



TESIS - TL185413

**REDUKSI SELEKTIF BIJIH NIKEL LATERIT LIMONITIK
DENGAN VARIASI ADITIF NATRIUM TIOSULFAT DAN
SULFUR ALAM KAWAH IJEN MENGGUNAKAN
REAKTOR *BED* BATUBARA-LIMESTONE**

**AKHMAD BERRYL WIDYARTHA
NRP. 02511750012002**

**Dosen Pembimbing
Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T.
Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D.**

**Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
2020**



TESIS - TL185413

SELECTIVE REDUCTION OF LIMONITIC LATERITES ORE USING SODIUM THIOSULPHATE AND NATURAL SULPHUR 'KAWAH IJEN' ADDITIVES EMPLOYING COAL-LIMESTONE BED REACTOR

**AKHMAD BERRYL WIDYARTHA
NRP. 02511750012002**

**DOSEN PEMBIMBING
Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T.
Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D.**

**Department of Materials Engineering
Faculty of Industrial Technology and System Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
2020**

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

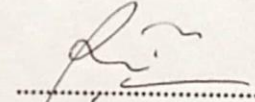
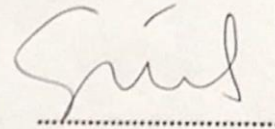
Oleh:

AKHMAD BERRYL WIDYARTHA
NRP: 02511750012002

Tanggal Ujian: 13 Januari 2020
Periode Wisuda: Maret 2020

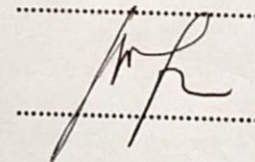
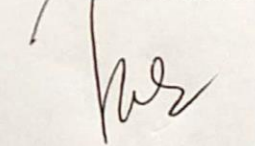
Disetujui oleh:
Pembimbing

1. Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T.
NIP: 196809302000031001
2. Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D.
NIP: 197907242005012003




Penguji

1. Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
NIP: 196203261987011001
2. Mas Irfan P. Hidayat, S.T., M.Sc., Ph.D.
NIP: 197610272003121001



Kepada Departemen Teknik Material,
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem




Sigit Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP: 197801132002121003

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**REDUKSI SELEKTIF LATERIT NIKEL LIMONITIK DENGAN VARIASI
ADITIF NATRIUM TIOSULFAT DAN SULFUR ALAM KAWAH IJEN
MENGUNAKAN REAKTOR *BED* BATUBARA-LIMESTONE**

Nama : Akhmad Berryl Widyartha
NRP : 02511750012002
Pembimbing I : Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T.
Pembimbing II : Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D.

ABSTRAK

Permintaan nikel yang tinggi akibat pesatnya perkembangan industri manufaktur dan pembangunan infrastruktur berujung pada eksploitasi massif bijih nikel sulfida sebagai sumber utama dalam ekstraksi nikel. Laterit sebagai bijih nikel berkadar rendah dapat menjadi sumber alternatif, tetapi proses ekstraksi konvensionalnya seperti *High Pressure Acid Leaching* (HPAL), *smelting* langsung dan *The Caron Process* cenderung tidak ekonomis dan tidak ramah lingkungan. Strategi alternatif untuk meminimalisir kelemahan-kelemahan tersebut adalah dengan reduksi langsung bijih yang menjanjikan proses yang mudah dan memungkinkan adanya ekstraksi selektif nikel. Penelitian ini bertujuan untuk memproduksi feronikel dengan kadar dan *recovery* nikel tinggi dengan menggunakan natrium tiosulfat dan sulfur alam 'Kawah Ijen' sebagai aditif baru. Kedua aditif tersebut masing-masing terasosiasi dengan fluks *limestone* dan bijih laterit limonitik dalam bentuk briket dengan variasi massa 2%, 4%, 6%, 8% dan 10% wt. Proses reduksi berlangsung pada temperatur 1400°C selama 6 jam menggunakan reaktor *bed* batubara-*limestone*. Bijih dan produk hasil reduksi dikarakterisasi, *Emission Dispersive X-Ray* (EDX) dan *X Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui komposisi dan kadar logam dalam produk dan fasa dari produk reduksi. Hasil menunjukkan bahwa penggunaan 10% wt aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ menghasilkan produk dengan kadar dan *recovery* Ni masing-masing sebesar 14,31% dan 93,22%, sedangkan 10% sulfur Ijen menunjukkan 13,62% kadar Ni dengan *recovery* mencapai 97,91%. Tren menunjukkan semakin banyaknya aditif yang digunakan, maka kadar dan *recovery* Ni meningkat, hal sebaliknya terjadi pada Fe. Identifikasi fasa menggunakan XRD pada produk non-magnetik menunjukkan bahwa terak non-magnetik dengan menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ maupun sulfur Ijen masing-masing memiliki fasa *quartz*, *fayalite*, *troilite*, *olivine*, *gehlenite*. Hal yang membedakan keduanya tidak lain adalah adanya fasa *sodium magnesium iron sulphate* dengan penggunaan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan *iron silicon sulfide* dengan penggunaan S-Ijen. Selanjutnya, fasa-fasa yang terdeteksi pada produk logam hasil reduksi menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen masing-masing adalah *wustite*, *kamacite*, *troilite* dan *taenite* dengan tambahan fase *forsterite* pada sulfur Ijen.

Kata kunci: reduksi selektif, laterit limonitik, aditif, natrium tiosulfat, sulfur alam 'Kawah Ijen'

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

SELECTIVE REDUCTION OF LIMONITIC LATERITES ORE USING SODIUM THIOSULFATE AND NATURAL SULPHUR 'KAWAH IJEN' ADDITIVES EMPLOYING COAL-LIMESTONE BED REACTOR

Name : Akhmad Berryl Widyartha
NRP : 02511750012002
Supervisor I : Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T.
Supervisor II : Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D.

ABSTRACT

The high demand of nickel due to the robust need in manufacturing industry and infrastructure development affects on massive exploitation of sulphide ores as the major source in nickel extraction. Laterites, a type of low nickel content ore, appears as an alternative source, however the efforts in its conventional extraction processes such as high pressure acid leaching (HPAL), direct smelting and The Caron Process seem to be uneconomic and ungreen. Alternative strategy to minimize these disadvantages is selective reduction technique which promises easy process and exhibits selective extraction of nickel. Aiming to produce ferronickel with high nickel content and recovery, the study uses sodium thiosulfate and natural sulphur 'Kawah Ijen' as novel additive. Both additives is associated in briquette containing limonitic ores and limestone flux mixtures. The reduction process conducts at 1400°C for 6 hours in a coal-limestone bed. Ores and as-reduced products is characterized by Emission Dispersive X-Ray (EDX) and X Ray Diffraction (XRD) to determine the composition and metal content in the product and examine phase transformation of ores. Result showed that utilization of 10% wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ resulted a product with 14,31% Ni content and 93,22% recovery, while the employment of 10% wt Ijen sulphur yielded a product with 13,62% Ni content and its recovery reaching 97,91%. The trend indicated that the more the additive used, the more the Ni content and *recovery* increase. Otherwise, the Fe content and recovery were decrease. Phase identification of slag product using XRD pointed out that both $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and Ijen sulphur additives assisted transformation of ore minerals to quartz, fayalite, troilite, olivine, gehlenite. What distinguishes the two was only the presence of sodium magnesium iron sulphate phase with the use of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and iron silicon sulfide phase with the use of S-Ijen. Furthermore, the phases detected in the reduced metal product using $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ addtives and sulfur Ijen are wustite, kamacite, troilite and taenite, while the use of sulfur Ijen produces the other phase called forsterite.

Keywords : selective reduction, limonitic laterites, additives, sodium thiosulfate, natural sulphur 'Kawah Ijen'

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah Azza Wa Jalla, Illahi Robbi yang telah melimpahkan rahmat, hidayah serta inayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal tesis yang berjudul **“Reduksi Selektif Bijih Nikel Laterit Limonitik Dengan Variasi Aditif Natrium Tiosulfat Dan Sulfur Alam Kawah Ijen Menggunakan Reaktor *Bed Batubara-Limestone*”** Tidak lupa pula untaian sholawat dan salam kepada Nabiullah Muhammad ﷺ, Sang Inisiator peradaban menawan yang berujung pada berkembang pesatnya ilmu pengetahuan.

Melalui kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang tak terhingga kepada ayahanda La Lombo (Alm) dan ibunda Samsiah yang telah membesarkan, menyayangi dan senantiasa berdoa untuk keselamatan dan kebahagiaan penulis, serta kepada saudara-saudari tercinta: El Hajjah Samsiati, S.Pd., M.Sc., Akhmad Kautsar Demokrasi, S.H., Muhammad Ilham Mahdi dan Muhammad Erlangga Wisnu yang dengan tulus telah mendoakan dan menjadi inspirasi bagi penulis.

Penulis menyadari bahwa penulis proposal tesis ini tidak lepas dari bantuan dari berbagai pihak, terutama Lembaga Pengelola Dana Pendidikan (LPDP) yang telah menyediakan dana pendidikan penuh hingga penulis menyelesaikan studi. Pada kesempatan ini pula, penulis juga menyampaikan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T selaku dosen pembimbing pertama yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan masukan dan bimbingannya hingga tesis ini terselesaikan.
2. Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D. selaku dosen pembimbing kedua yang memberikan banyak kesabaran, waktu dan ilmu dalam membimbing penelitian dan penulis agar tesis ini tersusun dengan baik dan benar.

3. Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA dan Mas Irfan P. Hidayat, S.T., M.Sc., Ph.D selaku dewan penguji yang telah memberikan ide dan saran bagi penulis dalam penyelesaian tesis.
4. Fakreza Abdul., S.T., M.T, yang telah memberikan banyak masukan dan pengetahuan serta support selama penyusunan tesis.
5. Segenap dosen, laboran, tenaga pendidik dan staf jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya yang senantiasa membantu dan dan memberikan pelayanan yang memperlancar penelitian.
6. *My Charging System*, Andi Tenri Nurwahidah, S.Si., M.Pharm.Sci., yang seperti tidak kehabisan ide untuk memberikan dukungan dan tidak pernah lelah dalam memanjatkan doa demi kelancaran segala urusan.
7. Teman-teman pascasarjana Teknik Material Dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, terkhusus Valo, Ilham dan Eli, yang selalu memberikan support support dan berbagi kebahagiaan selama penulisan proposal.
8. Member ‘Ekstrak Manggis’, Satrio, Vito, Iqbal, Henokh, Riski, Erick, Aim, Fira, Teti, Kevin, Afni, dan Naufal yang telah banyak membantu penulis dalam pelaksanaan penelitian serta selalu berbagi canda, tawa dan promo.
9. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan dukungan dalam penulisan proposal tesis ini.

Penyusun menyadari bahwa hasil penelitian ini masih jauh dari kesempurnaan sebagaimana pepatah klasik “Tak Ada Gading yang Tak Retak”, sehingga kritik dan saran yang konstruktif sangat diharapkan adanya. Akhirnya, hanya kepada Allah Subhanahu Wa Ta’ala kita kembalikan segala urusan dan semoga hasil penelitian ini bermanfaat bagi semua pihak terkhusus bagi pribadi penulis.

Surabaya, Januari 2020

“ABW”

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xvii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	7
2.1 Nikel, Mineral dan Proses Ekstraksin	7
2.2 Nikel Laterit Limonitik dan Teknologi Pengolahannya	8
2.3 Reduksi Selektif Laterit Limonitik dengan Aditif	10
2.4 Batu Bara dan <i>Limestone</i>	11
2.5 Termodinamika Reduksi Nikel Laterit	14
2.6 Briket Laterit Nikel Limonitik	18
2.7 Natrium Tiosulfat	19
2.8 Sulfur Kawah Ijen	21
2.9 Sistem Pembakaran <i>Bed</i> Terfluidisasi	22
2.10 Teknologi dan Penelitian Sebelumnya	23

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Diagram Alir Penelitian	27
3.2 Bahan Penelitian	30
3.2.1 Bijih Nikel Limonitik	30
3.2.2 Batu Bara	30
3.2.3 <i>Limestone</i>	31
3.2.4 Natrium Tiosulfat	31
3.2.5 Sulfur Alam Kawah Ijen	32
3.2.6 Tepung Tapioka	32
3.2.7 Akuades	32
3.2.8 LPG	33
3.3 Peralatan Penelitian	33
3.3.1 Timbangan Digital	33
3.3.2 Ayakan	34
3.3.3 <i>Thermocouple</i> dan <i>Thermometer Infrared</i>	34
3.3.4 <i>Blower</i>	35
3.3.5 Alat Kompaksi	35
3.3.6 <i>Crucible</i>	36
3.2.7 Oven	36
3.2.8 <i>Muffle Furnace</i>	37
3.4 Pelaksanaan Penelitian	37
3.4.1 Preparasi Material	37
3.4.2 Pembuatan Briket	38
3.4.2.1 Pembuatan Briket dengan Aditif Natrium Tiosulfa	38
3.4.2.2 Pembuatan Briket dengan Aditif Sulfur Alam ‘Kawah Ijen’	38
3.4.3 Pembuatan Campuran <i>Bed</i> Batubara	38
3.4.4 Reduksi Selektif Nikel Laterit Limonitik	38

3.4.5 Penentuan Persentase <i>Recovery</i> dan Selektifitas Aditif	39
3.5 Pengujian Sampel	39
3.5.1 XRD	39
3.5.2 EDX	40
3.5.3 Analisis Proksimat	41
3.6 Neraca Massa Briket Nikel Laterit Limonitik	43
3.7 Rancangan Penelitian	46
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	49
4.1. Karakterisasi Bahan Baku	49
4.1.1 Bijih nikel laterit limonitik	49
4.1.2 Batu bara	50
4.1.3 <i>Limestone</i>	51
4.1.4 Aditif	52
4.2. Efek variasi aditif terhadap kadar Ni dan Fe produk reduksi	53
4.2.1 Aditif natrium tiosulfat	53
4.2.2 Aditif kulfur Kawah Ijen	56
4.3. Pengaruh jenis aditif terhadap <i>recovery</i> Ni dan Fe produk reduksi	58
4.3.1 Aditif natrium tiosulfat	58
4.3.2 Aditif kulfur Kawah Ijen	61
4.4. Pengaruh jenis aditif terhadap transformasi fasa setelah reduksi	63
4.4.1 Aditif natrium tiosulfat	63
4.4.1.1 Produk Non-Logam (Terak)	63
4.4.1.2 Produk Logam	66
4.4.2 Aditif sulfur Kawah Ijen	68
4.4.2.1 Produk Non-Logam (Terak)	68
4.4.2.2 Produk Logam	70

4.5 Perbandingan performa aditif natrium tiosulfat dan sulfur Ijen serta potensi aplikasinya dalam skala industri	72
4.6 Nilai Faktor Selektifitas	75
4.7 Kontribusi fluks <i>limestone</i> dalam proses reduksi langsung	77
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	79
5.1 Kesimpulan	79
5.2 Saran	80
DAFTAR PUSTAKA	81
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Profil pelapukan dan letak bijih nikel laterit (Mudd, 2010)	8
Gambar 2.2 Diagram Ellingham (Gaskell, 1981)	15
Gambar 2.3 Pembakaran briket batubara (Zhang <i>et al.</i> , 2018)	18
Gambar 2.4 Penampakan (a) dan rumus struktur $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Wikipedia, 2019)	20
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian	29
Gambar 3.2 Bijih nikel laterit (Dokumentasi pribadi)	30
Gambar 3.3 Batu bara <i>sub-bituminous</i> (Dokumentasi pribadi)	30
Gambar 3.4 <i>Limestone</i> (Dokumentasi pribadi)	31
Gambar 3.5 Natrium Tiosulfat Pentahidrat (Dokumentasi pribadi)	31
Gambar 3.6 Sulfur alam Kawah Ijen	32
Gambar 3.7 Tepung Tapioka (Dokumentasi pribadi)	32
Gambar 3.8 LPG (Dokumentasi pribadi)	33
Gambar 3.9 Timbangan digital (Dokumentasi pribadi)	33
Gambar 3.10 Ayakan (Dokumentasi pribadi)	34
Gambar 3.11 <i>Thermocouple</i> (a) <i>Thermometer Infrared</i> (b) (Dokumentasi pribadi)	34
Gambar 3.12 <i>Blower</i> (Dokumentasi pribadi)	35
Gambar 3.13 Alat Kompaksi (Dokumentasi pribadi)	35
Gambar 3.14 <i>Crucible</i> (Dokumentasi pribadi)	36
Gambar 3.15 Oven (Dokumentasi pribadi)	36
Gambar 3.16 <i>Muffle furnace</i> (Dokumentasi pribadi)	37
Gambar 3.17 Model briket di dalam <i>crucible</i>	39
Gambar 3.18 <i>X-Ray Diffraction PAN Analytical</i>	40
Gambar 3.19 SEM-EDX	40
Gambar 4.1 Difraktogram bijih nikel laterit limonitik	50

Gambar 4.2	Difraktogram fluks kalsium karbonat	51
Gambar 4.3	Difraktogram aditif sulfur Ijen	53
Gambar 4.4	Efek variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terhadap kadar Ni dan Fe	53
Gambar 4.5	Efek variasi massa aditif Sulfur Ijen terhadap kadar Ni dan Fe	55
Gambar 4.6	Efek variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terhadap <i>recovery</i> Ni dan Fe	60
Gambar 4.7	Efek variasi massa aditif sulfur Ijen terhadap <i>recovery</i> Ni dan Fe	61
Gambar 4.8	Perbandingan komposisi mineral bijih laterit hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. : <i>Quartz</i> (SiO_2), <i>Fayalite</i> (Fe_2SiO_4), <i>Troilite</i> (FeS), $\text{NaMgFe}(\text{SO}_4)_3$, <i>Olivine</i> ($\text{Mg}_{1,04}\text{Fe}_{0,96}\text{SiO}_4$); <i>Gehlenite</i> ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{AlSiO}_7)$)	66
Gambar 4.9	Perbandingan komposisi senyawa logam hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. : <i>Kamacite</i> ($\gamma\text{-FeNi}$); : <i>Taenite</i> ($\alpha\text{-FeNi}$); ii : <i>Wustite</i> (FeO) dan : <i>Troilite</i> (FeS)	68
Gambar 4.10	Perbandingan komposisi mineral bijih laterit hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif sulfur Ijen : <i>Quartz</i> (SiO_2), <i>Fayalite</i> (Fe_2SiO_4), <i>Troilite</i> (FeS), Fe_2SiS_4 , <i>Olivine</i> ($\text{Mg}_{1,04}\text{Fe}_{0,96}\text{SiO}_4$), <i>Gehlenite</i> ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{AlSiO}_7)$)	70
Gambar 4.11	Perbandingan komposisi senyawa logam hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif S-Ijen.	71

Gambar 4.12	Efek variasi massa aditif terhadap faktor selektifitas	77
Gambar 4.13	Diagram stabilitas Fe-Ni-O	77

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel 2.1	Perbandingan Kelas-Kelas Batu Bara	11
Tabel 2.2	Mineral yang Terasosiasi dengan <i>Limestone</i>	13
Tabel 3.1	Target Reduksi Nikel Laterit Limonitik	44
Tabel 3.2	Perbandingan Massa Komposisi Briket dengan Aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	45
Tabel 3.3	Perbandingan Massa Komposisi Briket dengan Aditif Sulfur Alam 'Kawah Ijen'	45
Tabel 3.4	Rancangan Penelitian	46
Tabel 3.5	Jadwal Penelitian	47
Tabel 4.1	Hasil EDX Bijih Nikel Laterit Limonitik	49
Tabel 4.2	Hasil <i>Proximate Analysis</i> Batu Bara	50
Tabel 4.3	Hasil Pengujian EDX <i>Limestone</i>	51
Tabel 4.4	Hasil Pengujian EDX sulfur Ijen	52
Tabel 4.5	Variabel-variabel penentuan <i>recovery</i> Ni dan Fe_aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	59
Tabel 4.6	Variabel-variabel penentuan <i>recovery</i> Ni dan Fe_aditif sulfur Ijen	62
Tabel 4.7	Identifikasi fasa produk reduksi non-magnetik_aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	64
Tabel 4.8	Identifikasi fasa produk reduksi logam_aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	67
Tabel 4.9	Identifikasi fasa produk reduksi non-magnetik_aditif sulfur Ijen	69
Tabel 4.10	Identifikasi fasa produk reduksi logam_aditif sulfur Ijen	72
Tabel 4.11	Perbandingan performa aditif dengan metode reduksi selektif	75
Tabel 4.12	Perbandingan nilai faktor selektifitas	76

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Tren permintaan nikel dari tahun ketahun mengalami peningkatan seiring dengan pesatnya perkembangan industri manufaktur dan pembangunan infrastruktur. Dari 2 juta ton konsumsi tahunan nikel dunia, hampir 60% dimanfaatkan untuk pembuatan *stainless steel* dan sisanya diaplikasikan untuk industri pelapisan, baterai, otomotif, dan pesawat terbang (Kerfoot, 2005 dan Mackey, 2011). Kebutuhan yang tinggi tentu harus diimbangi dengan produksi nikel memadai agar kebutuhan pasar nasional maupun global tetap tercukupi.

Nikel diproduksi dari dua sumber mineral utama jenis sulfida dan oksida tetapi mayoritas ($\pm 70\%$) cadangan nikel dunia berupa oksida laterit (saprolit dan limonit). Indonesia sendiri menempati urutan ke 4 sebagai negara dengan potensi laterit terbesar (12%) setelah *New Macedonia* (21%), Australia (20%) dan Filipina (17%) (Van der Ent dkk., 2013). Paradoks yang menarik terekspos ketika *United States Geological Survey* (2011) menunjukkan fakta hanya 40% produksi nikel global dihasilkan dari sumbangsih deposit oksida laterit, sedangkan 60% sisanya diolah dari deposit sulfida. Penyebabnya tidak lain karena rendahnya kadar nikel dalam laterit (1-2,5%) dan kompleksitas proses produksi serta pemurniannya (Farrokhpay dkk, 2018). Kondisi tersebut tentu membuat persediaan bijih nikel sulfida terkuras sehingga pengembangan teknologi pengolahan nikel laterit menjadi fokus perhatian banyak teknokrat demi tercapainya produksi yang lebih efektif dan efisien.

