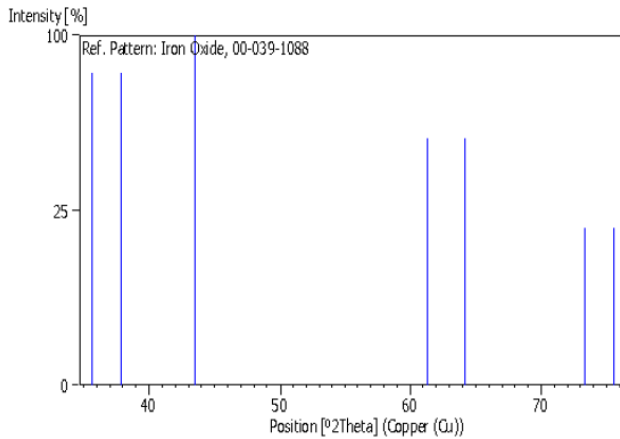
- Na_2SO_4



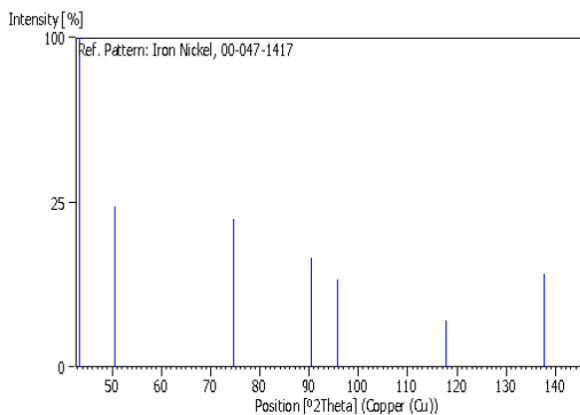
- NiO



- FeO

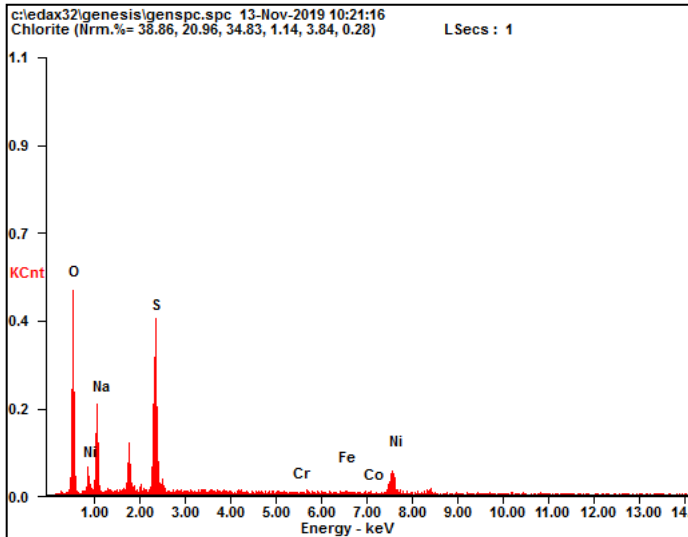


- FeNi



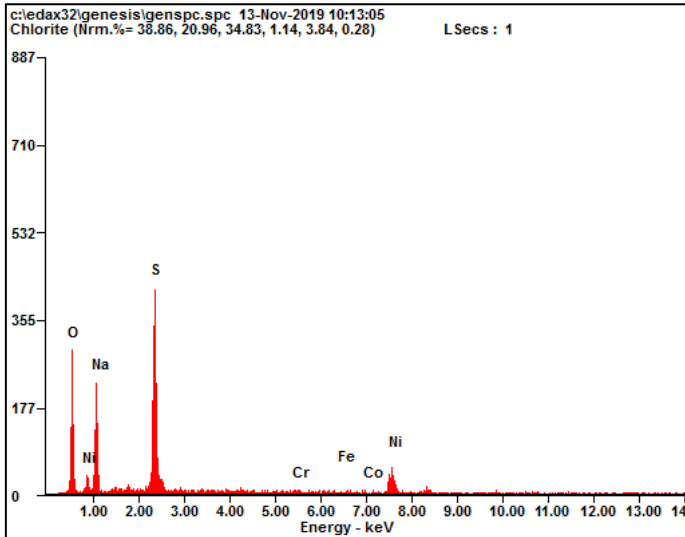
c. Hasil Pengujian EDX

- Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 3M



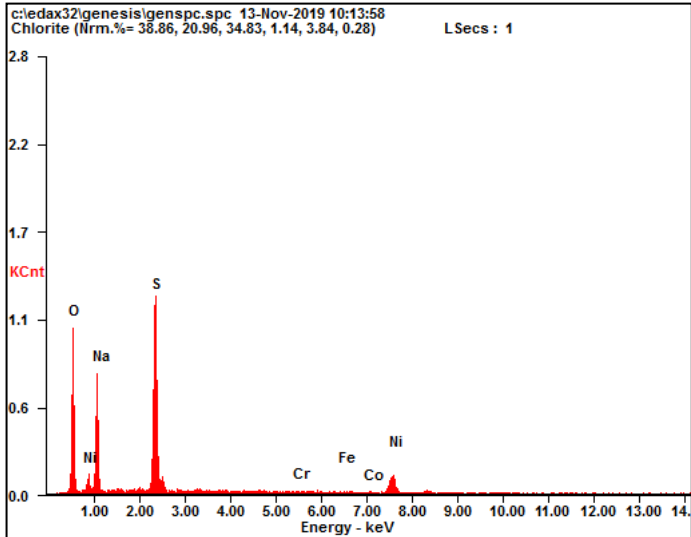
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	38.52	56.55
<i>NaK</i>	19.08	19.49