Teknologi yang familiar diaplikasikan dalam pengolahan nikel laterit jenis limonitik (kadar rendah 1-1,6% Ni) dapat berupa hidrometalurgi, pirometalurgi maupun kombinasinya. Hidrometalurgi populer dengan metode *High Pressure Acid Leaching* (HPAL) menggunakan asam sulfat yang produk nikelnya memiliki kemurnian tinggi dan *recovery* yang mencapai 90-92%. Namun, hasil memuaskan tersebut dibayangi oleh tingginya biaya, tingkat produksi rendah dan pencemaran

limbah asam ke lingkungan (Whittington dkk., 2000; Mud, 2009; Kyle, 2010). Pirometalurgi dilakukan dengan *smelting* menggunakan *blast furnace* untuk menghasilkan *nickel pig iron* dengan resiko penggunaan energi tinggi dan kualitas produk yang rendah (Zhang dkk., 2008). Kombinasi piro-hidrometalurgi atau dikenal dengan *The Caron Process* juga menjadi opsi tetapi dianggap tidak ekonomis karena biaya tinggi tidak diikuti dengan *recovery* yang memuaskan (Rhamdhani dkk., 2009 dan Rodrigues dkk., 2017).

Upaya meminimalisir kekurangan-kekurangan tersebut dapat dilakukan dengan memaksimalkan teknik pirometalurgi yang penerapannya mencapai 90% kapasitas produksi nikel dunia (Makinen dan Taskinen, 2008). Meskipun membutuhkan investasi yang tidak sedikit, pirometalurgi menjanjikan kecepatan waktu produksi dan biaya operasional yang relatif rendah jika dibandingkan dengan hidrometalurgi dan elektrometalurgi (Anderson, 2016). Namun demikian, proses yang berlangsung dalam temperatur tinggi berakibat pada besarnya konsumsi energi. Norgate dan Jahanshahi (2011) mendeskripsikan bahwa tahap pre-reduksi pada suhu 850°C hingga 1000°C dan *smelting* pada 1000°C hingga 1600°C dalam *Electric Arc Furnace* (EAC) bertanggung jawab pada tingginya penggunaan energi dalam proses konversi bijih laterit menjadi konsentrat feronikel.

Solusi alternatif untuk mengeradikasi permasalahan tersebut tidak lain dengan menggunakan metode reduksi langsung yang diikuti dengan separasi secara fisik. Selain mempromosikan efisiensi energi sekaligus mendukung konsep *eco-friendly*, operasi metode ini relatif mudah dan memungkinkan ekstraksi selektif untuk meningkatkan kadar nikel sehingga produk dapat langsung digunakan dalam pembuatan *stainless steel* (Jiang dkk., 2013). Reduksi langsung atau disebut juga reduksi karbotermik melibatkan reduktor karbon monoksida (CO) yang terbentuk dari reduksi karbon dioksida (CO₂) oleh karbon dari batu bara. Kondisi tersebutlah yang mengakibatkan keberhasilan reduksi untuk kadar nikel tinggi sangat bergantung pada kontrol atmosfer. Selain itu, variabel lain juga mengambil peran kunci adalah zat aditif sehingga penelitian-penelitian tentang aditif tengah naik daun dalam satu dekade terakhir.

Usaha-usaha untuk meningkatkan kadar nikel hasil reduksi langsung bijih laterit dalam berbagai variasi komposisi, proses dan jenis aditif telah banyak dilakukan. Li dkk., (2012) melaporkan bahwa natrium sulfat (NaSO_4) dapat meningkatkan kemampuan reduksi NiO sehingga meningkatkan kadar nikel dalam produk feronikel. Studi Zhu dkk., (2012) dengan penambahan 6% kalsium sulfat (CaSO_4) dan 5% batu bara pada temperatur 1100°C selama 1 jam membuat nikel terkonsentrasi menjadi 6% dengan *recovery* 92,1%. Spesifik dalam reduksi laterit limonitik, dengan penambahan aditif NaSO_4 sebesar 20 wt% pada temperatur kerja 1100°C selama 60 menit dihasilkan kadar nikel sebesar 13,26% dan *recovery* mencapai 88,40% (Lu dkk., 2017). Aditif CaF dan $\text{CaF}/\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Cao dkk., 2016) juga telah diaplikasikan dan menghasilkan kadar dan *recovery* masing-masing 1,79%/71,3% dan 1,42%/92,12%. Publikasi Abdul dkk., (2018) menggunakan agen aditif *dolomite* ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) pada suhu 1400°C selama 6 jam memproduksi nikel dengan kadar 4,69% dan *recovery* sebesar 86,75%. Selain berupa senyawa, aditif unsur tunggal sulfur (S) juga dengan komposisi 4 wt% pada temperatur 600°C (*pre-heat*) dan 1000°C (reduksi) selama 1 jam memperlihatkan nilai kandungan nikel sebesar 4% dan *recovery* 93,2% dalam produknya (Elliot dkk., 2015).

Dari beberapa tipe aditif di atas, kandungan sulfur memperlihatkan kontribusi positif terhadap peningkatan kadar dan *recovery* nikel. Hal ini dikarenakan kandungan sulfur menginisiasi pertumbuhan partikel feronikel untuk meningkatkan pembentukan nikel pada fase metal dan sulfur dapat bereaksi dengan besi membentuk *troilite* (FeS) sehingga menghambat kristalisasi besi menjadi logam (Zhu dkk., 2012 dan Li dkk., 2012). Selain itu, laporan Zhou dkk., (2016) mengkonfirmasi bahwa penggunaan garam-garam natrium dapat memecah struktur kompleks laterit melalui reaksi dengan *gangue* sehingga meningkatkan konsentrasi nikel. Opsi untuk mengembangkan aditif dengan kandungan sulfur dapat diperluas menggunakan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan sulfur alam yang ada di kawasan Kawah Ijen Jawa Timur. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dipilih karena dekomposisi termal senyawa menghasilkan NaSO_4 dan natrium polisulfida (Na_2S_5). Lebih banyaknya atom sulfur yang terlibat dalam reduksi dihipotesiskan dapat menekan pertumbuhan logam Fe sehingga kadar nikel meningkat. Dilain pihak, sulfur dari Kawah Ijen

menjanjikan kemudahan perolehan, ketersediaan melimpah, harga murah dan peluang untuk meningkatkan ekonomi masyarakat.

Berdasarkan studi literatur yang telah diuraikan, maka dalam studi ini dilakukan reduksi langsung secara karbotermik bijih nikel laterit limonitik menggunakan variasi zat aditif natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan sulfur alam Kawah Ijen menggunakan reaktor *bed* batubara-*limestone*. Studi ini menitikberatkan pada pengaruh jenis aditif terhadap kadar dan *recovery* Ni dan Fe serta transformasi fasa setelah proses reduksi, agar khazanah penggunaan aditif untuk reduksi selektif semakin berkembang demi optimalnya teknologi pengolahan nikel laterit kadar rendah baik dari segi proses maupun ekonomi.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen pada proses reduksi selektif bijih nikel laterit limonitik terhadap kadar Ni dan Fe pada produk reduksi?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen pada proses reduksi selektif bijih nikel laterit limonitik terhadap *recovery* Ni dan Fe pada produk reduksi?
3. Bagaimana pengaruh variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen pada proses reduksi selektif bijih nikel laterit limonitik terhadap transformasi mineralogi produk reduksi?

1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Komposisi bijih nikel laterit limonitik, batu bara dan fluks (*limestone*) dianggap homogen.
2. Tekanan kompaksi yang diberikan dianggap homogen.
3. Pengaruh dari reaksi tepung tapioka diabaikan.
4. Permeabilitas dan porositas diasumsikan homogen.

5. Energi panas dalam proses reduksi diasumsikan hanya berasal dari *furnace* sementara energi pembakaran dari batu bara diabaikan.
6. Temperatur luar dan dalam crucible dianggap sama
7. *Holding time* saat pemanasan diasumsikan sama
8. Fluks *limestone* yang diberikan konstan
9. Efek *cooling rate* terhadap produk feronikel diabaikan.

1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Menganalisa efek penggunaan massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen yang bervariasi terhadap kadar Ni dan Fe pada produk feronikel hasil reduksi selektif bijih laterit limonitik.
2. Menganalisa efek penggunaan massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen yang bervariasi terhadap *recovery* Ni dan Fe pada produk feronikel hasil reduksi selektif bijih laterit limonitik.
3. Menganalisa efek penggunaan massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen yang bervariasi terhadap transformasi mineralogi produk feronikel hasil reduksi selektif bijih laterit limonitik.

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan analisis empiris mengenai parameter proses optimal dan variasi aditif dalam reduksi langsung bijih nikel laterit limonitik sehingga diperoleh metode reduksi nikel yang lebih efektif dan efisien.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

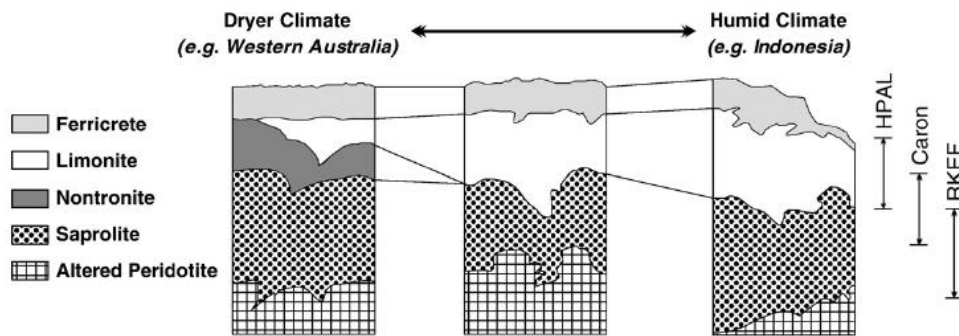
BAB 2

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Nikel, Mineral dan Proses Ekstraksinya

Nikel (nomor atom 28; nomor massa 56,6934) termasuk dalam golongan VIIB dalam tabel periodik unsur bersama besi dan kobalt dan dikenal dengan sebutan “Tiga Serangkai”, sehingga sifat ketiganya cenderung mirip. Konfigurasi elektron kulit terluar dari unsur nikel adalah $3d^8 4s^2$ yang membuat valensinya +2. Karakteristik fisik dari logam dengan densitas $8,92 \text{ g/cm}^3$ ini antara lain memiliki temperatur lebur sebesar 1455°C dan titik didih $\pm 2915^\circ\text{C}$ (Polyakov, 2013). Nikel digunakan secara luas untuk produksi stainless steel ($\pm 58\%$), paduan logam berbasis nikel ($\pm 14\%$), pengecoran dan paduan baja ($\pm 9\%$), *electroplating* ($\pm 9\%$) dan baterai ($\pm 5\%$) (Mudd, 2010).

Sumber nikel terbesar di alam adalah mineral nikel laterit dan nikel sulfida. Sekitar 60% deposit bijih nikel timbul dalam wujud laterit, sedangkan 40% sisanya berupa sulfida. Laterit umumnya terbentuk terbentuk di dekat permukaan akibat pelapukan batuan ultramafik yang kaya akan besi dan magnesium. Mineral laterit yang mengandung nikel umumnya terkandung dalam *limonit* dan *goethite*, kelompok *nickelferrous* dengan rumus senyawa $(\text{Fe,Ni})\text{O}(\text{OH})$, dan biasanya ditambang dengan metode penambangan terbuka. Berbanding terbalik dengan laterit, mineral sulfida nikel biasanya ditemukan di bawah tanah dan umumnya membutuhkan infrastruktur pertambangan dan pekerja bawah tanah dalam proses ekstraksinya. Mineral utama sulfida antara lain *pentlandite* ($[\text{Fe,Ni}]_9\text{S}_8$), *pyrrhotite* (Fe_7S_8), *chalcopyrite* (CuFeS_2) (Hoatson dkk., 2006 dan Khoo dkk., 2017).



Gambar 2.1. Profil pelapukan dan letak bijih nikel laterit (Mudd, 2010)

Dua metode utama dalam produksi nikel adalah ekstraksi pirometalurgi dan hidrometalurgi. Tahapan ekstraksi secara pirometalurgi umumnya terdiri atas *roasting*, *smelting*, *converting* dan *refining*. Laterit lebih mudah dilebur menjadi paduan feronikel dibanding logam nikel ditinjau dari aspek termodinamika (Swinbourne, 2014). Feronikel merupakan nikel yang mengandung paduan sekitar 25% nikel dan 75% besi dan material lain seperti kromium dan silika dalam jumlah yang sangat kecil. Dipihak lain, proses hidrometalurgi biasanya melibatkan *leaching* amonia dari *roasted material* atau *leaching* asam sulfat bertekanan tinggi yang diikuti dengan ekstraksi pelarut, *electro-winning*, dan sintering serbuk logam menjadi nikel padat. Dalam aplikasinya, teknik pirometalurgi digunakan untuk bijih dengan kadar nikel lebih dari 1,7% sedangkan hidrometalurgi untuk kadar di bawah 1,5%. Karena sulfida berpeluang mengandung kadar nikel dan energi internal yang tinggi, tipe pirometalurgi lebih direkomendasikan penggunaannya sebab relatif kurang kompleks dibanding hidrometalurgi. Sementara itu, aspek mineralogi laterit membuat bijih sulit *diupgrade* sebelum proses *leaching*. Hal ini dikarenakan mineral nikel tersebar dalam jumlah yang sangat kecil diseluruh bijih, sehingga produksi efisien dan ekonomis secara pirometalurgi hanya dapat dilakukan jika bijih mengandung kadar nikel yang lebih tinggi (Khoo dkk., 2017).

2.2 Nikel Laterit Limonitik dan Teknologi Pengolahannya

Mineral limonit dengan rumus senyawa $(\text{Fe},\text{Ni})\text{O}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ merupakan jenis laterit berbasis oksida yang paling dekat dengan permukaan dan tersebar pada daerah tropis maupun sub-tropis di sekitar garis katulistiwa. Bijih limonit mengandung banyak besi hidroksida dalam bentuk *goethite* ($\text{FeO}.\text{OH}$) sehingga

komposisi besi sangat dominan mencapai 40-60% sedangkan nikel biasanya hanya berkisar pada angka 0,5-1,7% (Pickles dkk., 2014). Tidak hanya itu, laterit limonitik juga terasosiasi dengan mineral silikat dan magnesium oksida yang mengantarkan pada rumitnya mineralogi sehingga sulit dibenefikasi secara fisik.

Kompleksitas struktur dalam limonit dapat dijelaskan melalui proses pembentukannya. Proses diawali dengan pelapukan batuan peridotit yang mengandung mineral besi, magnesium, silikat dan $\pm 0,3\%$ nikel. Unsur-unsur dalam mineral tersebut kemudian bereaksi dengan air tanah dan membentuk unsur terlarut dan koloid silikat. Besi dengan cepat teroksidasi membentuk goethite dan hematite dan tetap berada di sekitar permukaan, sedangkan besi, nikel, magnesium dan silika meresap ke bawah membentuk deposit laterit dalam suasana asam. Ketika larutan-larutan tersebut dinetralkan oleh proses-proses alamiah, maka terbentuk endapan silikat dan magnesium dalam bentuk oksida maupun silikat terhidrasi. Bersamaan dengan itu, nikel dalam bentuk ion Ni^{2+} menjadi bagian deposit dengan melakukan substitusi Mg^{2+} dan Fe^{2+} pada beberapa posisi dalam kisi kristal sebagai substituen isomorf (Keerfot, 2012 dan Li dkk., 2013).

Metode yang direkomendasikan untuk pengolahan laterit limonitik berkadar nikel minimum adalah hidrometalurgi baik dengan HPAL maupun menggunakan *The Caron Process*. Dalam HPAL, nikel diekstrak melalui *leaching* dengan asam sulfat pada tekanan tinggi hingga 5,4 MPa dan temperatur antara 245-270°C dalam autoclave berlapis titanium. Dekantasi arus berlawanan kemudian dilakukan untuk memisahkan larutan padat dan logam diperoleh melalui ekstraksi pelarut. Sedangkan *The Caron Process*, merupakan kombinasi antara pirometalurgi dan hidrometalurgi. Setelah bijih dikeringkan sekaligus direduksi pada suhu $\pm 700^\circ\text{C}$, logam akan diekstrak melalui *leaching* dalam lingkungan ammonia bertemperatur tinggi dengan umpan berupa larutan kaya kandungan logam (Dalvi dkk., 2004 dan Mudd, 2010). Akan tetapi, proses-proses tersebut dibatasi oleh isu lingkungan sebab teknologi yang berkembang saat ini diarahkan menuju *green technology*, sehingga pengembangan metode-metode lain gencar dilakukan.

2.3 Reduksi Selektif Laterit Limonitik dengan Aditif

Strategi yang potensial menjadi opsi untuk mengkonsentrasi kadar nikel pada bijih laterit berkadar rendah adalah reduksi selektif secara langsung. Reaksi terjadi pada suhu yang tidak terlalu tinggi seperti pada *blast furnace* dan produknya berupa paduan feronikel yang kemudian dapat dipisahkan melalui separasi magnetik, *leaching*, maupun metode-metode lainnya. Tujuan dari metode ini adalah untuk membentuk feronikel berkadar nikel tinggi yang mudah diproses lebih lanjut dengan teknologi yang telah tersedia dan mereduksi jumlah bijih yang digunakan sehingga biaya menjadi lebih minimal. Efektifitas reduksi sangat bergantung pada efisiensi separasi dalam memperoleh feronikel dari bijih yang telah tereduksi. Sementara itu, efisiensi separasi juga merupakan fungsi kadar nikel, *recovery* nikel dan ukuran partikel feronikel yang terbentuk. Umumnya, partikel dengan butir yang lebih besar lebih mudah dipisahkan melalui berbagai jenis metode berdasarkan densitas maupun secara magnetic (Li dkk., 2012).

Dalam proses reduksi, penambahan aditif berupa senyawa oksida maupun garam-garam natrium diketahui mempertinggi kadar nikel dalam produk feronikel. Senyawa-senyawa tersebut antara lain CaCO_3 , CaO , Na_2CO_3 , Na_2SO_4 dan NaCl . Secara umum, zat aditif menambah kuantitas nikel dengan dua cara yaitu dengan meningkatkan intensitas reaksi reduksi besi untuk membentuk oksida tereduksi maupun besi sulfida dan bereaksi dengan material pengotor yang terasosiasi dengan besi maupun nikel sehingga besi dan nikel menjadi lebih mudah terkonsentrasi (Zhu dkk., 2018).

Aditif yang mekanismenya dapat dijelaskan dengan rinci dan menunjukkan kinerja yang meyakinkan adalah aditif dengan kandungan sulfur. Selama proses reduksi, terbentuk 3 fase utama yakni oksida logam, sulfida logam dan feronikel. Dengan kadar besi di atas 50% dan nikel di bawah 2% dalam laterit limonitik, pendekatan fase yang terbentuk adalah sistem Fe-O-S. Interaksi dari FeS dan logam Fe merupakan pendorong pembentukan feronikel. Sistem biner Fe-S mencapai eutektik Fe-FeS pada 988°C sehingga memungkinkan pembentukan fase likuid dalam temperatur relatif rendah. Fase likuid Ni, Fe, Ni_3S_2 , dan FeS akan larut

sempurna sehingga memungkinkan transport nikel dan besi dalam fase likuid. Ketika campuran dingin, besi dan nikel akan terpresipitasi lebih awal membentuk fase paduan feronikel lalu diikuti pengendapan logam sulfide yang lain (Rao dkk., 2016 dan Elliot dkk., 2017).

2.4. Batu Bara dan *Limestone*

Ekstraksi feronikel membutuhkan kontribusi batu bara dan *limestone* sebagai bahan bakar dan *flux* sekaligus agen pereduksi. Batu bara merupakan bahan bakar yang berasal dari tumbuhan dan hewan yang telah melapuk sejak zaman pra-sejarah sehingga mengalami berbagai proses alamiah. Meskipun menghasilkan emisi karbondioksida yang tinggi, batu bara tetap menjadi pilihan utama untuk berbagai proses produksi dalam industri karena harganya yang relatif murah. Kualitas dari batu bara dalam aplikasinya sebagai bahan bakar ditentukan oleh beberapa faktor seperti usia deposit, tipe vegetasi tempat batu bara tersebut terkubur dan juga temperatur dan tekanan di sekitar vegetasi.

Tabel 2.1 Perbandingan Kelas-Kelas Batu Bara

<i>Coal</i>	<i>Dry, Carbon Content (%)</i>	<i>Moisture Content Before Drying (%)</i>	<i>Dry, Volatile Content (%)</i>	<i>Heat Content (MJ/kg)</i>
<i>Anthracite</i>	86 – 92	7 – 10	3 – 14	32 – 33
<i>Bituminous coal</i>	76 – 86	8 – 18	14 – 46	23 – 33
<i>Sub-bituminous coal</i>	70 – 76	18 – 38	42 – 53	18 – 23
<i>Lignite</i>	65 – 70	35 – 55	53 – 63	17 – 18
<i>Peat</i>	<60	75	63 – 69	15

Sumber: Breeze, 2015

Batu bara kualitas tinggi dicirikan dengan tingginya kadar karbon dan rendahnya kandungan air sebagaimana ditampilkan dalam Tabel 2.2 Berdasarkan parameter ini, batu bara diklasifikasikan menjadi:

- a. *Antracite*, batu bara paling keras dengan kadar karbon tertinggi mencapai 92% dan relatif mudah menguap. Saat dibakar, *antracite* cenderung memproduksi debu dan polusi yang lebih rendah (kecuali CO₂) serta energinya berada pada rentang 32-33 MJ/kg.
- b. *Bituminous coal*, batu bara dengan jumlah paling melimpah dan kandungan material mudah menguap yang tinggi. Istilah *bituminous* disematkan karena batu bara jenis ini memiliki karakteristik membentuk zat lengket ketika dipanaskan. Batu bara golongan *bituminous* sangat mudah terbakar terlebih dalam kondisi telah dihancurkan menjadi partikel kecil sehingga cocok untuk pembangkit.
- c. *Sub-bituminous coal*, batu bara dengan kadar karbon lebih rendah dari dua jenis sebelumnya tetapi juga memiliki karakteristik mudah terbakar sehingga juga cocok diaplikasikan dalam industri pembangkit. Tipe ini memiliki kadar sulfur yang rendah sehingga mereduksi emisi gas sulfur oksida dan relatif ramah lingkungan.
- d. *Lignite*, terbentuk dari pelapukan tumbuh-tumbuhan yang kaya dengan resin dan memiliki kandungan zat mudah menguap yang tinggi. Batu bara ini memiliki kadar air yang cukup tinggi sehingga biasanya diaplikasikan pada industri yang memiliki pengeringan sebelum proses pembakaran
- e. *Peat*, kelas terendah dari batu bara yang biasanya ditemukan di dekat permukaan bumi dan dikenal dengan sebutan batu bara coklat serta sangat jarang diaplikasikan sebagai bahan bakar pembangkit.

Berbeda dengan batu bara, *limestone* merupakan jenis batuan endapan yang komposisi utamanya adalah kalsium karbonat (CaCO₃) dalam bentuk mineral utama berupa *calcite*. Mineral lain yang juga terasosiasi dengan *limestone* antara lain *aragonite*, *magnesite*, *dolomite*, *ankerite* dan *siderite* yang memiliki sistem kristal dan pembentukan berbeda-beda sebagaimana terlihat pada Tabel 2.3. Perbedaan tersebut diakibatkan oleh fakta bahwa *limestone* terbentuk di berbagai lingkungan cekung sedimen, sehingga berbeda dari segi usia geologis, kristalinitas, struktur petrografi, kemurnian kimia dan struktur pori sebagai akibat dari kondisi

litofasial yang berujung pada perbedaan karakteristik ketika dilakukan pembakaran serta respon saat bereaksi dengan asam (Kalasova dkk., 2018).

Tabel 2.2 Mineral yang Terasosiasi dengan *Limestone*

Mineral	Rumus Senyawa	Sistem Kristal	Keberadaan
<i>Aragonite</i>	CaCO ₃	<i>Orthorhombic</i>	Dalam sejumlah cangkang dan lumpur, tidak stabil selama terkubur
<i>Calcite</i>	CaCO ₃	<i>Hexagonal</i>	Dalam sejumlah cangkang dan lumpur, relatif stabil selama terkubur
<i>Magnesite</i>	MgCO ₃	<i>Hexagonal</i>	Langka di permukaan
<i>Dolomite</i>	CaMg(CO ₃) ₂	<i>Hexagonal</i>	Langka di permukaan, lebih umum sebagai pengganti di bawah permukaan
<i>Ankerite</i>	Ca(MgFe)(CO ₃) ₂	<i>Hexagonal</i>	Langka
<i>Siderite</i>	FeCO ₃	<i>Hexagonal</i>	Sebagai <i>ooliths</i> dan semen

Sumber: Shelley, 2015

Limestone memiliki berbagai aplikasi di bidang perindustrian. Selain sebagai bahan baku pembuatan semen untuk material konstruksi, *limestone* dapat menjadi pengatur keasaman pada lahan-lahan pertanian karena sifat bawaannya yang berupa basa. Manfaat yang tidak kalah penting, *limestone* dapat dijadikan sebagai *flux* dalam proses *smelting*. Kandungan kalsium karbonat akan terdekomposisi menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida pada suhu 750°C menurut reaksi:



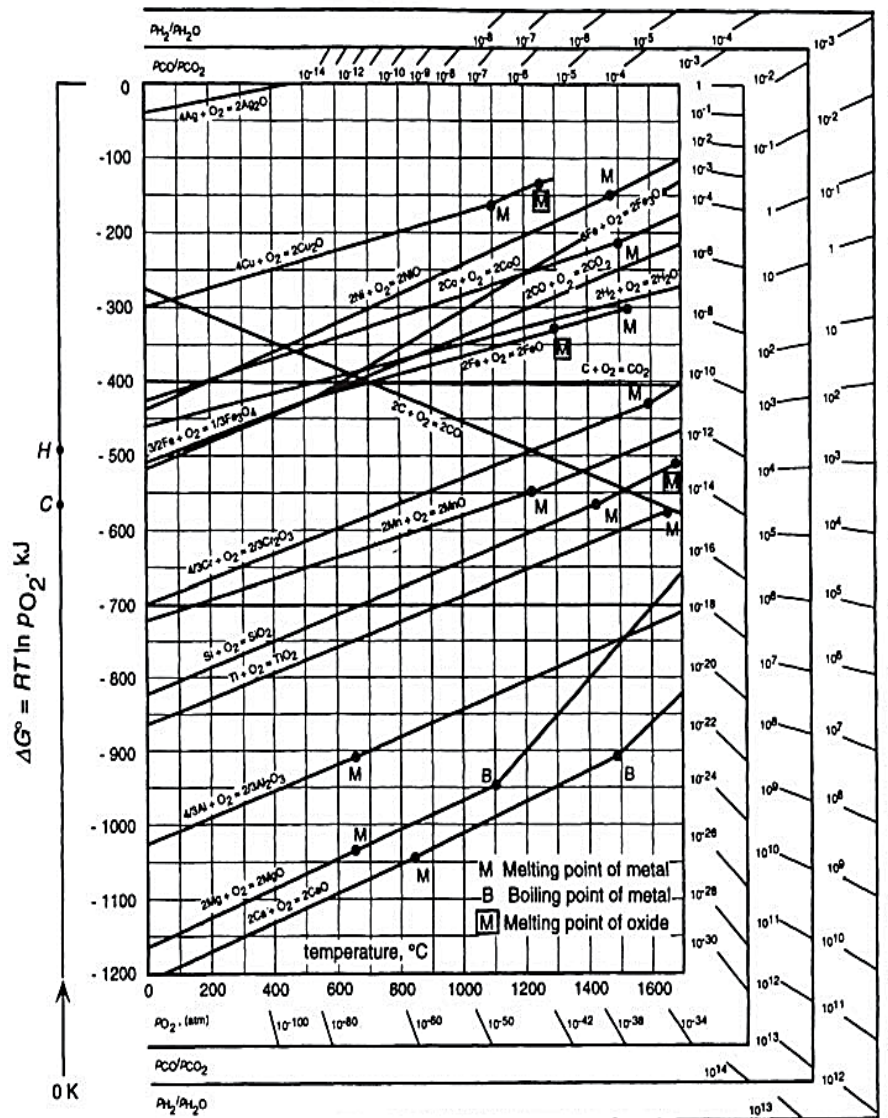
Gas karbon dioksida selanjutnya akan tereduksi menjadi karbon monoksida yang merupakan reduktor kuat untuk mereduksi bijih besi maupun nikel menjadi bentuk logamnya.

2.5 Termodinamika Reduksi Nikel Laterit

Diagram Ellingham adalah diagram yang menyajikan data – data termodinamika suatu logam yang mengalami proses pembentukan oksida, sulfida, dan klorida. Diagram tersebut dibentuk dari plot ΔG° (perubahan energy bebas Gibss) pada temperatur (T) tertentu. Secara umum diagram Ellingham memiliki empat kegunaan utama, antara lain

1. Untuk menentukan tingkat kemudahan reduksi suatu logam oksida menjadi logam
2. Untuk menentukan tekanan parsial oksigen pada temperatur tertentu agar logam oksida dapat tereduksi
3. Untuk menentukan rasio karbon monoksida (CO) dan karbon dioksida (CO₂) pada temperatur tertentu agar logam oksida dapat tereduksi
4. Untuk menentukan rasio hidrogen (H) dan karbon dioksida pada temperatur tertentu agar logam oksida dapat tereduksi
(Gaskell, 1981).

Posisi garis dari suatu reaksi pada diagram Ellingham menunjukkan kestabilan oksida sebagai fungsi dari temperatur. Reaksi yang berada pada bagian atas diagram adalah logam yang bersifat mulia dan oksida dari logam ini bersifat tidak stabil dan mudah tereduksi. Semakin kebawah posisi kondisi dari reaksi akan berkebalikan dengan garis reaksi di bagian atas. Sehingga penentuan apakah suatu logam dapat mereduksi oksida logam lain ditentukan oleh posisi garis antara logam dan oksida logam tersebut. Apabila posisi oksida logam yang akan direduksi berada diatas garis logam pereduksi maka reaksi reduksi dapat berjalan (Gaskell, 1981).



Gambar 2.2 Diagram Ellingham (Gaskell, 1981)

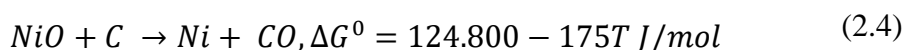
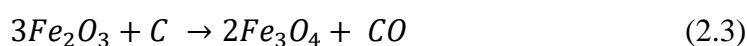
Energi Gibbs adalah suatu ukuran dari penggerak yang dapat suatu reaksi terjadi. Persamaan energi Gibbs adalah sebagai berikut:

$$\Delta G = -T \cdot \Delta S + \Delta H \quad (2.2)$$

- Dimana :
- ΔG = perubahan energi Gibbs (J)
 - ΔH = perubahan entalpi reaksi (J)
 - ΔS = perubahan entropi reaksi (J/K)
 - T = temperatur absolut reaksi (K)

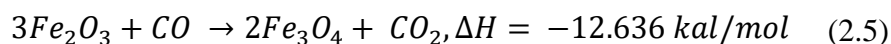
ΔG yang bernilai negatif menunjukkan bahwa suatu reaksi dapat terjadi secara spontan tanpa energi dari luar. Sementara itu reaksi yang memiliki ΔG positif menunjukkan reaksi tersebut tidak akan terjadi secara spontan. Entalpi adalah besaran dari energi yang dilepaskan ketika suatu reaksi berlangsung (panas dari suatu reaksi). Jika entalpinya bernilai negatif maka reaksi tersebut melepaskan energi (eksotermik), sedangkan jika bernilai positif maka reaksi tersebut membutuhkan energi (endotermik). Entropi adalah ukuran dari derajat ketidakteraturan suatu reaksi. Padatan memiliki bentuk yang teratur, cairan memiliki bentuk yang kurang teratur dan gas memiliki ketidakteraturan yang tinggi.

Dalam proses reduksi langsung laterit nikel limonitik, reaksi fasa solid berawal dari interaksi karbon dan limonit membentuk reduktor karbonmonoksida, sebagaimana disajikan dalam persamaan berikut:



Reaksi kemudian berlanjut akibat terbentuknya gas intermediet sebagai produk reaksi reduksi dan reaksi *Boudouard* (reaksi *feed* carbon dengan karbondioksida membentuk karbonmonoksida). Zevgolis dkk., (2010) membagi reaksi reduksi laterit menjadi tiga tahap yakni reduksi oksida besi, reduksi nikel oksida dan gasifikasi karbon. Mekanisme reduksi komponen oksida besi dibagi menjadi 3 tahap:

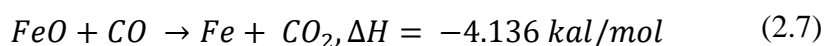
- Tahap I: Reduksi hematit menjadi magnetit



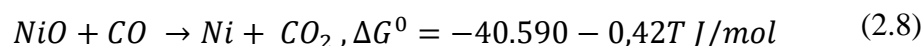
- Tahap II: Reduksi magnetit menjadi wustit



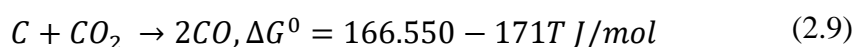
- Tahap III: Reduksi wustit menjadi logam besi



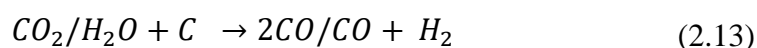
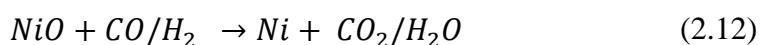
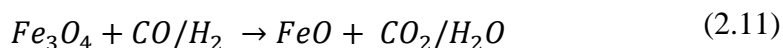
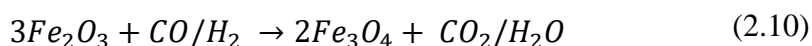
Reduksi nikel yang terjadi dalam satu tahap reaksi:



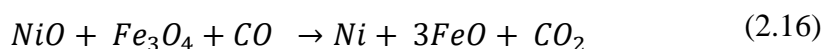
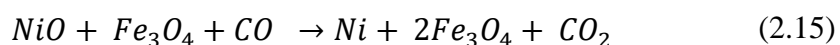
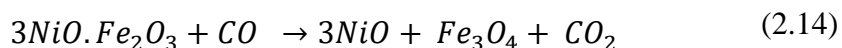
Gasifikasi karbon terjadi melalui reaksi *Boudouard*:



Sejalan dengan pembentukan gas karbonmonoksida diawal prose skontak, zat-zat volatile terbentuk dari pemanasan batu bara yang mengandung rantai panjang hidrokarbon. Wang dkk., (1997) menyatakan bahwa pada suhu lebih dari 700°C hidrokarbon mulai terpecah menjadi hydrogen dan karbon. Produk reaksi karbonmonoksida, hydrogen dan karbon dapat berperan sebagai reduktor bijih laterit dan reaksinya disajikan sebagai berikut:

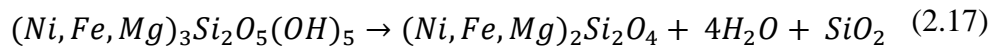


Antola dkk., (1995) mengasumsikan bahwa dalam dehidroksilasi goethite, mineral oksida membentuk trevorite (NiO.Fe₂O₃) dengan mekanisme sebagai berikut:

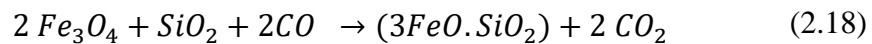


Tiga reaksi di atas menggambarkan bahwa reduksi selektif nikel dapat dimaksimalkan dengan mengontrol terjadinya reaksi-reaksi tersebut sebab reduksi besi oksida menjadi logam besi terhambat. Sebaliknya, produk nikel terus terbentuk sehingga kadar dapat ditingkatkan.

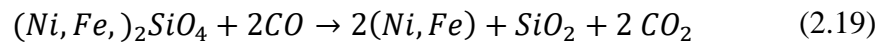
Bijih laterit limonitik tentu tidak lepas dari asosiasi senyawa atau mineral lainnya. Substitusi nikel dalam mineral serpentite dapat terjadi saat proses pembentukan limonit sehingga keberadaan *serpentite* dapat dipertimbangkan. Dekomposisi mineral silikat terjadi pada suhu 500°C hingga 800°C berdasarkan reaksi berikut:



Material hasil dekomposisi membentuk fase solid amorf dimana kandungan NiO relatif lebih mudah direduksi. Pada temperatur di atas 800°C, material amorf tersebut mengalami rekristalisasi membentuk *olivine* (*forsterite* (Mg₂SiO₄) atau *fayalite* (Fe₂SiO₄)) dan membuat NiO berada dalam fase yang sulit direduksi (Li dan Coley, 2000). Fayalite menginisiasi reduksi *magnetite* dan silika membentuk besi silikat stabil sebagaimana persamaan berikut:



Reduksi dari *fayalite* hasil rekristalisasi juga dapat terjadi tetapi membutuhkan temperatur yang lebih tinggi dan gas reduktor yang lebih kuat. Mekanisme reaksi reduksi dari fayalite dituliskan sebagai berikut:



2.6. Briket Laterit Nikel Limonitik

Teknologi pembuatan briket banyak diaplikasikan untuk optimalisasi penggunaan batu bara sebagai bahan bakar. Hal ini dilatar belakangi oleh keresahan akibat tingginya polusi gas-gas karbondioksida dan sulfur dioksida hasil pembakaran langsung batu bara. Briket dianggap sebagai salah satu solusi untuk menciptakan sistem pembakaran yang lebih ramah lingkungan sekaligus meningkatkan efisiensi dan efektifitas batu bara sebagai sumber energi (Wang dan Li, 2011).



Gambar 2.3 Pembakaran briket batubara (Zhang dkk., 2018)

Kualitas briket ditentukan tiga hal yaitu oleh stabilitas dan daya tahan briket dalam penggunaan dan transportasi, energi saat pembakaran termasuk kadar abu dan emisi minimum produk pembakaran yang dilepas ke lingkungan. Durabilitas dan stabilitas bergantung pada parameter kekuatan dan waktu kompaksi serta relaksasi yang berkaitan erat dengan percampuran, dimensi dan densitas briket. Sedangkan efisiensi energy dan minimalnya polusi dikaitkan dengan struktur, sifat fisiko-kimia dan kemurnian dari batu bara (El-Haggar, 2007).

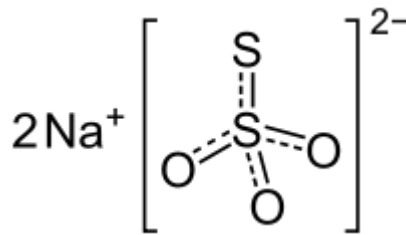
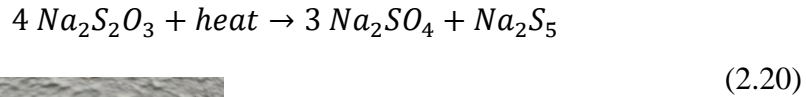
Secara umum, proses pembuatan briket melalui tahap pengeringan, *grinding*, penyaringan, kompaksi dan pendinginan. Khusus untuk pembuatan briket dalam reduksi langsung nikel laterit limonitik, dengan mengacu pada Abdul dkk., (2018), briket tidak hanya berisi batu bara, melainkan tercampur dengan bijih nikel dan aditif yang diperlukan untuk reduksi selektif. Seluruh komponen disatukan dengan bantuan binder (pengikat) yang menurut ulasan Zhang dkk., (2018) sangat mempengaruhi kualitas briket dalam hal kekuatan, stabilitas termal dan kinerja pembakaran.

Binder untuk keperluan reduksi langsung bijih nikel tidak boleh memberikan efek pada seluruh komponen dalam briket baik sebelum maupun saat pembakaran. Hal ini dikarenakan pembriketan bijih laterit merupakan tahap aglomerasi sebelum tahap reduksi sesungguhnya. Rekomendasi binder yang tepat tentu adalah binder organik. Binder organik tidak hanya memiliki ikatan yang kuat, tetapi juga memiliki daya tahan mekanik yang baik ketika dijatuhkan maupun dihancurkan. Selain itu, binder organik sangat mudah terdekomposisi pada temperatur tinggi. Beberapa jenis binder organik diantaranya biomassa, bitumen, lignosulfonat dan polimer organik (Zhang dkk., 2018).

2.7. Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat merupakan senyawa anorganik kristal tidak berwarna yang stabil di udara hingga temperatur di bawah 48°C dan umumnya memiliki rumus senyawa ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Molekul dengan nama lain natrium hiposulfit atau 'hypo' ini memiliki massa molekul relatif 248,17 g/mol ini larut sempurna dalam air dan memiliki system kristal monoklinik. Pada temperatur di atas 223°C, natrium

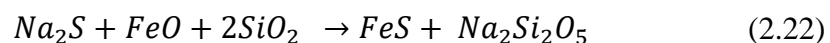
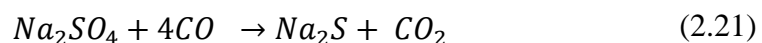
tiosulfat terdekomposisi menjadi natrium sulfat dan natrium penta sulfida sesuai reaksi:



Gambar 2.4 Penampakan (a) dan rumus struktur $Na_2S_2O_3$ (Wikipedia, 2019)

'Hypo' memiliki peran yang sangat luas dalam berbagai aspek misalnya kesehatan (bahkan dikategorikan sebagai obat penting oleh WHO), fotografi, pengolahan dan penjernihan air, kimia analisis dan bahkan pengolahan logam (Barbera dkk., 2012).

Dalam dunia metalurgi, khususnya hidrometalurgi, natrium tiosulfat digunakan dalam ekstraksi logam emas. Tiosulfat dapat berperan sebagai ligan untuk mengikat atom-atom emas (Au) saat proses *leaching* membentuk kompleks $[Au(S_2O_3)_2]^{3-}$. Garam sulfat ini berpotensi menggantikan sianida(CN) yang tidak ramah lingkungan (Aylmore dan Muir, 2001). Selain itu, dekomposisi termal senyawa ini yang membentuk natrium sulfat dan natrium pentasulfida membuatnya potensial dalam reduksi selektif nikel dalam bijih limonitik. Dekomposisi termal lanjutan natrium sulfat akibat reaksi dengan karbonmonoksida membentuk natrium sulfida untuk kemudian membentuk FeS dan natrium silikat menurut reaksi (Li dkk., 2012):



Produk reaksi atom sulfur dalam jumlah besar diharapkan dapat mendorong pembentukan FeS secara lebih masif sehingga kadar nikel dapat meningkat. Sejalan

dengan itu, keberadaan natrium dihipotesiskan dapat menginisiasi dengan mineral silikat pengotor sehingga produk feronikel yang dihasilkan lebih berkualitas.

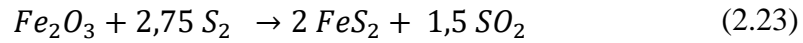
2.8 Sulfur Kawah Ijen

Kawah Ijen (2386 m) merupakan gunung api strato aktif dengan komposisi basal-andesit hingga andesitik yang terletak di kaldera Ijen, Banyuwangi, Jawa Timur. Erupsi magmatic terakhir terjadi pada tahun 1817, tetapi aktivitas freatik dan geyser sering dilaporkan terjadi sejak saat itu. Danau belerang pada kawah juga menunjukkan tanda-tanda ketidakstabilan yang diikuti dengan peningkatan intensitas kegempaan (Delmelle dkk., 2000).

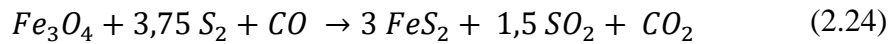
Delmelle dan Bernard (1994) meneliti mengenai danau kimia yang ada di kawah Ijen dan menyimpulkan bahwa kondensasi dan oksidasi gas yang mengandung SO_2 , H_2S dan HCl kedalam air tanag memicu tingginya konsentrasi asam dan anion dalam air kawah. Sementara itu, pelarutan isokimia dari batuan menambah spesi kation hingga silika, gypsum dan barite mengendap. Proses diakhiri dengan penguapan yang mengkonsentrasi air pada danau dengan unsur-unsur terlarut.