<i>SK</i>	20.90	15.31
<i>CrK</i>	00.38	00.17
<i>FeK</i>	00.84	00.35
<i>CoK</i>	00.96	00.38
<i>NiK</i>	19.32	07.73

- **Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 2,5M**



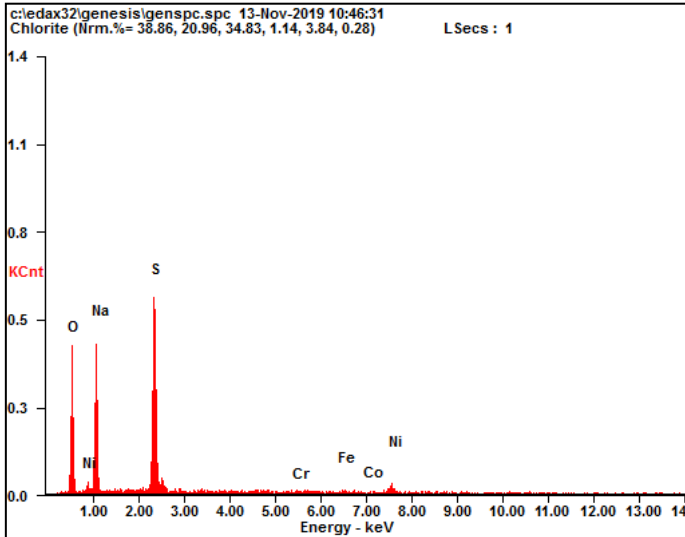
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	28.26	45.82
<i>NaK</i>	18.03	20.34
<i>SK</i>	26.78	21.66
<i>CrK</i>	01.22	00.61
<i>FeK</i>	00.87	00.40
<i>CoK</i>	01.03	00.45
<i>NiK</i>	23.81	10.34