Perusahaan lokal menambang sulfur di kawah dengan menyalurkan gas fumarolat melalui pipa logam. Sulfur bergerak ke permukaan danau dan sulfur pirolastik hasil aktivitas vulkanik kemudian terbentuk selama aktivitas freatik Juli-Agustus 1993, yang mengindikasikan kemungkinan terbentuknya sulfur cair di dasar danau. Unsur sulfur juga terbentuk pada sedimen danau yang tererosi secara parsial pada ketinggian ± 40 m dan terlihat di tepi danau bagian barat. Keberadaan sulfur tersebut menunjukkan penurunan pada permukaan air danau. Endapan terdiri dari laminasi berbutir halus dan kasar secara bergantian. Laminasi berbutir halus mengandung unsur sulfur atau endapan silika yang tidak mengkristal sempurna dan bervariasi dengan ketebalan dari beberapa milimeter hingga 3 m. Laminasi kasar terbuat dari fragmen batuan yang bercampurr sedimen. Endapan juga merekam ledakan masa lalu melalui lelehan sulfur pada danau, karena belerang piroklastik mirip dengan *ejecta* 1993 yang terdapat pada beberapa lapisan kasar (Delmelle, 1995).

Sulfur Kawah Ijen berpotensi meningkatkan selektifitas proses reduksi langsung karena menginisiasi pembentukan *pyrite* (FeS₂) ketika bereaksi dengan *hematite*:



Pyrite juga dihasilkan dari reaksi sulfur dengan *hematite* selama proses reduksi:



Produk reaksi FeS₂ selanjutnya terdekomposisi menjadi *fayalite* (FeS) dan gas sulfur berdasarkan reaksi:



Pembentukan FeS inilah yang berkontribusi menaikkan kadar nikel dalam produk feronikel karena pertumbuhan logam besi menjadi terhambat akibat pembentukan senyawa besi sulfida (Marzoughi dkk., 2018).

2.9 Sistem Pembakaran *Bed* Terfluidisasi

Pembakaran *bed* terfluidisasi merupakan sebuah sistem dimana bahan bakar (misalnya kokas) diumpankan kedalam suatu *bed* solid yang telah terfluidisasi oleh pergerakan udara. Jenis teknologi ini diantaranya pembakaran *bed* terfluidisasi atmosfer, pembakaran *bed* tersirkulasi, pembakaran *bed* bertekanan, pembakaran *bed* tersirkulasi dan bertekanan dan pembakaran *bed* terfluidisasi gelembung. Sistem ini memiliki beberapa kelebihan diantaranya konstruksi sederhana, fleksibilitas dalam bahan bakar dan efisiensi pembakaran yang tinggi khususnya pada rentang 750-950°C jika dibandingkan dengan teknologi penggunaan batu bara lainnya. Kelebihan utama lainnya adalah adanya potensi untuk menghilangkan SiO₂ dengan penambahan limestone atau dolomite pada material *bed* (Hower dkk., 2017).

Pembakaran yang terjadi pada *bed* sangat intensif sehingga transfer panas dalam furnace sangat optimal sehingga teknologi ini banyak digunakan untuk pemrosesan bahan bakar kelas rendah sekaligus *recovery* energi. Ketika bahan bakar dimasukkan kedalam *bed*, maka pembakaran akan terjadi dengan cepat.

Aliran udara dan bahan bakar pada *bed* padat dikendalikan sehingga jumlah panas yang dilepaskan ke furnace terjadi secara kontinu. Karena waktu tinggal bahan bakar yang lama dan intensitas tinggi proses pencampuran, pembakaran dapat berlangsung optimal tetapi pada temperatur yang cenderung lebih rendah dibanding pembakaran konvensional lainnya (Yin, 2013).

Aplikasi pembakaran *bed* terfluidisasi untuk reduksi langsung nikel laterit tentu tidak dapat secara langsung dilakukan. Hal ini dikarenakan titik lebur besi dan nikel yang berada di atas 1400°C. Menyiasati persoalan ini, Abdul dkk., (2018) melakukan modifikasi dengan mengalirkan *Liquid Petroleum Gas* (LPG) untuk meningkatkan temperatur secara signifikan. Capaian temperatur tercatat dapat melebihi 1400°C sehingga kinerja temperatur reactor diasumsikan mirip dengan *muffle furnace*.

2.10 Teknologi dan Penelitian Sebelumnya

Sejak populer dalam satu dekade terakhir, berbagai studi terkait dengan reduksi langsung nikel laterit limonitik telah banyak dilakukan. Fokus riset tidak hanya dititik beratkan pada variasi jenis aditif dan mekanismenya, tetapi juga variasi reduktor, kontrol temperatur, waktu reduksi bahkan analisis kinetika dan termodinamika dari proses reduksi yang dilakukan. Penelitian-penelitian yang diuraikan di bawah ini cenderung membahas jenis aditif sesuai dengan topik penelitian yang diangkat.

Li dkk., (2012) melakukan reduksi langsung bijih laterit dengan aditif Na₂SO₄. Proses *roasting* dilakukan pada suhu 1100°C selama 60 menit dengan massa aditif 20% berat yang diikuti dengan separasi magnetic basah. Produk paduan feronikel memiliki kadar nikel dan besi masing-masing 9,48% dan 79,3% dengan *recovery* 83,01% dan 56,36%. Selama proses reduksi laterit dengan keberadaan Na₂SO₄ di atas temperatur 800°C, reduksi besi tidak terhambat oleh terbentuknya fayalite atau forsterite dan mayoritas pelepasan besi berasal dari silikat. Peningkatan kadar nikel disimpulkan akibat pembentukan FeS sehingga menekan pembentukan logam besi.

Zhu dkk., (2012) mengerjakan riset reduksi selektif dan separasi magnetik pada laterit nikel berkadar rendah. Aditif kalsium sulfat (CaSO_4) yang digunakan berhasil mengkonsentrasi nikel dalam bentuk γ Fe-Ni. Reduksi dilakukan dengan penambahan 6% kalsium sulfat (CaSO_4) dan 5% batu bara pada temperatur 1100°C selama 1 jam membuat nikel terkonsentrasi menjadi 6% dengan *recovery* 92,1%. Simpulan lain yang dinyatakan adalah peningkatan konsentrasi mineral silikat dalam bijih limonitik selama proses reduksi langsung bertanggung jawab dalam peningkatan kadar nikel sebab hal tersebut menghalangi reduksi besi oksida.

Elliot dkk., (2015) mengembangkan model termodinamik untuk menganalisis reduksi karbotermik nikel laterit limonitik dengan aditif sulfur. Hasil menunjukkan bahwa kadar nikel menurun tetapi *recovery*-nya meningkat seiring dengan penambahan karbon dan sulfur. Konsentrat feronikel diperoleh melalui dua tahap yakni reduksi pada 600°C dan penumbuhan partikel pada suhu 1000°C diikuti dengan *Wet High Density Magnetic Separation* pada 2600 gauss. Dengan penambahan karbon sebanyak 6% dan sulfur 4%, dihasilkan produk reduksi dengan kadar nikel 4% dan *recovery* 93,2%.

Zhou dkk., (2016) membuktikan bahwa natrium klorida (NaCl) merupakan aditif efektif dalam reduksi nikel laterit dengan kadar magnesium tinggi. Reduksi *roasting* bijih laterit dengan kadar magnesium tinggi (31,49% Mg) dengan 10 wt% NaCl dan 8 wt% anthracite pada suhu 1200°C selama 20 menit menghasilkan kadar nikel sebesar 7,09% dan *recovery* hanya 67,09%. Penelitian ini juga menyimpulkan bahwa *recovery* nikel dan besi meningkat seiring dengan kenaikan temperatur *roasting* akibat interaksi oksida logam dalam bijih dengan ion klorin dari natrium klorida.

Wang dkk., (2018) mengembangkan metode untuk menghindari melekatnya briket pada dinding *reactory* selama proses reduksi langsung. SiO_2 digunakan untuk menyesuaikan laju peleburan briket. Berdasarkan perhitungan teoritik, disimpulkan bahwa titik lebur slag meningkat dengan penambahan SiO_2 . Validasi eksperimen membuktikan bahwa briket tetap berbentuk silinder seperti awalnya dan tidak lengket. Produk feronikel mengandung 8,33% Ni dan 84,71% Fe

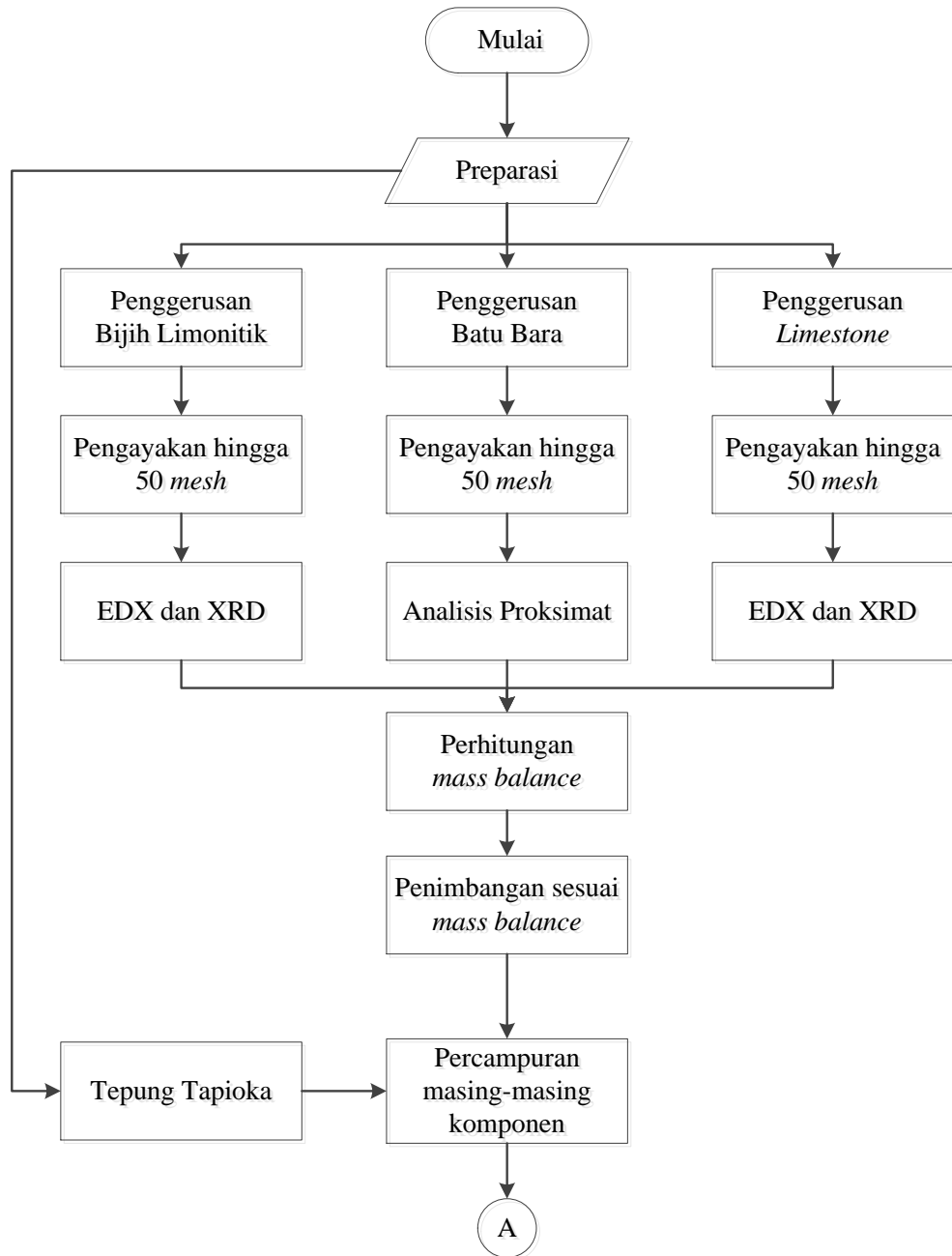
setelah melalui proses reduksi pada 1500°C selama 90 menit proporsi SiO₂ 75wt% dan perbandingan molar C/O sebesar 1. Setelah separasi magnetik, *recovery* nikel dan besi masing-masing 75,70% dan 77,97%.

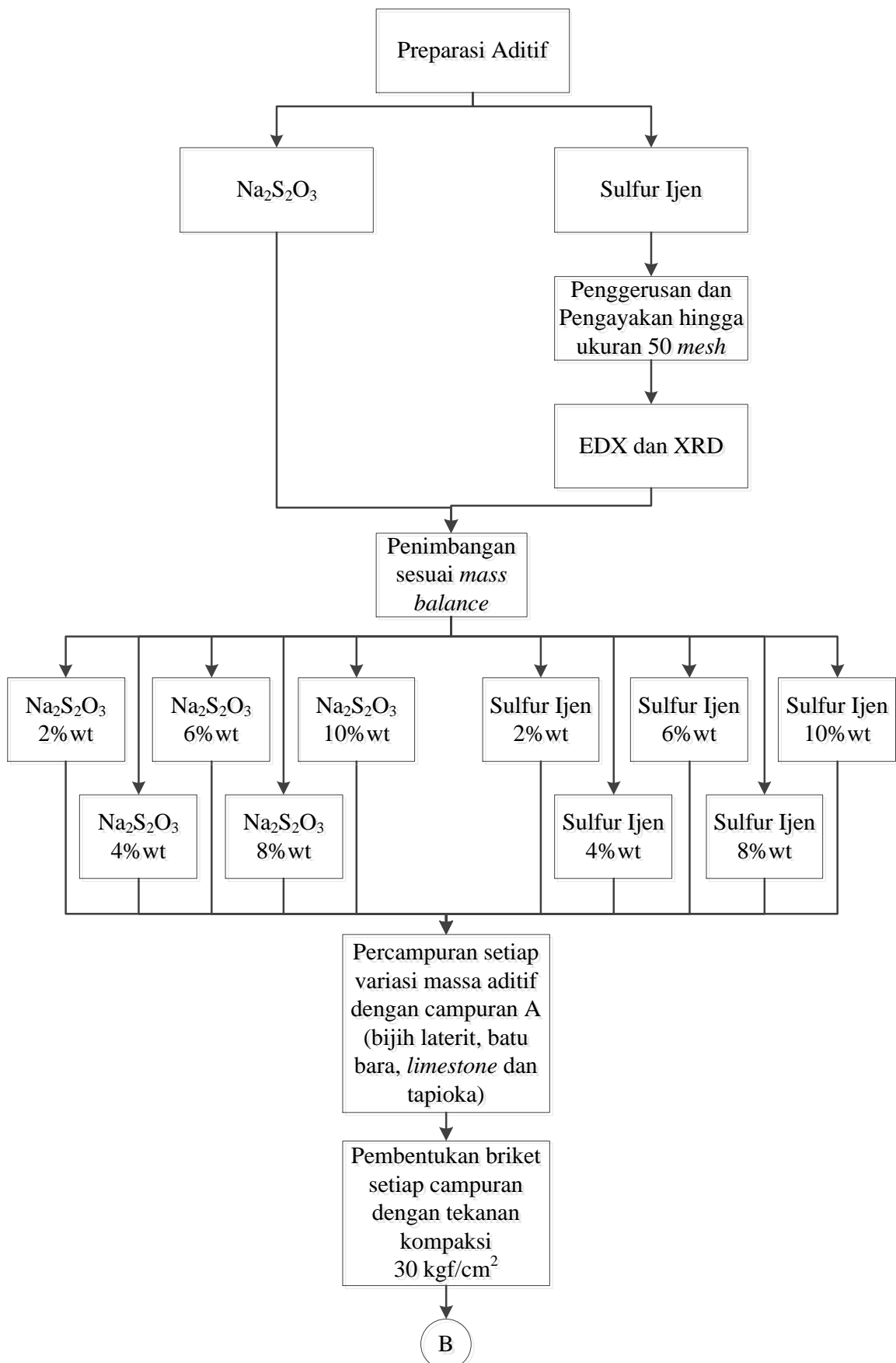
Abdul dkk., (2018) melakukan reduksi langsung nikel laterit limonitik dengan variasi temperatur 1200°C, 1300°C dan 1400°C dengan aditif *dolomite* yang terasosiasi dalam *bed* batubara. Temperatur optimum yang diperoleh suhu 1400°C dengan kadar nikel produk mencapai 4,68% dan *recovery* 86,75%, sedangkan kadar besi mencapai 67,68%. Persentasi *recovery* besi terbaik didapatkan pada temperatur 1200°C sebesar 89,41%. Morfologi produk feronikel terbaik didapatkan pada reduksi pada suhu 1400°C.

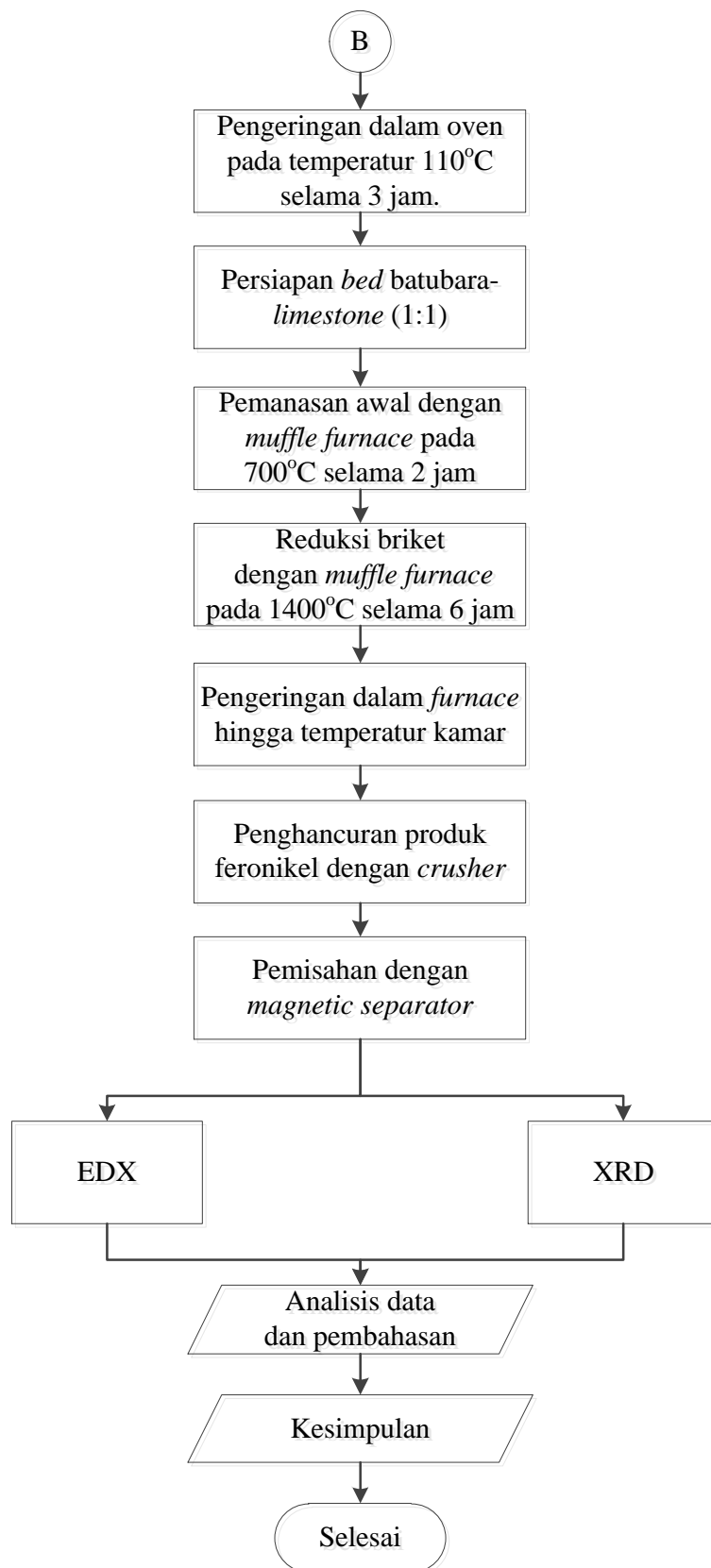
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 3
METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian







Gambar 2.1 Diagram alir penelitian

3.2 Bahan Penelitian

3.2.1 Bijih Nikel Laterit Limonitik

Bijih nikel yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bijih nikel laterit limonitik yang didapatkan dari daerah Konawe Utara, Sulawesi Tenggara. Bijih nikel dihancurkan terlebih dahulu kemudian diayak hingga berukuran 50 *mesh*. Bijih nikel laterit yang digunakan ditunjukkan sebagai berikut:



Gambar 3.2 Bijih nikel laterit (Dokumentasi pribadi)

3.2.2 Batu Bara

Batu bara yang digunakan sebagai bahan bakar dalam penelitian ini adalah batu bara *sub-bituminous* dari Binuang, Kalimantan Selatan. Batu bara juga dihancurkan terlebih dahulu kemudian diayak hingga ukuran 50 *mesh*. Batu bara yang akan digunakan ditunjukkan pada gambar dibawah ini:



Gambar 3.3 Batu bara *sub-bituminous* (Dokumentasi pribadi)

3.2.3 Limestone

Limestone digunakan sebagai fluks dalam penelitian ini. *Limestone* yang digunakan berasal dari Sulawesi Tenggara. *Limestone* terlebih dahulu dihancurkan hingga ukuran 50 mesh. *Limestone* yang digunakan ditunjukkan pada gambar dibawah ini



Gambar 3.4 *Limestone* (Dokumentasi pribadi)

3.2.4 Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat yang berupa kristal bening digunakan sebagai aditif untuk reduksi selektif. Dalam penelitian ini digunakan natrium tiosulfat pentahidrat sebagaimana ditunjukkan Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Natrium Tiosulfat Pentahidrat (Dokumentasi pribadi)

3.2.5 Sulfur Alam Kawah Ijen

Sulfur alam Kawah Ijen juga digunakan sebagai aditif dengan kandungan utama unsur sulfur. Sampel sulfur alam terlebih dahulu digerus kemudian diayak hingga ukuran 50 mesh. Sulfur alam ditunjukkan oleh gambar 3.6 berikut:



Gambar 3.6 Sulfur alam Kawah Ijen

3.2.6 Tepung Tapioka

Tepung tapioka digunakan sebagai binder untuk menyatukan seluruh komponen dalam pembuatan briket. Tepung tapioka ditunjukkan oleh gambar 3.7 berikut:



Gambar 3.7. Tepung Tapioka (Dokumentasi pribadi)

3.2.7 Akuades

Akuades digunakan untuk melarutkan tepung tapioca yang digunakan dalam pembuatan briket,

3.2.8 LPG

LPG pada penelitian ini digunakan sebagai bahan bakar pendukung dalam proses reduksi langsung bijih nikel laterit limonitik dalam *muffle furnace*. LPG ditunjukkan oleh Gambar 3.5 berikut.



Gambar 3.8. LPG (Dokumentasi pribadi)

3.3 Peralatan Penelitian

3.3.1 Timbangan Digital

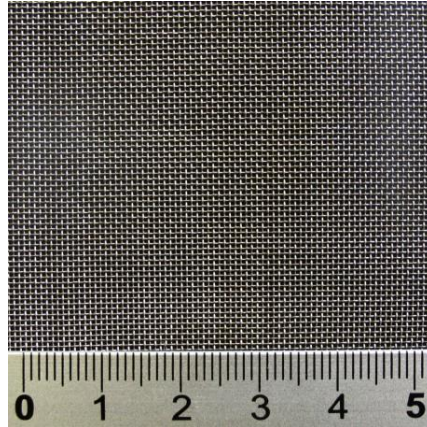
Timbangan digital digunakan dalam penelitian ini untuk menimbang bahan baku yang akan digunakan yakni bijih nikel laterit limonitik, batu bara, *limestone* dan aditif yang digunakan. Timbangan digital yang digunakan ditunjukkan pada gambar dibawah ini



Gambar 3.9 Timbangan digital (Dokumentasi pribadi)

3.3.2 Ayakan

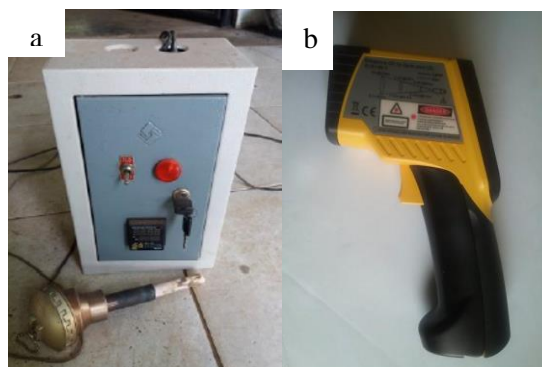
Ayakan digunakan dalam penelitian ini untuk mendapatkan ukuran butir dari bahan baku yang akan digunakan. Ayakan yang digunakan berukuran 50 *mesh* dan ditunjukkan pada gambar dibawah ini:



Gambar 3.10 Ayakan (Dokumentasi pribadi)

3.3.3. *Thermocouple* dan *Thermometer Infrared*

Thermocouple dan *Thermometer Infrared* adalah alat yang digunakan untuk sebagai pengukur temperatur saat proses *smelting* bijih nikel laterit limonit menjadi crude ferronickel sedang berlangsung. Gambar dari kedua alat tersebut ditampilkan dibawah ini:



Gambar 3.11 *Thermocouple* (a) *Thermometer Infrared* (b) (Dokumentasi pribadi)

3.3.4 Blower

Merupakan alat yang digunakan untuk menyuplai udara ke dalam Mini Blast Furnace. Blower yang digunakan ditunjukkan pada gambar dibawah ini:



Gambar 3.12 Blower (Dokumentasi pribadi)

3.3.5 Alat Kompaksi

Alat kompaksi digunakan untuk membentuk campuran semua komponen menjadi briket *pillow* yang digunakan dalam proses reduksi. Alat kompaksi ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 3.13 Alat Kompaksi (Dokumentasi pribadi)

3.3.6 Crucible

Crucible digunakan sebagai wadah penyimpanan briket bijih dalam proses reduksi. *Crucible* juga diisi dengan *bed* batu bara-*limestone*. Dimensi *crucible* berbahan platina ini *sebagai berikut*:

Diameter atas	: 13 cm
Diameter bawah	: 10 cm
Tinggi	: 17 cm
Tebal	: 2,5 cm



Gambar 3.14 *Crucible* (Dokumentasi pribadi)

3.3.7 Oven

Oven digunakan untuk mengeringkan briket yang telah dikompaksi agar terbebas dari *moisture content*. Oven ditunjukkan sebagai berikut:



Gambar 3.15 Oven (Dokumentasi pribadi)

3.3.8 Muffle Furnace

Muffle furnace digunakan untuk proses reduksi bijih limonitik dalam temperatur sangat tinggi menggunakan bahan bakar LPG. Dimensi *muffle furnace* sebagai berikut:

Diameter : 36 cm

Tinggi : 64 cm

Tebal : 7 cm



Gambar 3.16 *Muffle furnace* (Dokumentasi pribadi)

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Preparasi Material

Langkah – langkah yang dilakukan pada proses preparasi material yaitu:

1. Bijih nikel laterit limonitik, batu bara, sulfur alam Kawah Ijen dan *limestone* dihancurkan kemudian diayak hingga ukuran di bawah 50 *mesh*.
2. Dilakukan pengujian awal EDX dan XRD pada bijih nikel laterit limonitik , sulfur alam Kawah Ijen, dan *limestone*.
3. Dilakukan analisis proksimat pada batubara.

3.4.2 Pembuatan Briket

3.4.2.1 Pembuatan Briket dengan Aditif Natrium Tiosulfat

Bijih nikel laterit limonitik hasil ayakan dicampur dengan serbuk batu bara dengan komposisi sesuai perhitungan lalu ditambahkan aditif natrium tiosulfat dengan variasi 2 wt%, 4 wt%, 6 wt%, 8 wt% dan 10wt%.. Campuran kemudian disatukan dengan binder larutan tepung tapioka yang telah dicampurkan 100 mL air kemudian dididihkan lalu diaduk rata. Campuran kemudian dibentuk menjadi briket jenis *pillow* menggunakan alat kompaksi dnegan tekanan 30 kgf/cm². Briket yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam. Briket dibuat sebanyak 4 buah untuk sekali proses reduksi. Briket tanpa aditif juga dibuat sebagai kontrol untuk membandingkan hasil proses reduksi menggunakan aditif.

3.4.2.2 Pembuatan Briket dengan Aditif Sulfur Alam Kawah Ijen

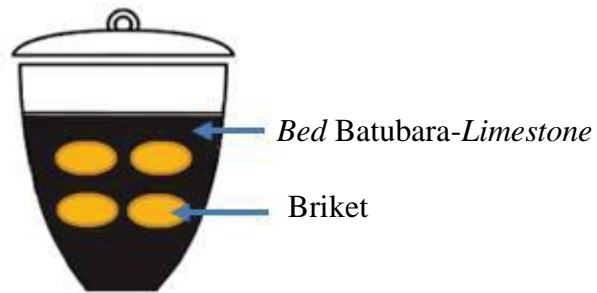
Bijih nikel laterit limonitik hasil ayakan dicampur dengan serbuk batu bara dengan komposisi sesuai perhitungan lalu ditambahkan sulfur alam Kawah Ijen dengan variasi 2 wt%, 4 wt%, 6 wt%, 8 wt% dan 10wt%. Campuran kemudian disatukan dengan binder larutan tepung tapioka yang telah dicampurkan 100 mL air kemudian dididihkan lalu diaduk rata. Campuran kemudian dibentuk menjadi briket jenis *pillow* menggunakan alat kompaksi dnegan tekanan 30 kgf/cm². Briket yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam. Briket dibuat sebanyak 4 buah untuk sekali proses reduksi.

3.4.3 Pembuatan Campuran *Bed* Batubara

Batu bara dan *limestone* yang telah diayak ditimbang sesuai keperluan *bed* dengan rasio 1 : 1. Kedua material kemudian dicampurkan secara merata dan dimasukkan kedalam *crucible*.

3.4.4 Reduksi Selektif Nikel Laterit Limonitik

Briket yang telah dikeringkan dimasukkan kedalam *crucible* yang bagian dasarnya telah dimasukkan campuran batubara-*limestone* sebagai lapisan *bed* bagian bawah. Briket ditutup kembali dengan batu bara-*limestone* untuk membentuk lapisan *bed* atas sehigga seperti keadaan terkubur seperti Gambar 3.17.



Gambar 3.17 Model briket di dalam *crucible*

Briket diberi pemanasan awal di dalam *muffle furnace* pada temperatur 700°C selama 2 jam dengan *heat rate* 10°C/menit agar terjadi proses dehidroksilasi. Pemanasan dilanjutkan hingga suhu 1400°C dengan *heat rate* 10°C/menit kemudian ditahan selama 6 jam. Briket yang telah direduksi didinginkan dalam dibiarkan mendingin di dalam *muffle furnace* hingga mencapai temperatur kamar kemudian dikeluarkan untuk dipreparasi sebelum diuji menggunakan SEM, EDX dan XRD.

3.4.5 Penentuan Persentase *Recovery* dan Selektifitas Aditif

Recovery dari logam besi dan nikel ditentukan menggunakan persamaan:

$$\text{Recovery logam} = \left(\frac{\text{Massa akhir logam reduksi}}{\text{Massa awal logam pada briket}} \right) \times 100\% \quad (3.1)$$

Sedangkan selektifitas aditif ditentukan melalui persamaan:

$$\text{Selektifitas} = \left(\frac{\text{Kadar Ni awal} \times \text{Kadar Fe akhir}}{\text{Kadar Fe awal} \times \text{Kadar Ni akhir}} \right) \times 100\% \quad (3.2)$$

3.5 Pengujian Sampel

3.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dimaksudkan untuk menganalisa secara kualitatif struktur kristal dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel baik sebelum maupun setelah proses reduksi. XRD juga dilakukan pada produk non-magnetik berupa *slag* untuk mengetahui senyawa yang terbentuk sehingga dapat diprediksi reaksi-reaksi yang terjadi selama proses reduksi. XRD PAN *Analytical X'Pert* dijalankan pada posisi 2θ pada rentang 10° hingga 90° dengan panjang gelombang Cu K α 1,54056 Å.



Gambar 3.18 X-Ray Diffraction PAN Analytical

3.5.2 Emission Dispersive X-ray (EDX)

Memanfaatkan serapan sinar-X spesifik dari setiap atom, EDX dapat digunakan untuk menentukan komposisi dari suatu senyawa uji baik secara kualitatif maupun kuantitatif. EDX dalam penelitian ini digunakan untuk mengetahui kandungan dan konsentrasi awal unsur-unsur pada tiap reaktan. Selain itu, EDX juga berperan dalam menentukan komposisi atom-atom penyusun dari produk hasil reduksi langsung sehingga dapat ditentukan kadar besi dan kadar nikel, *recovery*, serta selektifitas dari aditif yang digunakan.



Gambar 3.19 SEM-EDX

3.5.3 Analisis Proksimat

Kandungan arang seperti kadar *moisture*, *volatile matter*, *ash*, dan *fixed carbon* diketahui dengan pengujian analisis proximat. Standar pengujian yang dilakukan yaitu ASTM D 3172-02 (*Fixed Carbon*), ASTM D 3173-02 (*Moisture*), ASTM D 3174-02 (*Ash*), dan ASTM D 3175-02 (*Volatile matter*).

a. *Moisture*

Analisa kadar *moisture* dalam arang dilakukan dengan metode ASTM D 3173-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250 μm .

Bahan :

1. Udara kering
2. Pengering, seperti kalsium sulfat anhidrat (0,004 mg/L), silika gel, magnesium perklorat (0,0005 mg/L), dan asam sulfat (0,003 mg/L)

Alat :

1. Oven Pengering

Prosedur :

1. Sampel dikeringkan dalam pengering selama 15 menit hingga 30 menit dan ditimbang.
2. Sampel diambil seberat 1 g dan diletakkan dalam kapsul kemudian ditutup dan ditimbang.
3. Kapsul diletakkan dalam oven yang telah dipanaskan (104°C – 110°C). Oven ditutup dan dipanaskan selama 1 jam. Sampel dikeluarkan dari oven dan dinginkan dengan pengering. Kapsul ditimbang segera bila telah mencapai temperatur ruangan.
4. Dilakukang penghitungan

Perhitungan :

$$\text{Moisture (\%)} = \left(\frac{A - B}{A} \right) \times 100 \quad (3.3)$$

Dimana,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)

b. Volatile Matter

Analisa kadar *volatile matter* dalam arang dilakukan dengan standar ASTM D 3175-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250 μm .

Alat :

1. *Crucible* platina dengan tutup, untuk batu bara berkapasitas 10 – 20 mL, diameter 25 – 35 mm dan tinggi 30 – 35 mm.
2. *Vertical electric tube furnace*.

Prosedur :

1. Sampel seberat 1 g ditimbang lalu dimasukkan kedalam *crucible* platina, kemudian *crucible* ditutup dan dimasukkan dalam *furnace*, temperatur dijaga $950 \pm 20^\circ\text{C}$.
2. Setelah *volatile matter* lepas yang ditunjukkan dengan hilangnya api *luminous*, tutup *crucible* diperiksa untuk dipastikan tetap tertutup.
3. Setelah pemanasan tepat 7 menit, *crucible* dipindahkan keluar *furnace* dan didinginkan dan ditimbang.
4. Persentase *weight loss* dikurangi persentase *moisture* sama dengan *volatile matter*.

Perhitungan :

$$\text{Weight Loss (\%)} = \left(\frac{A - B}{A} \right) \times 100 \quad (3.4)$$

Dimana,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)

Kemudian persen volatile matter dihitung

$$\text{Volatile matter (\%)} = C - D \quad (3.5)$$

Dimana,

C = *Weight Loss* (%)

D = *Moisture* (%)

c. *Ash*

Analisa kadar *ash* dalam batu bara dilakukan dengan standar ASTM D 3174-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250 μm .

Alat :

1. *Electric muffle furnace*
2. Kapsul porselen atau *crucible* platina
3. Tutup *crucible*

Prosedur :

1. Satu gram sampel dimasukkan dalam kapsul dan ditimbang dan ditutup. Kapsul diletakkan dalam furnace dingin lalu dipanaskan dengan temperatur 450 – 500°C selama 1 jam.
2. Pemanasan sampel dilanjutkan hingga temperatur mencapai 700 – 750°C selama 1 jam kemudian ditahan hingga 2 jam.
3. Kapsul dipindahkan keluar dari *furnace*, didinginkan dan ditimbang.

Perhitungan :

$$\text{Ash (\%)} = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100 \quad (3.6)$$

Dimana,

A = berat kapsul, tutup, dan *ash* (gram)

B = berat kapsul kosong dan tutup (gram)

C = berat sampel yang digunakan (gram)

d. *Fixed Carbon*

Analisa kadar fixed carbon dalam batu bara dilakukan dengan standar ASTM D 3172-02 dengan perhitungan dari data kadar *moisture*, *ash*, dan volatile matter.

Perhitungan:

$$\text{Fixed Carbon (\%)} = 100 - (\text{moisture} + \text{ash} + \text{volatile matter}) \quad (3.5)$$

3.6 Neraca Massa Briket Nikel Laterit Limonitik

Perhitungan komposisi bahan dalam briket merupakan hal krusial yang menentukan keberhasilan proses reduksi selektif. Massa tiap komponen dalam briket dihitung untuk membuat neraca massa berdasarkan perbandingan mol dalam reaksi-reaksi yang terjadi. Semua bahan mulai dari bijih nikel laterit limonitik, batu bara, *limestone*, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sulfur alam Kawah Ijen dan tepung tapioka jga diperhitungkan massanya berdasarkan perilaku termal pada tempertur reduksi 1400°C .

Massa batu bara yang diperlukan dihitung berdasarkan kebutuhan gas karbonmonoksida (CO) sebagai reduktor Fe_2O_3 dan NiO menjadi logam Fe dan Ni dengan menggunakan reaksi *Boudouard* sebagai acuan. Energi untuk dekomposisi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur alam Kawah Ijen juga diperhitungkan. Berdasarkan penelitian Jiang dkk., (2013), penambahan aditif memperlihatkan hasil yang optimum pada konsentrasi 10% NaSO_4 , sehingga pada penelitian ini massa aditif natrium tiosulfat dan sulfur alam diperhitungkan agar jumlah mol sulfur yang bereaksi sama dengan penelitian tersebut. Khusus untuk tepung tapioka, massa disesuaikan agar dapat terbentuk binder kental yang cukup kuat untuk menyatukan seluruh komponen, dengan asumsi seluruh tepung tapioka terdekomposisi sempurna tanpa memberi efek pada proses reduksi.

Tabel 3.1. Target Reduksi Nikel Laterit Limonitik

Target	Keterangan	Nilai	Satuan
Reaksi Reduksi	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$	100	Persen (%)
	$\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO}$	100	Persen (%)
	$\text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$	100	Persen (%)
	$\text{NiO} \rightarrow \text{Ni}$	100	Persen (%)
Reaksi Pengikat	Tepung Tapioka	3	Persen (%)

Berdasarkan target proses aglomerasi briket diperlihatkan dalam Tabel 3.1 di atas, maka dilakukan perhitungan komposisi neraca massa dengan acuan bijih nikel laterit limonitik, sehingga diperoleh perbandingan komposisi komponen

untuk reduksi dengan aditif natrium tiosulfat pada Tabel 3.2 dan sulfur alam Kawah Ijen pada Tabel 3.3.

Tabel 3.2. Perbandingan Massa Komposisi Briket dengan Aditif Na₂S₂O₃

Variabel Massa Na ₂ S ₂ O ₃	Massa Na ₂ S ₂ O ₃ (gram)	Bijih Nikel (gram)	Batu Bara (gram)	<i>Limestone</i> (gram)	Tepung Tapioka (gram)	Massa Total (gram)
0%	-	100	44,00	53	5,910	202,910
2%	3,94	100	45,28	53	6,066	208,286
4%	7,88	100	46,65	53	6,226	213,759
6%	11,82	100	47,84	53	6,380	219,036
8%	15,76	100	49,85	53	6,558	225,169
10%	19,70	100	50,39	53	6,693	229,781

Tabel 3.3. Perbandingan Massa Komposisi Briket dengan Aditif Sulfur Ijen

Variabel Massa Sulfur Ijen	Massa Sulfur Ijen (gram)	Bijih Nikel (gram)	Batu Bara (gram)	<i>Limestone</i> (gram)	Tepung Tapioka (gram)	Massa Total (gram)
0%	-	100	44	53	5,9100	202,91
2%	3,94	100	44	53	6,0282	206,97
4%	7,88	100	44	53	6,1464	211,03
6%	11,82	100	44	53	6,2646	215,14
8%	15,76	100	44	53	6,3828	219,14
10%	19,70	100	44	53	6,5010	223,20

3.7 Rancangan Penelitian

Tabel 3.4. Rancangan Penelitian

Material	Pengujian Awal		
	XRD	EDX	Proksimat
Batu bara	-	-	√
Bijih Laterit	√	√	-
Sulfur Ijen	√	√	-
<i>Limesone</i>	√	√	-

Perbandingan Komposisi Komponen dengan Variasi Massa Aditif Na ₂ S ₂ O ₃		Pengujian	
Variasi Massa Na ₂ S ₂ O ₃	Rasio Komposisi (Bijih : Batu Bara : <i>Limestone</i> : Na ₂ S ₂ O ₃ : Tapioka)	XRD	EDX
0%	100 : 44 : 53 : 0 : 5,910	√	√
2%	100 : 45,28 : 53 : 3,94 : 6,066	√	√
4%	100 : 46,65 : 53 : 7,88 : 6,226	√	√
6%	100 : 47,84 : 53 : 11,82 : 6,380	√	√
8%	100 : 49,85 : 53 : 15,76 : 6,566	√	√
10%	100 : 50,39 : 53 : 15,76 : 6,693	√	√
Perbandingan Komposisi Komponen dengan Variasi Massa Aditif Sulfur Alam Kawah Ijen		Pengujian	
Variasi Massa Sulfur Ijen	Rasio Komposisi (Bijih : Batu Bara : <i>Limestone</i> : Sulfur Ijen : Tapioka)	XRD	EDX
2%	100 : 44 : 53 : 3,94 : 6,0282	√	√
4%	100 : 44 : 53 : 7,88 : 6,1464	√	√
6%	100 : 44 : 53 : 11,82 : 6,2646	√	√
8%	100 : 44 : 53 : 15,76 : 6,5580	√	√
10%	100 : 44 : 53 : 19,7 : 6,5010	√	√

Tabel 3.5. Jadwal Penelitian

No	Kegiatan	Agu				Sep				Okt				Nov				Des			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1.	Preparasi alat dan bahan																				
2.	Pengujian awal bahan																				
3.	Pembriketan dan proses reduksi																				
4.	Pengujian produk hasil reduksi																				
5.	Analisis data dan pembahasan																				

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Bahan Baku

Bahan baku utama yang digunakan dalam proses reduksi selektif terdiri dari empat yakni bijih nikel laterit limonitik, batu bara, *limestone* dan aditif (sulfur Ijen dan natrium tiosulfat). Analisis mineralogi dan komposisi setiap material diperlukan sebagai acuan sekaligus pembanding dengan produk yang nantinya terbentuk. Informasi awal tersebut bermanfaat dalam pendekatan untuk menganalisis mekanisme reduksi selektif yang terjadi.

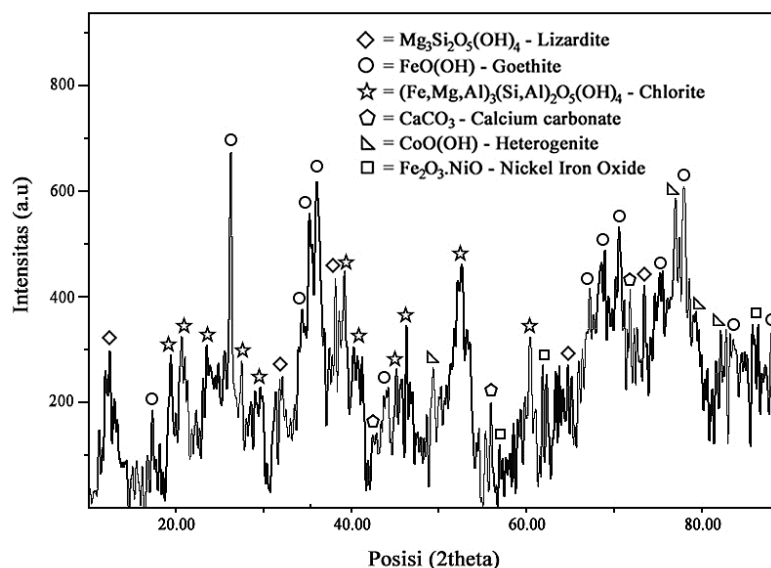
4.1.1 Bijih Nikel Laterit Limonitik

Bijih nikel laterit limonitik merupakan sumber logam nikel yang akan ditingkatkan kadarnya. Tabel 4.1 menunjukkan hasil EDX komposisi utama elemen yang terdapat didalam bijih, sedangkan Gambar 4.1 menampilkan difraktogram analisis mineralogi menggunakan XRD.