- **Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 2M**



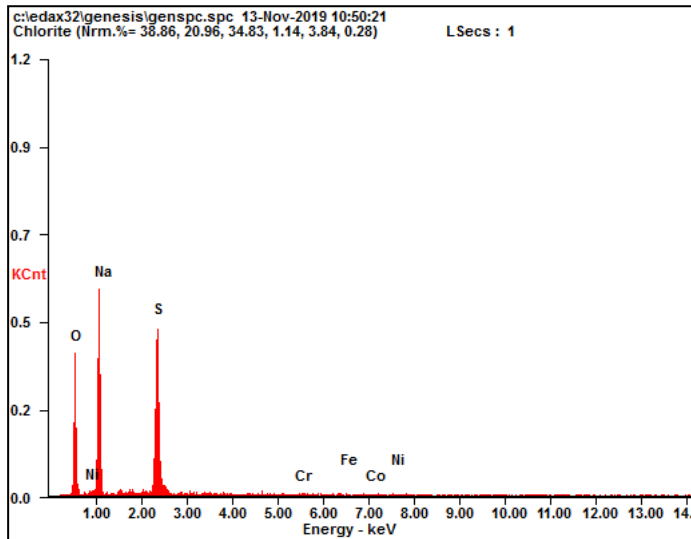
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	36.71	53.10
<i>NaK</i>	22.29	22.44
<i>SK</i>	25.21	18.20
<i>CrK</i>	00.56	00.25
<i>FeK</i>	00.59	00.25
<i>CoK</i>	00.62	00.24
<i>NiK</i>	14.02	05.53

- **Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 1,5M**



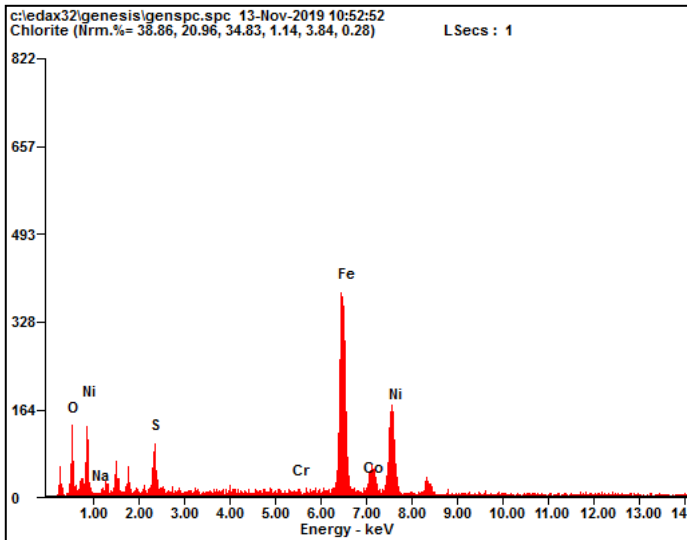
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	36.57	51.25
<i>NaK</i>	26.40	25.74
<i>SK</i>	27.75	19.41
<i>CrK</i>	00.70	00.30
<i>FeK</i>	01.08	00.43
<i>CoK</i>	00.63	00.24
<i>NiK</i>	06.86	02.62

- **Produk $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Variasi Konsentrasi Asam Sulfat 1M**



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	36.22	48.81
<i>NaK</i>	34.50	32.36
<i>SK</i>	26.30	17.69
<i>CrK</i>	00.77	00.32
<i>FeK</i>	00.66	00.25
<i>CoK</i>	00.48	00.18
<i>NiK</i>	01.07	00.39

- **Bahan baku sampel ferronickel**



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	06.25	18.66
<i>NaK</i>	00.37	00.76
<i>SK</i>	03.71	05.52
<i>CrK</i>	00.43	00.39
<i>FeK</i>	50.71	43.34
<i>CoK</i>	02.27	01.84
<i>NiK</i>	36.25	29.48

d. Hasil Pengujian AAS

Kode Contoh	Hasil analisa Fe (mg/L)	Hasil analisa Ni (mg/L)	Hasil analisa Fe (mg/L)
3M sebelum netral	107,86	983,62	114,00
3M sesudah netral	27,86	434,70	95,00
1,5M sebelum netral	210,00	771,69	91,25
1,5M sesudah netral	117,14	586,21	93,00
2M sebelum netral	212,86	800,43	93,00
2M sesudah netral	143,57	597,20	141,00
1M sebelum netral	313,57	468,10	90,00
1M sesudah netral	80,00	292,46	88,00