Tabel 4.1. Hasil EDX Bijih Nikel Laterit Limonitik

Unsur	Ni	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Co	O
% Wt	1,59	42,01	17,98	5,91	2,36	2,5	0,09	26,89

Kadar Fe dan Ni dalam bijih laterit limonitik masing-masing 42,01% dan 1,59%, yang mengindikasikan kadar besi dalam level menengah. Tabulasi juga mencatat bahwa kadar Mg dan Si dalam bijih relatif tinggi sehingga berpotensi mempersulit *recovery* Fe dan Ni (Wang dkk., 2017). Sementara itu, hasil analisis XRD menunjukkan bahwa mineral dominan yang terinkorporasi didalam bijih adalah *goethite* (FeO(OH)). Senyawa lain yang juga terdeteksi antara lain *lizardite* [Mg₃Si₂O₅(OH)₄], *chlorite* [(Fe,MgAl)₃(Si,Al)₂O₅(OH)₄] dan *Nickel Iron Oxide* (Fe₂O₃.NiO).



Gambar 4.1. Difraktogram bijih nikel laterit limonitik

4.1.2 Batu Bara

Batu bara berfungsi ganda sebagai reduktor langsung bijih nikel laterit sekaligus sebagai agen penyedia reduktor tambahan karbonmonoksida, yang merupakan produk reaksi antara karbon dari batu bara dengan gas karbondioksida. Analisis proksimat batu bara diperlukan untuk mengetahui karakteristik batu bara, utamanya kadar karbon yang digunakan sebagai acuan dalam perhitungan kebutuhan batu bara dalam proses reduksi langsung. Karakteristik fisiko-kimia batu bara dan nilai kalor diuji berdasarkan standar ASTM D3173-02 dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil *Proximate Analysis* Batu Bara

Parameter	Hasil	Unit	Standar Pengujian
Kelembapan Total (<i>Moisture</i>)	1,8	% ar	ASTM D3302-02
Kadar Abu (<i>Ash</i>)	4,75	% ar	ASTM D3174-02
Kadar Karbon Tetap (<i>Fixed Carbon</i>)	42,35	% adb	ASTM D3175-02
Kadar Zat yang Mudah Menguap (<i>Volatile Matter</i>)	52,86	% adb	ASTM D3172-02
Nilai Kalori	7204	Cal/gr, adb	ASTM D5865-03

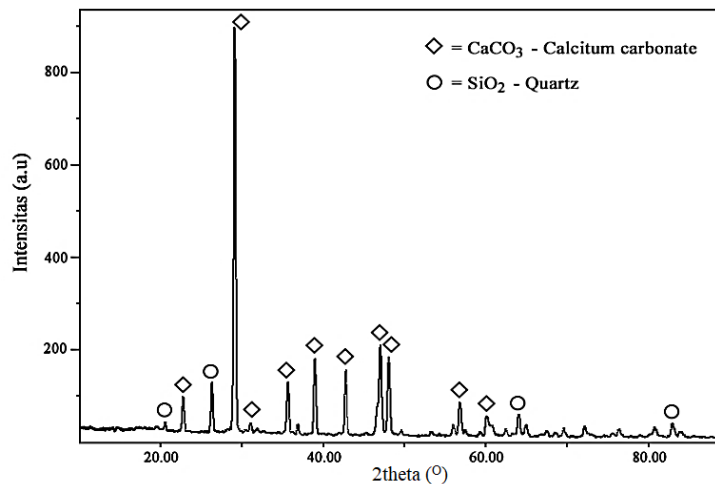
4.1.3 Limestone

Limestone berfungsi untuk mensuplai karbondioksida untuk kemudian direduksi menjadi karbonmonoksida sebagai reduktor tambahan. CO₂ tersebut dihasilkan dari dekomposisi pada temperatur di atas 700 °C sesuai Persamaan (2.1). Hasil pengujian EDX *limestone* pada Tabel 4.3 mengkonfirmasi keberadaan atom-atom penyusun kalsium karbonat. Terdeteksinya unsur Si juga mengindikasikan keberadaan SiO₂ dalam fluks.

Tabel 4.3 Hasil Pengujian EDX *Limestone*

Unsur	Ca	O	Mg	Si	K	C
% wt	40-45	32 - 35	<1	5-8	<1	8-12

Analisis XRD dilakukan untuk memastikan senyawa yang terkandung dalam fluks. Hasil menunjukkan bahwa fluks dominan mengandung fase kalsium karbonat dengan sedikit pengotor silika. Fluks dengan kemurnian tinggi akan dengan maksimal menjadi penyedia karbondioksida yang akan terkonversi menjadi karbonmonoksida ketika bereaksi dengan karbon sehingga memperbesar potensi keberhasilan proses reduksi langsung.



Gambar 4.2. Difraktogram fluks kalsium karbonat

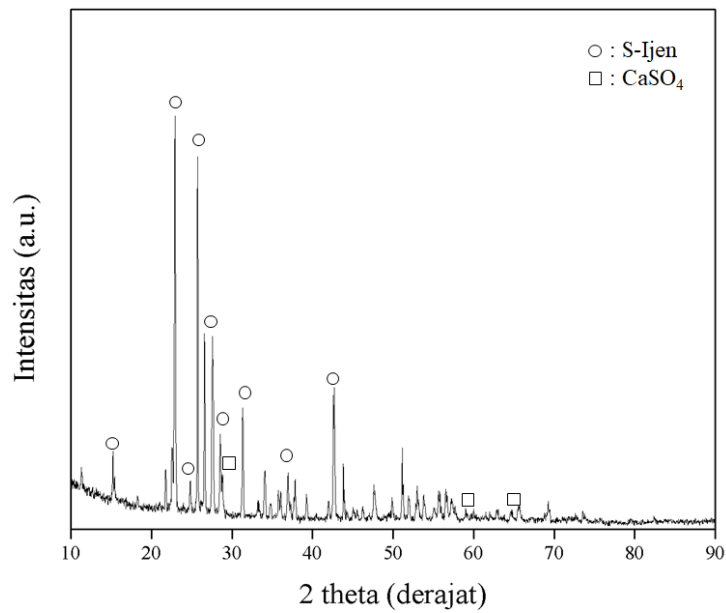
4.1.4 Aditif

Aditif berfungsi sebagai agen untuk meningkatkan laju pembentukan logam nikel dengan cara menghambat reduksi oksida besi menjadi logam Fe sehingga kadar pada produk meningkat. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada peneltiain ini berada dalam status *chemical grade* sehingga analisis komposisi tidak lagi diperlukan, sementara sulfur Ijen sebagai mineral alam dikarakterisasi dengan EDX dan XRD.

Tabel 4.4 Hasil Pengujian EDX sulfur Ijen

Unsur	S	Ca	O
% wt	96,34	1,32	2,34

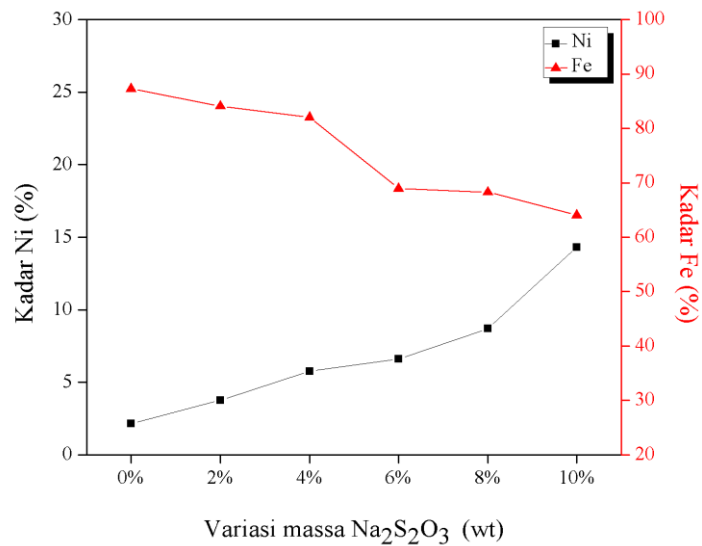
Hasil analisis komposisi sulfur Ijen ditunjukkan oleh Tabel 4.5 sementara senyawa yang terkandung dalam mineral ini ditampilkan pada difraktogram pada Gambar 4.4. Komponen utama penyusun mineral sulfur Ijen tidak lain adalah sulfur yang mencapai 96,34%, sedangkan sisanya adalah unsur kalsium dan oksigen, masing masing sebesar 1,32% dan 2,34%. Penentuan fase dengan XRD juga menegaskan hasil tersebut dengan dominannya unsur sulfur dan terdapatnya senyawa kalsium sulfat (CaSO_4). CaSO_4 juga telah dilaporkan oleh beberapa peneliti dapat memberikan efek baik terhadap selektifitas reduksi nikel sehingga kombinasi dua mineral dalam aditif ini diharapkan dapat memberi kontribusi positif untuk produk reduksi yang optimal.



Gambar 4.3. Difraktogram aditif sulfur Ijen

4.2 Efek Variasi Aditif terhadap Kadar Ni dan Fe Produk Reduksi

4.2.1 Aditif Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



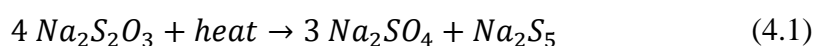
Gambar 4.4. Efek variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terhadap kadar Ni dan Fe

Reduksi langsung dilakukan dengan variasi konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk menentukan pengaruh dosis aditif terhadap peningkatan kadar Ni dan Fe pada produk yang terbentuk. Gambar 4.4 secara eksplisit menunjukkan bahwa kadar Ni

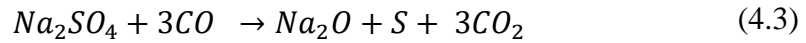
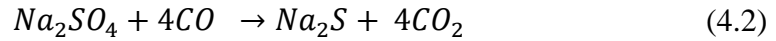
meningkat bertahap seiring dengan peningkatan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mulai 2%wt hingga 10%wt dengan interval 2%. Kadar tertinggi tercapai pada konsentrasi 10%wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan kadar Ni mencapai 14,31%, yang berarti peningkatannya mencapai 12,72% dari kadar awal sebesar 1,59%. Berbeda dengan Ni, kadar Fe mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya kuantitas aditif pada proses reduksi. Kadar Fe terendah tercapai setelah proses reduksi langsung dengan penggunaan aditif 10%wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dimana kadar Fe sebesar 64,07%, lebih rendah 23,2% dari proses reduksi tanpa aditif, tetapi masih tetap menunjukkan kenaikan 22,06% dibanding kadar awal Fe pada bijih sebesar 42,01%.

Hasil di atas sekilas menunjukkan proses reduksi langsung menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ efektif mendorong agregasi dan pertumbuhan partikel feronikel. Terkonsentrasinya logam Ni dan Fe secara umum diinisiasi oleh proses dehidroksilasi mineral utama penyusun bijih laterit, *goethite*, pada suhu 250°C – 350°C sehingga melepaskan oksida besi berupa hematit (Fe_2O_3) dan oksida nikel (NiO) yang sebelumnya terinkorporasi dalam mineralogi rumit *goethite*. Oksida-oksida tersebut kemudian tereduksi secara simultan akibat adanya atmosfer reduktif karbonmonoksida (CO) yang merupakan produk dari reaksi *Boudouard* pada temperatur lebih dari 900°C . Fe_2O_3 akan bereaksi dengan karbonmonoksida (CO) membentuk magnetit (Fe_3O_4), lalu magnetit tereduksi kembali oleh CO menjadi wustit (FeO), hingga akhirnya wustit mengalami reaksi reduksi menjadi Fe. Dilain pihak, NiO terkonversi menjadi Ni akibat reduksi oleh gas CO. Reaksi dari proses-proses tersebut disajikan pada Persamaan (2.5) hingga (2.8) untuk membentuk produk feronikel (FeNi) dalam bentuk *solid solution* (Li, dkk., 2012).

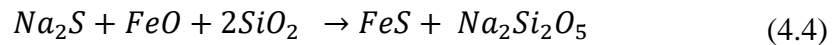
Dalam proses pembentukan feronikel, aditif mengambil peran untuk mengontrol laju pertumbuhan Ni menjadi lebih tinggi sembari menekan pertumbuhan logam Fe. Khusus $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, senyawa ini berkontribusi melalui pembentukan natrium sulfat (Na_2SO_4) dan natrium polisulfida (Na_2S_5) sebagai produk dekomposisinya sebagaimana ditunjukkan persamaan berikut (Barbera dkk., 2012):



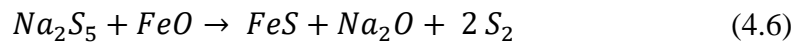
Na₂SO₄ dapat terdekomposisi membentuk oksida dan sulfida natrium serta unsur sulfur menurut reaksi berikut:



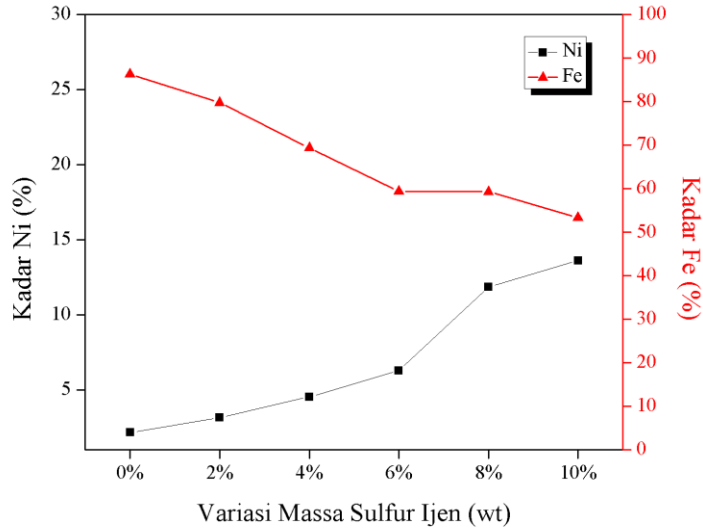
Na₂S berperan menghambat reaksi reduksi FeO menjadi Fe melalui mekanisme pembentukan FeS (*troilite*) dan natrium silikat (Na₂Si₂O₅) sebagaimana Persamaan (4.4). Selain itu, penghambatan produksi logam Fe juga didukung oleh terbentuknya unsur sulfur sehingga memperbanyak produksi FeS melalui reaksi seperti Persamaan (4.5). FeS merupakan senyawa non-magnetik yang berasosiasi dengan *slag* sehingga tidak dapat tertarik saat pemisahan melalui metode separasi magnetik. Hal inilah yang membuat kadar besi dalam total produk reduksi menjadi menurun, yang berefek pada peningkatan kadar nikel dalam produk.



Sementara itu, Na₂S₅ dapat bereaksi dengan *wustit* menghasilkan produk FeS, Na₂O dan S sebagaimana Persamaan 4.6. Gas sulfur yang dilepaskan berpotensi bereaksi dengan besi untuk menghambat prosesnya menjadi logam. Peran Na₂S₅ divalidasi dengan fakta bahwa kadar nikel yang diperoleh dengan menggunakan aditif Na₂S₂O₃ lebih tinggi dibandingkan kadar nikel tertinggi yang pernah dilaporkan menggunakan metode reduksi selektif Na₂SO₄ sebesar 9,87% (Jiang dkk., 2013), meskipun mekanisme reaksi kedua aditif serupa. Semakin banyak aditif Na₂S₂O₃ yang digunakan, maka kuantitas produk dekomposisi yang terlibat dalam membentuk FeS juga menjadi tinggi, yang berujung pada meningkatnya kadar nikel pada produk reduksi.



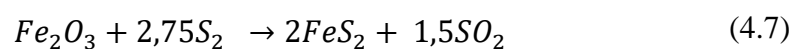
4.2.2 Aditif Sulfur Kawah Ijen



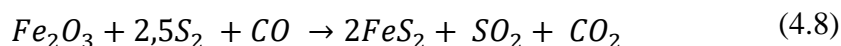
Gambar 4.5. Efek variasi massa aditif Sulfur Ijen terhadap kadar Ni dan Fe

Penggunaan aditif sulfur Ijen juga memberikan tren positif pada kenaikan kadar nikel pada produk reduksi, meskipun tidak signifikan dengan menggunakan natrium tiosulfat. Dengan penggunaan 2%, 4%, 6%, 8% dan 10% aditif, terjadi kenaikan kadar nikel menjadi 3,15%; 4,53%; 6,27%; 11,86%; 13,62%, yang berarti telah terjadi peningkatan kadar masing-masing sebesar 1,56; 2,94%; 4,12%; 9,71% dan 11,47% dari kadar awal sebesar 2,15%. Tren peningkatan kadar Ni melalui penambahan massa aditif sulfur Ijen juga terlihat sebab selektifitas reduksi nikel menjadi optimal dengan bertambahnya mol sulfur yang terlibat dalam reaksi. Di lain pihak, kadar Fe justru mengalami penurunan. Kadar terendah tercapai dengan penggunaan 10% sulfur Ijen sebesar 53,39%.

Saat proses reduksi berlangsung, sejumlah fraksi elemen sulfur Ijen yang berada didalam briket akan menguap dalam bentuk gas sulfur, sementara sebagian gas sulfur akan bereaksi dengan hematit membentuk *pyrite* (FeS_2) sesuai reaksi berikut (Rodrigues dkk., 2017):

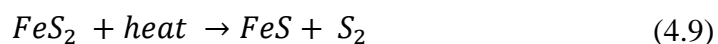


dalam atmosfer reduktif, sejumlah mol FeS₂ juga akan terbentuk melalui mekanisme:



Kondisi tersebut membuat proses metalisasi besi terhambat karena hematit sebagai mineral awal untuk direduksi menjadi Fe terkonversi menjadi FeS₂. Hal inilah yang membuat kadar Fe menurun ketika kuantitas aditif sulfur Ijen bertambah, sekaligus mendorong kadar Ni meningkat.

Penurunan intensitas reaksi pembentukan Fe tidak hanya terhambat diawal saat sulfur bereaksi dengan hematit, tetapi juga dapat diinisiasi oleh dekomposisi senyawa *pyrite* pada temperatur tinggi berdasarkan reaksi berikut (Rodrigues dkk., 2017):

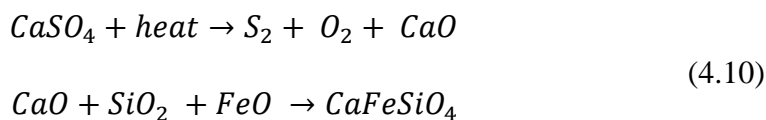


Produksi gas sulfur memungkinkan terjadinya reaksi sulfur tersebut dengan logam Fe yang sudah tereduksi dari FeO untuk membentuk membentuk senyawa FeS sesuai persamaan (4.5). Meskipun berupa gas, sejumlah tertentu sulfur berpotensi bereaksi dengan Fe yang sudah terbentuk karena gas tersebut terjebak dalam struktur briket yang padat (Zhu dkk., 2012).

Kenaikan kadar Ni sebagai akibat penggunaan aditif sulfur pada penelitian ini sesuai dengan penelitian Elliot dkk., (2015) dan paten Diaz dkk., (1993). Diaz dkk., (1993) menjelaskan bahwa penambahan sulfur pada rentang 2-4% dapat mendukung pembentukan feronikel melalui fase likuid Fe-S-O. Fase likuid tersebut dapat memfasilitasi proses aglomerasi partikel feronikel. Selain itu, penggunaan aditif elemen sulfur dapat memperbesar partikel feronikel yang terbentuk sehingga mempermudah proses separasi magnetik (Li dkk., 2012 dan Zhu dkk., 2012).

Keuntungan lain penggunaan sulfur Ijen adalah kandungan kalsium sulfat (CaSO₄) yang terdeteksi pada analisis EDX dan terkonfirmasi melalui XRD. Senyawa tersebut juga merupakan aditif yang dapat meningkatkan kadar nikel. CaSO₄ dapat mempromosikan pembentukan *fayalite* (Fe₂SiO₄) sehingga kadar Fe menurun. Kalkulasi termodinamik juga menunjukkan bahwa CaSO₄ lebih berpotensi untuk terdekomposisi menjadi gas sulfur (S₂), oksigen (O₂) dan kalsium

oksida (CaO) dibanding sulfur dioksida (SO₂) dan CaO. Hasil dekomposisi CaO dapat bereaksi dengan SiO₂ dan FeO membentuk *kirschsteinite* (CaFeSiO₄) sebagai berikut (Zhu dkk., 2012):



CaFeSiO₄ dapat mengakselerasi pembentukan *fayalite* sehingga laju (reaksi) pembentukan besi dapat diperlambat. Terlihat pula bahwa CaO hasil dekomposisi bereaksi dengan FeO yang seharusnya akan tereduksi menjadi Fe. Proses-proses inilah yang meningkatkan kadar Ni karena Fe banyak terpencair ke terak non-magnetik.

4.3 Pengaruh Jenis Aditif terhadap *Recovery* Ni dan Fe pada Produk Reduksi

4.3.1 Aditif Natrium Tiosulfat (Na₂S₂O₃)

Recovery merupakan aspek krusial untuk diperhitungkan dalam pengolahan bijih nikel menjadi produk baik untuk bijih berkadar rendah maupun tinggi. Variabel tersebut merepresentasikan efektifitas perolehan logam dari bijihnya setelah melalui perlakuan termal dalam proses reduksi. Nilai *recovery* logam diperoleh dengan membandingkan kuantitas logam setelah reduksi dengan kondisi awalnya sebagai bahan mentah. Perhitungan *recovery* pada studi ini didasarkan pada massa dan kadar produk berbentuk logam dan serbuk logam yang tertarik magnet saat separasi magnetik, sebagaimana tertabulasi pada Tabel 4.5, sedangkan grafik *recovery* ditunjukkan oleh Gambar 4.6.

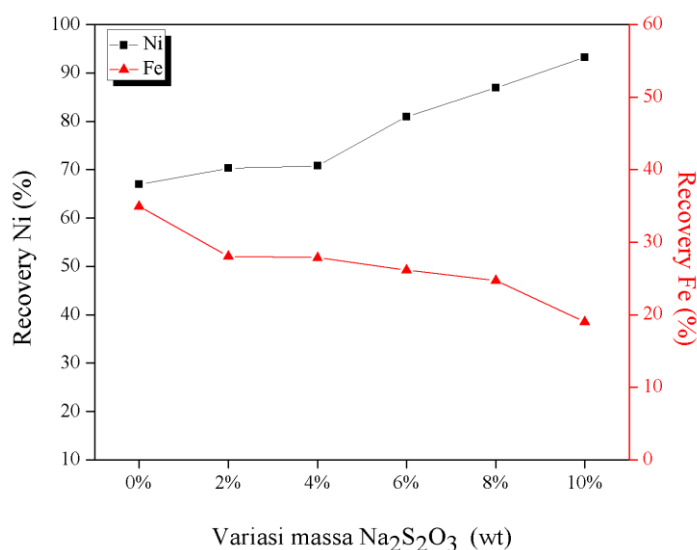
Tabel 4.5 Variabel-variabel penentuan *recovery* Ni dan Fe₂O₃ aditif Na₂S₂O₃

Sampel	W _o (gr)		W _t (gr)		W _t Serbuk (gr)		Kadar Logam (%)		Kadar Serbuk (%)		W _t (gr)	
	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe
0% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	1,34	1,34	26,42	26,42	2,15	86,27	3,92	51,21	1,06	14,68
2% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	1,52	1,52	21,65	21,65	3,77	84,09	4,90	48,58	1,12	11,79
4% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	1,14	1,14	22,36	22,36	5,77	82,02	4,74	48,21	1,13	11,71
6% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	4,03	4,03	20,18	20,18	6,60	68,96	5,06	47,76	1,29	10,98
8% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	4,93	4,93	19,54	19,54	8,70	68,28	4,88	42,42	1,38	10,38
10% Na ₂ S ₂ O ₃	1,59	42,01	6,05	6,05	13,76	13,76	14,31	64,06	4,58	29,91	2,48	7,99

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa *recovery* Ni mengalami peningkatan dengan bertambahnya aditif yang dilibatkan dalam reduksi. *Recovery* nikel menggunakan Na₂S₂O₃ 2% hingga 10% berturut-turut meningkat menjadi 70,32%; 70,79%; 80,95%; 86,95% dan 93,22%. Jika dibandingkan dengan proses reduksi tanpa menggunakan aditif, kenaikan tertinggi diperoleh sebesar 26,27% sebab *recovery* tanpa aditif hanya sebesar 66,95%. Sebaliknya, *recovery* unsur Fe justru mengalami penurunan. *Recovery* variabel kontrol sebesar 34,96% menurun bertahap menjadi 28,08%; 27,88%; 26,14%; 24,71% dan 19,02% akibat penggunaan aditif Na₂S₂O₃ yang meningkat mulai dari 2%, 4%, 6%, 8% dan 10%.

Hasil-hasil di atas menunjukkan korelasi dengan perolehan kadar Ni dan Fe sebelumnya. Hubungan yang tergambar tidak lain adalah semakin meningkatnya kadar Ni akan menurunkan *recovery* Fe dan menurunnya kadar Fe akan menaikkan *recovery* Ni. Fakta tersebut juga sesuai dengan postulat yang dikemukakan Jiang dkk., (2013) dalam publikasinya bahwa tren tingginya kadar Ni produk dibayangi dengan rendahnya *recovery* logam Fe, dan sebaliknya. Alasan yang melatarbelakangi fakta ini tidak lain karena usaha meningkatkan kadar Ni dilakukan dengan menekan metalisasi Fe dengan cara mengupayakan pembentukan senyawa FeS sebanyak-banyaknya melalui penambahan aditif. Kadar Ni menjadi

lebih tinggi sebab senyawa sulfida besi yang sudah terbentuk terbuang bersama terak dalam jumlah yang tidak sedikit. Menurunnya kadar Fe dalam produk inilah yang menyebabkan kadar Ni dalam produk khususnya logam mengalami peningkatan.



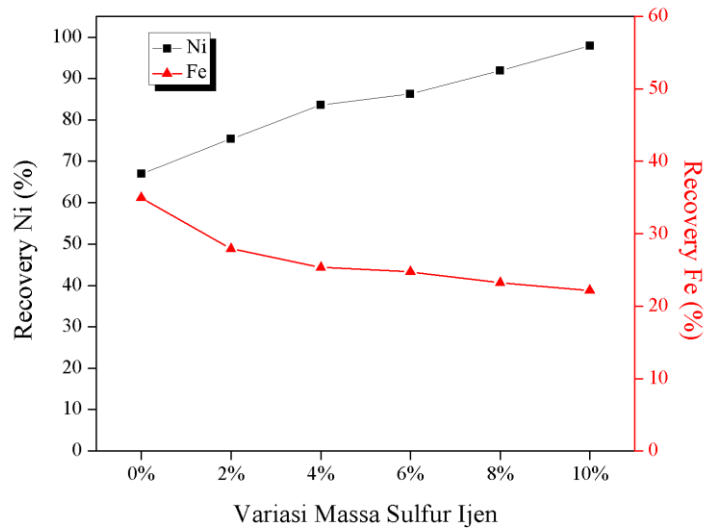
Gambar 4.6. Efek variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terhadap *recovery* Ni dan Fe

Nilai progresif yang ditampilkan oleh *recovery* sekaligus kadar Ni merepresentasikan proses reduksi selektif bijih nikel laterit menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ berlangsung efektif. *Recovery* menjanjikan Ni bahkan mencapai 93,22% dilatarbelakangi oleh optimalnya peran produk dekomposisi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yakni Na_2SO_4 dan Na_2S_5 dalam mendukung selektifitas reduksi logam Ni dengan mekanisme yang telah dijelaskan pada sub-bab sebelumnya. Selain itu, meningkatnya *recovery* Ni juga dapat dipicu oleh meningkatnya kuantitas CO dalam proses reduksi (Pickles dkk., 2015). Penambahan bertingkat batubara dan *flux* CaCO_3 membuat atmosfer proses semakin reduktif sehingga hampir seluruh oksida nikel tereduksi menjadi Ni.

Dalam hal Fe, sulfidasi logam Fe membentuk FeS diyakini menjadi penyebab utama degradasi *recovery*. Masifnya pembentukan senyawa besi sulfida tidak terlepas dari kinerja aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang mensuplai senyawa dan unsur Na_2S_5 , Na_2S , Na_2O dan S sehingga konversi besi menjadi logam terhambat. Selain itu,

kandungan SiO_2 pada bijih juga mempromosikan pembentukan *fayalite* (Fe_2SiO_4), sehingga Fe banyak terbuang bersama terak non-magnetik.

4.3.2 Aditif Sulfur Ijen



Gambar 4.7. Efek variasi massa aditif sulfur Ijen terhadap *recovery* Ni dan Fe

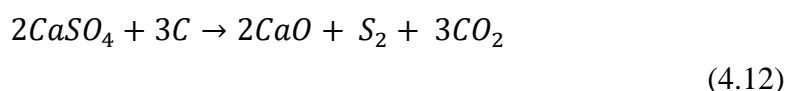
Tren identik juga diperlihatkan oleh *recovery* Ni dan Fe melalui penggunaan sulfur Ijen sebagai aditif. Kenaikan *recovery* Ni juga diikuti oleh turunnya *recovery* Fe. Penggunaan aditif 2%, 4%, 6%, 8% dan 10% sulfur Ijen, menghasilkan *recovery* Ni masing-masing 75,45%; 83,61%; 86,35%; 91,99% dan 97,91%, sedangkan *recovery* besi terhitung 27,94%; 25,37%; 24,73%; 23,25% dan 22,18%. Hasil-hasil tersebut didasarkan pada perhitungan dengan data-data pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Variabel-variabel penentuan *recovery* Ni dan Fe_{aditif} sulfur Ijen

Sampel	Wo (gr)		Wt (gr)		Wt Serbuk (gr)		Kadar Logam (%)		Kadar Serbuk (%)		Wt (gr)	
	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe	Ni	Fe
0% S-Ijen	1,59	42,01	1,34	1,34	26,42	26,42	2,15	86,27	3,92	51,21	1,06	14,68
2% S-Ijen	1,59	42,01	1,52	1,52	21,65	21,65	3,15	79,78	5,32	48,62	1,2	11,73
4% S-Ijen	1,59	42,01	1,14	1,14	23,36	23,36	4,53	69,41	5,47	42,23	1,33	10,65
6% S-Ijen	1,59	42,01	1,53	1,53	21,39	21,39	6,27	59,40	5,97	44,33	1,37	10,39
8% S-Ijen	1,59	42,01	4,67	4,67	18,03	18,03	11,86	59,35	5,04	38,80	1,46	9,77
10% S-Ijen	1,59	42,01	5,36	4,67	18,79	18,79	13,62	53,39	4,4	34,35	1,56	9,32

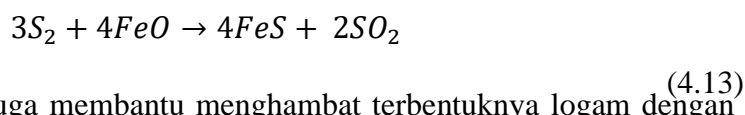
Peningkatan *recovery* nikel akibat penambahan dosis aditif berkaitan erat dengan semakin banyaknya batu bara dan flux penyedia CO₂ yang digunakan. Kondisi tersebut mendukung generasi gas CO yang semakin banyak sehingga oksida NiO dapat tereduksi optimal menjadi Ni. Secara normal, atmosfer reduktif juga akan mereduksi oksida Fe dengan optimal sehingga *recovery* Fe pun dapat membaik. Akan tetapi, kandungan dominan sulfur pada sulfur Ijen berperan penting dalam menghambat proses tersebut. Sulfur padat yang mengalami pemanasan akan terkonversi menjadi gas S₂ untuk kemudian bereaksi dengan Fe yang sudah tereduksi menjadi FeS seperti Persamaan (4.5), sehingga metalisasi logam Fe menurun.

Selain itu, sejumlah fraksi CaSO₄ juga mengambil peran dalam penurunan *recovery* Fe. Analisis termodinamik yang dipaparkan Zhu dkk., (2019) dalam publikasinya menunjukkan Ca₂SO₄ dapat bereaksi dengan CO sesuai reaksi berikut:



Meskipun sejumlah gas sulfur dapat terlepas ke udara, namun potensi terperangkapnya sulfur dalam mineral *goethite* cukup besar, karena perubahan struktur *goethite* akibat reaksi dehidroksilasi (Zhu dkk., 2019). Sulfur cenderung

terkonsentrasi pada permukaan partikel logam dan memungkinkan penurunan tegangan permukaan dari partikel logam sehingga untuk untuk mendorong pertumbuhannya (Valix dan Cheung, 2002). Gas sulfur yang terbentuk dapat bereaksi dengan FeO menjadi FeS menurut persamaan berikut:



Terlihat bahwa CaSO₄ juga membantu menghambat terbentuknya logam dengan memperbanyak produk FeS₂ sehingga *recovery* Fe menurun drastis.

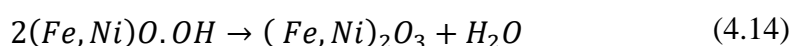
4.4 Pengaruh Jenis Aditif terhadap Transformasi Fasa Bijih Laterit pada Produk Reduksi

4.4.1 Aditif Natrium Tiosulfat (Na₂S₂O₃)

4.4.1.1 Produk Non-Logam (Terak)

Gambar 4.9 menunjukkan pengaruh jenis dan dosis Na₂S₂O₃ terhadap perubahan fasa pada bijih laterit khususnya pada produk serbuk non-magnetik atau terak (*slag*). Puncak-puncak difraksi reduksi menggunakan aditif menunjukkan pola yang mirip dengan perbedaan minor, dan masing-masing menunjukkan adanya fase *quartz*, *fayalite*, *troilite*, *olivine*, *gehlenite* dan *sodium magnesium iron sulphate*. Nampak pada reduksi tanpa menggunakan aditif tidak terdapat fase NaMgFe(SO₄)₃, sebab tidak terlibatnya unsur natrium dalam proses reduksi.

Jika ditelisik lebih mendalam, tahap awal dari transformasi senyawa-senyawa dalam bijih laterit adalah dehidroksilasi mineral *goethite* dan *lizardite* (Pintowantoro dan Abdul, 2019).

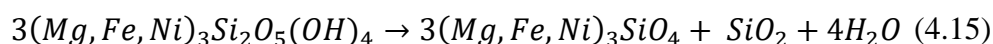


Reaksi dehidroksilasi mengakibatkan kompleksitas mineralogi senyawa utama penyusun bijih laterit menjadi sedikit lebih sederhana. Proses dehidroksilasi berlangsung pada temperatur 300°C-700°C untuk menginisiasi proses terlepasnya Fe dan Ni dari mineral *goethite* dan *lizardite* sehingga potensi untuk mengekstrak Fe dan Ni lebih besar. Tidak hanya itu, keberhasilan dehidroksilasi juga mendasari terbentuknya beragam fase pada produk reduksi maupun terak.

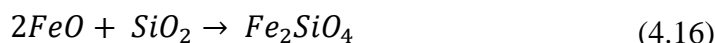
Tabel 4.7 Identifikasi fasa produk reduksi non-magnetik_aditif Na₂S₂O₃

Fasa	Rumus Senyawa	PDF Number
<i>Quartz</i>	SiO ₂	00-085-1780
<i>Fayalite</i>	Fe ₂ SiO ₄	00-002-0784
<i>Troilite</i>	FeS	00-001-1247
<i>Olivine</i>	MgFeSiO ₄	00-083-0648
<i>Gehlenite</i>	Ca ₂ Al(AlSiO ₇)	00-077-1146
<i>Sodium magnesium iron sulphate</i>	NaMgFe(SO ₄) ₃	00-082-2357

Fasa *quartz* yang menunjukkan puncak dominan tidak hanya berasal dari bijih laterit itu sendiri, melainkan juga terproduksi saat dehidrasi senyawa *lizardite* yang terkandung dalam bijih sesuai persamaan 4.15 (Rao dkk., 2017).



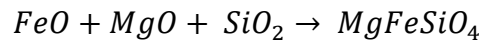
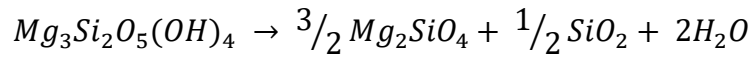
Keberadaan SiO₂ dalam terak dalam proses ekstraksi nikel telah menjadi hal yang lumrah dan hampir terjadi pada seluruh reduksi nikel laterit. Selain itu, fase *fayalite* (Fe₂SiO₄) juga teridentifikasi memberikan beberapa puncak pada semua variabel massa Na₂S₂O₃. *Fayalite* terbentuk dari reaksi antara *wustite* (FeO) dan SiO₂ sebagai mana reaksi berikut (El-Geassy, 2017):



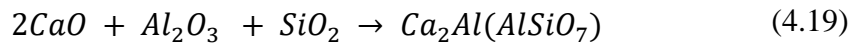
Berdasarkan gambar 4.8, penambahan kuantitas aditif mengakibatkan puncak-puncak *fayalite* semakin intensif terutama pada variabel 6%, 8% dan 10%. Hal ini mengkonfirmasi penyebab rendahnya kadar dan *recovery* Fe, karena FeO yang seharusnya tereduksi menjadi Fe malah terkonversi menjadi *fayalite*. Hasilnya, logam Fe tidak terbentuk dan terbuang menjadi terak.

Keberadaan *troilite* (FeS) juga terdeteksi pada seluruh produk non-magnetik dengan menggunakan aditif Na₂S₂O₃. Hasil tersebut membuktikan bahwa proses reduksi selektif yang meningkatkan kadar Ni melalui sulfidasi logam Fe seperti mekanisme yang dijelaskan pada sub-sub bab sebelumnya telah terjadi. Senyawa lain yang juga terlihat pada difraktogram tidak lain adalah *olivine* (MgFeSiO₄). *Olivine* yang terbentuk pada produk hasil reaksi bukanlah *olivine* dengan rumus senyawa (Mg,Fe,Ni)₂SiO₄ yang menerangkan bahwa tidak ada nikel yang terjebak

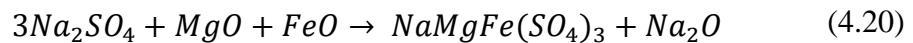
dalam struktur *olivine* dan sehingga menjadi fakta pendukung tingginya kadar dan *recovery* Ni pada produk. Tahapan pembentukan *olivine* dimulai dari dehidroksilasi fasa *lizardite* ($Mg_3Si_2O_5(OH)_4$) (Persamaan 4.17) dan rekristalisasi mineral silikat yang terkandung dalam bijih nikel laterit limonitik (Li dkk., 2011). Unsur Fe yang mempunyai yang memiliki bilangan oksidasi +2 dihipotesiskan menggantikan beberapa atom Mg (2+) yang ada dalam kisi produk dehidrasi magnesium silikat sehingga terbentuklah *olivine*. Mekanisme lain memungkinkan terbentuknya *olivine* adalah reaksi antara oksida besi, magnesium dan silika sehingga puncak-puncaknya terlihat cukup intens timbul pada hasil analisis.

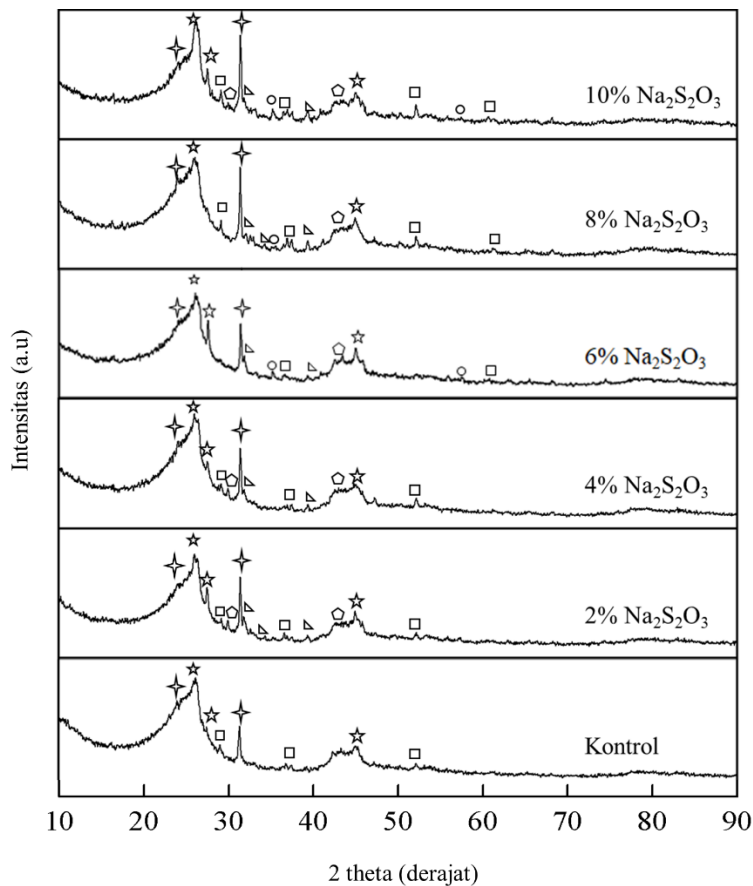


Senyawa lain yang terdapat adalah *gehlenite* ($Ca_2Al(AlSiO_7)$). Senyawa (4.17) merupakan hasil reaksi dari CaO hasil dekomposisi dari fluks $CaCO_3$ oksida aluminium dan silika menurut reaksi berikut: (4.18)



Terdapatnya senyawa tersebut mengindikasikan peran sentral fluks dalam mengikat pengotor dan membuangnya bersama terak. Fasa terakhir yang ditemukan pada seluruh produk non-magnetik reduksi selektif menggunakan aditif adalah $NaMgFe(SO_4)_3$. Senyawa ini disinyalir berasal dari interaksi antara natrium sulfat dan oksida Fe dan Mg. Uniknya, unsur Ni tidak terinkorporasi dalam senyawa tersebut sehingga menyokong fakta tingginya kadar dan *recovery* Ni dan rendahnya kadar dan *recovery* Fe.





Gambar 4.8. Perbandingan komposisi mineral terak hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. \star : *Quartz* (SiO_2); \square : *Fayalite* (Fe_2SiO_4); \pentagon : *Troilite* (FeS); \circ : $\text{NaMgFe}(\text{SO}_4)_3$; \triangle : *Olivine* (MgFeSiO_4); \dagger : *Gehlenite* ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{AlSiO}_7)$)

4.4.1.2 Produk Logam

Hasil dari transformasi fasa bijih laterit pada produk logam menggunakan variasi aditif natrium tiosulfat ditunjukkan pada Gambar 4.9. Proses reduksi tanpa melibatkan aditif (kontrol) menunjukkan bahwa fasa yang dominan adalah *taenite* ($\alpha\text{-FeNi}$) dengan sedikit *wustite* (FeO). Sementara itu, dengan menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, terdapat puncak spesifik feronikel dalam bentuk *kamacite* ($\gamma\text{-FeNi}$) disemua variasi konsentrasi. Spesifik pada variasi 2% dan 10%, terdeteksi pula senyawa *troilite* (FeS) yang disinyalir akibat terbentuknya eutektik Fe-FeS pada temperatur lebih dari 985°C akibat terlibatnya Na_2SO_4 hasil dekomposisi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Fe akan terpresipitasi pada butir Fe yang telah ada sebelumnya selama proses

solidifikasi, lalu diikuti dengan presipitasi FeS sesuai dengan mekanisme transformasi eutektoid (Rao dkk., 2016).