2,5M sebelum netral	214,29	827,80	88,00
2,5M sesudah netral	80,71	597,20	127,00
Metode analisa	AAS	AAS	AAS

4. Perhitungan *yield*. Nikel Dalam Produk

Rumus *yield*:

$$yield = \frac{kadar\ nikel\ dalam\ produk \times volume\ larutan}{kadar\ nikel\ dalam\ bahan\ baku \times massa\ bahan\ baku} \times 100\%$$

- Sebelum proses netralisasi
 - a. Variasi konsentrasi asam sulfat 3M

$$yield = \frac{0,98362 \frac{mg}{L} \times 0,375 L}{0,3625 \times 5\ gram} \times 100\% = 20,35\%$$

- b. Variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M

$$yield = \frac{0,82780 \frac{mg}{L} \times 0,375 L}{0,3625 \times 5\ gram} \times 100\% = 17,13\%$$

- c. Variasi konsentrasi asam sulfat 2M

$$yield = \frac{0,80043 \frac{mg}{L} \times 0,375 L}{0,3625 \times 5\ gram} \times 100\% = 16,56\%$$

- d. Variasi konsentrasi asam sulfat 1,5M

$$yield = \frac{0,77169 \frac{mg}{L} \times 0,375 L}{0,3625 \times 5\ gram} \times 100\% = 15,97\%$$

e. Variasi konsentrasi asam sulfat 1M

$$yield = \frac{0,46810 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 9,68\%$$

- Sesudah proses netralisasi

a. Variasi konsentrasi asam sulfat 3M

$$yield = \frac{0,43470 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 8,99\%$$

b. Variasi konsentrasi asam sulfat 2,5M

$$yield = \frac{0,59720 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 12,36\%$$

c. Variasi konsentrasi asam sulfat 2M

$$yield = \frac{0,59720 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 12,36\%$$

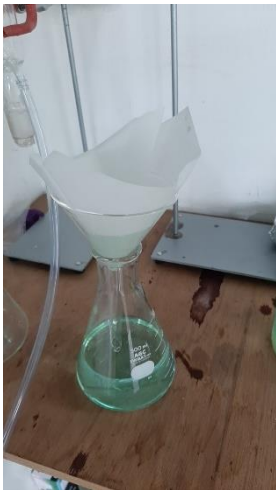
d. Variasi konsentrasi asam sulfat 1,5M

$$yield = \frac{0,58621 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 12,13\%$$

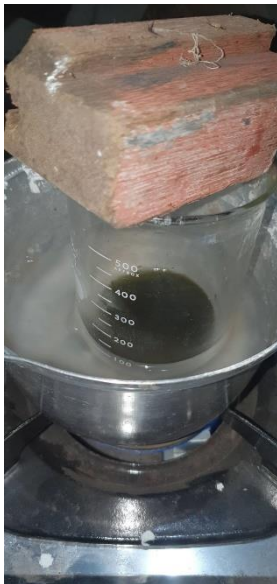
e. Variasi konsentrasi asam sulfat 1M

$$yield = \frac{0,29246 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,375 \text{ L}}{0,3625 \times 5 \text{ gram}} \times 100\% = 6,05\%$$

5. Dokumentasi Penelitian









(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih tak lupa penulis sampaikan kepada pihak – pihak yang telah membantu penciptaan Tugas Akhir “Studi Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Sulfat pada Proses *Leaching Ferronickel Mini Blast Furnace* Terhadap Komposisi Kimia, *Yield*, dan Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ” ini:

1. Para anggota Laboratorium Teknologi Pengolahan Mineral dan Material Satrio, Vito, Tetty, Kevin, Safira, Afni, Iqbal, Naufal Firdaus, Najib, Mahanaim, Mas Beryl, Nanta, dan Rizki yang telah membantu dan menemani saya siang hingga malam dalam segala proses pengerjaan dan pembuatan laporan tugas akhir ini.
2. Para sahabat saya di pembinaan PKMBK Bang Ronald, Mbak Irene, Dantob, Verlin, Vayo, Mayshel, Gary, Titius, Magdalena, dan Kezia yang sudah menyemangati dan mendoakan selalu dalam proses pengerjaan tugas akhir ini.
3. Para kakak dan adik saya di pemuridan PMK ITS Kak Steafen, Kak Siska, Kak Alfius, Jessica, Fafang, Depe, Kristin, Vidya, Steven, Yosua, Mery, Felix, Devon, Phine, Billy, Niko, Adriel, dan Vijay yang sudah menjadi semangat saya dan sudah mendoakan saya dalam segala proses pengerjaan tugas akhir ini.
4. Para sahabat SMA saya yang selalu menghibur saya.
5. Keluarga saya MT18 yang luar biasa.

Penulis menyadari ada pihak-pihak yang belum dapat dituliskan dalam halaman terima kasih ini dan memohon maaf yang sebesar-besarnya untuk itu. Semoga selalu diberkati oleh Tuhan YME dengan rahmat-Nya yang tidak pernah habis-habisnya.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya pada tanggal 24 September 1998, merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal dasar di SDK Santa Theresia 2 Surabaya. Lalu melanjutkan pendidikan menengah pertama di SMP Negeri 3 Surabaya, dan pendidikan menengah akhir di SMA Negeri 1 Surabaya. Penulis melanjutkan pendidikan Strata 1 di Teknik Material dan Metalurgi FTIRS ITS pada tahun 2016-2020. Saat menempuh pendidikan Strata 1, penulis aktif di berbagai kegiatan baik akademik maupun non-akademik. Penulis tercatat pernah menjadi Asisten Laboratorium Fisika Material pada tahun 2017, Grader Laboratorium Metalurgi selama 2 tahun yaitu pada tahun 2018-2020, dan Grader Laboratorium Teknologi Pengolahan Mineral dan Material pada tahun 2019. Penulis juga aktif dalam Program Kreativitas Mahasiswa dengan menjadi juara 1 pada PIC ITS dan PKM terdani untuk penelitian berjudul “*Injectable* komposit PVA/Alginate/Chitosan sebagai Material Perancah untuk Pengganti *Nucleus Pulposus*”. Penulis juga mengemban tanggung jawab pada beberapa organisasi ITS, antara lain: Staff Departemen Riset dan Teknologi HMMT FTI ITS, Staff Divisi *Public Relation* ITS *Material Advantage Chapter*, Staff Divisi Pembinaan PKMBK PMK ITS, dan Koordinator Divisi Pemuridan PMK ITS. Penulis juga aktif dalam beberapa pelatihan di ITS, antara lain: LKMM Pra-TD, LKMM TD, LKMW TD, BMS, dan PKTI-TD. Penulis juga memiliki pengalaman kerja praktik di PT Vale Indonesia Tbk di Sorowako, Luwu Timur, Sulawesi Selatan pada Juli-Agustus 2019 dengan mengambil judul penelitian “Analisis Kebocoran pada Tangki ASTM A36 Berisi Bahan Bakar Solar di Pelabuhan Balantang Milik PT Vale Indonesia Tbk”. Tugas akhir yang diambil penulis yaitu pada bidang Metalurgi Ekstraksi dengan

judul “Studi Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Sulfat pada Proses *Leaching Ferronickel Mini Blast Furnace* Terhadap Komposisi Kimia, *Yield*, dan Senyawa $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ”. Penulis dapat dihubungi melalui nomor 085645935228 atau melalui email henokhvidhis@gmail.com.