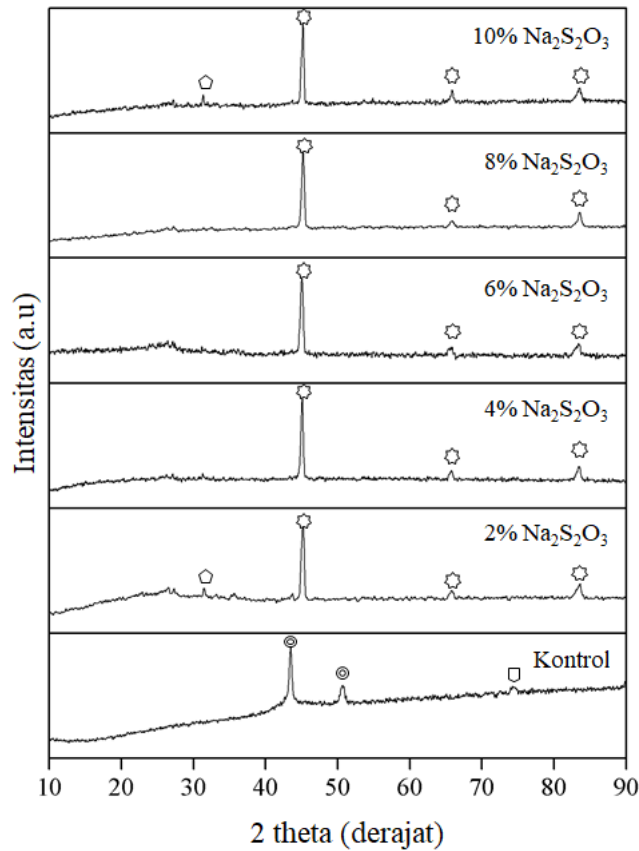
Terbentuknya feronikel dalam bentuk *taenite* dan *kamacite* pada sampel kontrol mengkonfirmasi keberhasilan reduksi oksida besi dan nikel menjadi logam oleh reduktor karbonmonoksida hasil reaksi *Boudouard*. Ni dan Fe metalik kemudian bergabung membentuk *solid solution* dan secara bertahap mengalami pertumbuhan hingga membentuk partikel logam yang lebih besar. Reduksi oksida Fe menggunakan karbonmonoksida mengikuti jalur $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$, sedangkan oksida Ni sesuai dengan $\text{NiO} \rightarrow \text{Ni}$.

Pola difraksi produk logam dengan menggunakan variasi aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terlihat tidak jauh berbeda yang mengindikasikan bahwa perbedaan kuantitas aditif dalam proses reduksi tidak terlalu berpengaruh pada pembentukan senyawa produk logam. Penggunaan temperatur yang sama ditengarai menjadi penyebab identiknya puncak-puncak ini karena transformasi fasa dalam proses reduksi dalam setiap kenaikan temperatur tidak dapat diamati. Temperatur reduksi sebesar 1400°C digunakan karena pada temperatur ini telah optimal menghasilkan produk reduksi langsung yang baik sebagaimana beberapa penelitian terdahulu (Pintowantoro, 2019).

Wustite yang puncaknya terdapat pada variabel kontrol mengindikasikan masih adanya senyawa oksida besi yang belum tereduksi menjadi logam Fe. Hal ini pula diyakini bertanggung jawab pada rendahnya kadar Fe dan Ni pada saat reduksi tanpa menggunakan aditif.

Tabel 4.8 Identifikasi fasa produk reduksi logam_aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Fasa	Rumus Senyawa	PDF Number
<i>Kamacite</i>	$\gamma\text{-FeNi}$	00-034-1433
<i>Taenite</i>	$\alpha\text{-FeNi}$	00-001-0643
<i>Troilite</i>	FeS	00-001-1247
<i>Wustite</i>	FeO	00-001-0985



Gambar 4.9. Perbandingan komposisi senyawa logam hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif Na₂S₂O₃. ● : Kamacite (γ -FeNi); ⊖ : Troilite (α -FeNi); □ : Wustite (FeO) dan ○ : Troilite (FeS)

4.4.2 Aditif Sulfur Ijen

4.4.2.1 Produk Non-Logam (Terak)

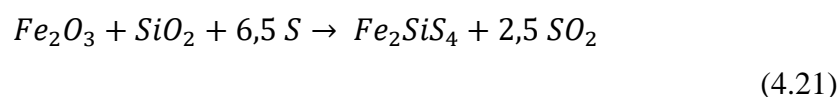
Penggunaan aditif sulfur Ijen dalam proses reduksi juga mengakibatkan perubahan struktur senyawa pada bijih laterit. Khusus untuk terak non-magnetik, fasa-fasa yang timbul tidak jauh berbeda dengan fasa yang timbul saat menggunakan aditif Na₂S₂O₃. Sebagaimana ditampilkan pada Gambar 4.10, difraktogram menunjukkan terdeteksinya fasa *quartz*, *fayalite*, *troilite*, *olivine*, *gehlenite* dan *iron silicon sulfide*. Perbedaan paling mencolok dengan produk Na₂S₂O₃ adalah tidak terdapatnya *sodium magnesium iron sulphate*, karena tidak ada unsur natrium yang terlibat dalam proses reduksi. Perbedaan lainnya yaitu adanya fasa Fe₂SiS₄ yang terbentuk.

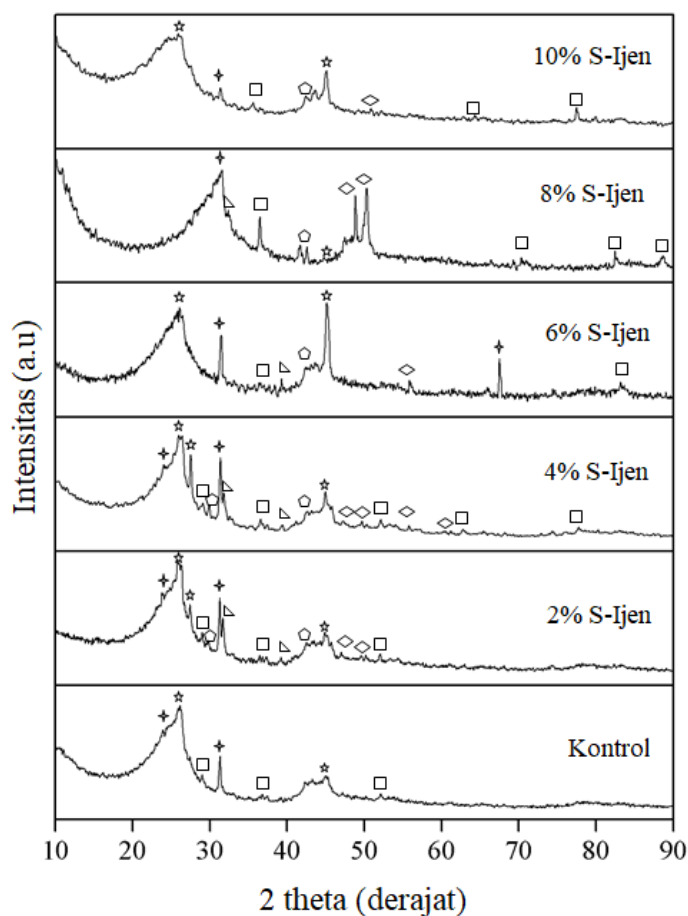
Tabel 4.9 Identifikasi fasa produk reduksi non-magnetik_aditif sulfur Ijen

Fasa	Rumus Senyawa	PDF Number
<i>Quartz</i>	SiO ₂	00-085-1780
<i>Fayalite</i>	Fe ₂ SiO ₄	00-002-0784
<i>Troilite</i>	FeS	00-001-1247
<i>Olivine</i>	MgFeSiO ₄	00-083-0648
<i>Gehlenite</i>	Ca ₂ Al(AlSiO ₇)	00-077-1146
<i>Iron Silicon Sulfide</i>	Fe ₂ SiS ₄	00-030-0665

Senyawa-senyawa yang terbentuk pada produk non-magneetik hasil proses reduksi menggunakan sulfur Ijen tidak jauh berbeda dengan aditif Na₂S₂O₃. Kondisi inilah yang membuat mekanisme transformasi fasa bijih laterit sesuai dengan reaksi-raksi yang ditampilkan saat menggunakan Na₂S₂O₃.

Satu-satunya senyawa yang membedakan komposisi keduanya adalah Fe₂SiS₄. Fasa Fe₂SiS₄ dihipotesiskan terbentuk akibat *hematite* dengan *quartz* dan sejumlah sulfur dari aditif. Interaksi tersebut dtunjukkan pada Persamaan (4.21) Puncak-puncak dari senyawa tersebut terlihat semakin banyak terlihat ketika jumlah aditif meningkat. Pembentukan senyawa ini juga mengkonfirmasi penyebab menurunnya *recovery* Fe dengan meningkatnya jumlah mol S yang terlibat.



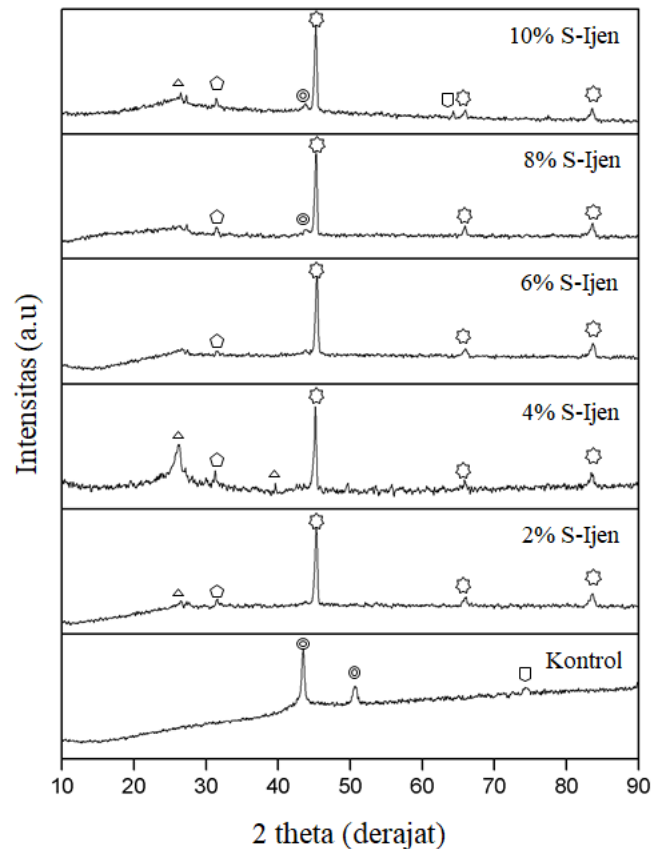


Gambar 4.10. Perbandingan komposisi mineral terak hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif sulfur Ijen, ★ : *Quartz* (SiO₂); □ : *Fayalite* (Fe₂SiO₄); ⬠ : *Troilite* (FeS); ◇ : Fe₂SiS₄; ▽ : *Olivine* (MgFeSiO₄); † *Gehlenite* (Ca₂Al(AlSiO₇))

4.4.2.2 Produk Logam

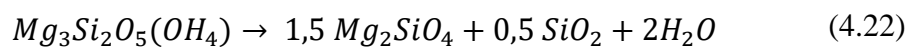
Difraktogram pada Gambar 4.11 menunjukkan terdapatnya fasa *taenite* dan *wustite* pada variabel kontrol, dan dengan penggunaan aditif sulfur Ijen terdeteksi sejumlah fasa berupa *kamacite*, *taenite*, *wustite*, *troilite* dan *forsterite*. Hasil ini juga menunjukkan bahwa pembentukan logam Fe,Ni sebagai produk benefisi telah berhasil dilakukan. Feronikel yang terbentuk pada reduksi tanpa aditif berupa fasa *taenite* sedangkan dengan terlibatnya aditif, feronikel berada dalam bentuk *kamacite*, meskipun terdapat sedikit *taenite* pada konsentrasi sulfur Ijen 8% dan 10%. Dengan bertambahnya mol sulfur yang digunakan dalam proses reaksi, maka perlahan-lahan puncak *taenite* pada variabel kontrol bertransformasi menjadi *kamacite*. Hal ini disebabkan oleh semakin tingginya kadar Fe dalam produk

reduksi. *Kamacite* sendiri merupakan feronikel dengan kadar Fe lebih tinggi dibanding *taenite* (Fe kadar rendah) (Zhou dkk., 2017). Terdapatnya perpaduan *kamacite* dan *taenite* pada konsentrasi 8% dan 10% mengkonfirmasi tingginya kadar Ni pada produk yang dihasilkan.



Gambar 4.11. Perbandingan komposisi senyawa logam hasil reduksi tanpa aditif dan dengan variasi massa aditif S-Ijen. . : *Kamacite* (γ -FeNi); : *Taenite* (α -FeNi); ii : *Wustite* (FeO) dan : *Troilite* (FeS); : *Forsterite* ((Mg,Fe) $_2$ SiO $_4$)

Pada produk logam hasil reduksi, khususnya pada penggunaan aditif sulfur Ijen 2%, 4% dan 10%, terlihat ada fasa *forsterite*. *Forsterite* sendiri terbentuk akibat dehidroksilasi mineral *lizardite* yang diikuti oleh rekristalisasi mineral silikat sesuai persamaan berikut:



Selain itu, terdapat pula oksida Fe yang belum tereduksi dalam bentuk *wustite* yang mengindikasikan proses reduksi tidak terjadi secara menyeluruh. Perbedaan yang

paling mencolok lainnya adalah terdapatnya senyawa FeS pada semua produk logam yang menggunakan aditif sulfur Ijen. Hal ini disebabkan oleh banyaknya atom sulfur yang terlibat sepanjang reduksi berlangsung sehingga reaksinya dengan logam Fe tidak bisa dihindarkan. Keberadaan S pada produk logam akan menurunkan kualitas feronikel tersebut dan akan menurunkan nilai ekonominya.

Tabel 4.10 Identifikasi fasa produk reduksi logam aditif sulfur Ijen

Fasa	Rumus Senyawa	PDF Number
<i>Kamacite</i>	γ -FeNi	00-034-1433
<i>Taenite</i>	α -FeNi	00-001-0643
<i>Troilite</i>	FeS	00-001-1247
<i>Wustite</i>	FeO	00-001-0985
<i>Forsterite</i>	(Mg,Fe) ₂ SiO ₄	00-024-0667

4.5 Perbandingan Performa Aditif Natrium Tiosulfat dan Sulfur Ijen serta Potensi Aplikasinya dalam Skala Industri

Aditif yang telah populer dilaporkan oleh banyak peneliti sebagai senyawa yang efektif meningkatkan kadar nikel adalah Na₂SO₄. Sebagai perluasan khazanah penggunaan aditif, penelitian ini menggunakan dua jenis aditif berbeda yakni natrium tiosulfat dan sulfur Ijen. Penggunaan Na₂S₂O₃ didasari oleh kemampuan senyawa ini untuk terdekomposisi menjadi Na₂SO₄ dan Na₂S₅, sehingga lebih berpotensi mengkonsentrasi Ni dengan baik. Selain itu, dilansir dari situs www.sigmaaldrich.com, perbedaan harga antara kedua aditif tersebut tidak jauh berbeda. Meskipun Na₂S₂O₃ sedikit lebih mahal, jika performa aditif Na₂S₂O₃ lebih menjanjikan, maka senyawa ini tetap potensial digunakan dalam skala besar. Sementara itu, penggunaan sulfur Ijen yang tidak lain merupakan sulfur alam dilandasi oleh harganya yang sangat murah dengan persediaan yang melimpah. Hal ini memungkinkan rendahnya biaya produksi jika telah memasuki skala industri.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa penggunaan 10% aditif Na₂S₂O₃ menghasilkan produk reduksi dengan kadar Ni dan Fe sebesar 14,31% dan 64,07% sedangkan *recovery*-nya masing-masing 93,22% dan 19,02%. Sementara itu, penggunaan sulfur Ijen juga optimum pada konsentrasi 10% dengan kadar Ni dan Fe masing-masing 13,62% dan 53,69% dan *recovery* masing-masing 97,91% dan

22,17%. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sedikit lebih progresif dalam hal kadar dibanding sulfur Ijen. Fakta ini disebabkan oleh banyaknya agen-agen selektifitas hasil dekomposisi seperti Na_2O , Na_2S , Na_2S_5 dan S yang diproduksi oleh aditif. Senyawa-senyawa dan unsur tersebut berkontribusi meningkatkan kadar Ni pada produk melalui reaksi dengan oksida dan logam Fe membentuk besi sulfida sebagaimana mekanisme-mekanisme reaksi pada sub-bab 4.2. Hasil ini juga sejalan dengan laporan Jiang dkk., (2013) yang menyimpulkan bahwa senyawa-senyawa hasil dekomposisi Na_2SO_4 dapat dengan efektif meningkatkan kadar Ni melalui sulfidasi Fe. Dilain pihak, kadar logam khususnya Ni dengan penggunaan sulfur Ijen hanya terpaut 0,69% dari $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Dalam meningkatkan kadar Ni, aditif hanya mengandalkan unsur S dan sedikit keterlibatan CaSO_4 yang dalam prosesnya memicu generasi FeS_2 dan CaO . Senyawa-senyawa tersebut juga mendorong pembentukan FeS untuk meningkatkan kadar Ni dalam produk. Dilain pihak, *recovery* logam Fe, Ni dengan menggunakan aditif sulfur Ijen sedikit lebih baik dibanding $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Selain didukung oleh adanya fluks CaCO_3 yang memberikan suplai reduktor tambahan untuk menciptakan atmosfer reduktif, peran sentral sulfur diyakini menjadi latar belakang tingginya kadar dan *recovery* Ni. Atom-atom sulfur efektif melakukan sulfidasi Fe sehingga Ni yang terbentuk semakin banyak dan semakin sedikit yang terbuang. Hasil serupa juga didapatkan Elliot dkk., (2015) dan Rodrigues dkk., (2017) yang menyatakan bahwa unsur S efektif meningkatkan *recovery* Ni. Selain itu, fakta rendahnya *recovery* Fe karena banyak terbuang pada terak tidak hanya menjadi efek negatif begitu saja. Kandungan Fe tersebut dapat dimaksimalkan dengan melakukan serangkaian proses ekstraksi kembali sehingga seluruh potensi yang ada pada bijih dapat dioptimalkan dan bernilai ekonomis tinggi.

Produk hasil reduksi menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen juga lebih menjanjikan dari segi kadar Fe dan Ni dibandingkan hasil-hasil penelitian terdahulu sebagaimana tercantum dalam Tabel 4.9. Kedua aditif baru tersebut berpotensi diaplikasikan pada benefisi bijih laterit limonitik skala makro sesuai dengan produk yang diinginkan. Jika produk tujuan adalah *stainless steel*, maka hasil-hasil di atas memenuhi kriteria sebab *stainless steel* memiliki kadar Ni pada rentang 8-10% dan Fe lebih dari 50%, sehingga meminimalisir usaha membuat *stainless steel*.

Ditambah lagi, sumber energi yang digunakan berupa batubara *sub-bituminous* yang cenderung memiliki harga lebih rendah sehingga dapat menekan biaya produksi. Produk akhir lain yang potensial dan sedang banyak dikembangkan ialah produksi nikel sulfat sebagai bahan baku baterai *Nickel Manganese Cobalt* (NMC). Tren proses reduksi langsung yang menunjukkan peningkatan kadar Ni dapat dengan signifikan menurunkan kadar Fe selaras dengan konsep untuk membuat nikel sulfat. Setelah proses benefisi, produk dapat diproses secara hidrometalurgi dengan teknik *leaching* menggunakan asam sulfat. Rendahnya kadar Fe dan tingginya kadar Ni dapat mengoptimalkan oksidasi seluruh logam Fe dan proses terkonsentrasinya Ni.

Karena performa yang ditunjukkan oleh kedua aditif tidak jauh berbeda, maka aditif sulfur Ijen menjadi solusi alternatif yang paling mungkin digunakan karena harganya yang relatif sangat murah dibanding $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Ketersediaan dan keberlanjutan sulfur Ijen tentu menjadi pertimbangan utama sebab industri pengolahan mineral membutuhkan bahan baku yang tidak sedikit. Produksi sulfur Ijen hingga saat ini dilakukan oleh penambang rakyat dengan mengandalkan sublimasi uap sulfur dari danau asam sulfat di Kawah Ijen. Produksi harian dapat mencapai 14 ton, tetapi BPPTK, Pusat Vulkanologi dan Mitigasi Bencana Geologi mengestimasi bahwa hasil tersebut hanya sekitar 20% dari potensi yang bisa didapatkan (ESDM, 2012). Berangkat dari fakta tersebut, produksi harian sesungguhnya dapat dioptimalkan minimal menjadi 70 ton/hari. Jika disesuaikan dengan variabel penelitian ini, maka kapasitas ketersediaan harian sulfur Ijen dapat digunakan untuk mengolah lebih dari 350 ton bijih/hari. Dalam hal *sustainability*, sulfur Ijen akan terus tersedia selagi aktifitas vulkanik Gunung Ijen masih terus berlanjut. Aktifitas terus menerus danau kawah secara alamiah akan tetap mendorong terbentuknya gas sulfur yang kemudian dapat tersublimasi menjadi sulfur Ijen padatan.

Tabel 4.11 Perbandingan performa aditif dengan metode reduksi selektif

Peneliti	Tipe Bijih Laterit	Aditif	Temperatur (°C)	Waktu (menit)	Kadar Logam (%)		Recovery (%)	
					Fe	Ni	Fe	Ni
Li dkk., (2012)	Limonit	Na ₂ SO ₄	1100	60	79,3	9,48	83,01	56,36
Zhu dkk., (2012)	Saprolit + Limonit	CaSO ₄	1100	75	-	6	-	92,1
Elliot dkk., (2015)	Limonit	Sulfur <i>chemical</i>	1000	60	-	4	-	93,2
Zhou dkk., (2016)	Limonit	NaCl	1200	20	-	7,09	-	67,09
Wang dkk., (2018)	Saprolit	SiO ₂	1500	90	84,71	8,33	-	75,70
Abdul dkk., (2018)	Limonit	<i>Dolomite</i>	1200, 1300, 1400	480	89,41	4,68	65,76	86,75
Abdul dkk., (2020)	Limonit	<i>Dolomite</i>	1400	480	68,66	12,74	11,76	87,59
Widyartha dkk., (2020)	Limonit	Na ₂ S ₂ O ₃	1400	480	64,07	14,31	19,02	93,22
Widyartha dkk., (2020)	Limonit	Sulfur Ijen	1400	480	53,89	13,62	22,17	97,91

4.6 Nilai Faktor Selektifitas

Parameter yang menjadi pembanding keberhasilan reduksi selektif tidak hanya dipatok pada kadar logam pada produk, melainkan juga faktor selektifitas. Pickles dkk., (2014) menjelaskan bahwa nilai selektifitas ini sangat tergantung pada atmosfer reduksi saat proses berlangsung. Faktor tersebut didapatkan melalui persamaan selektifitas (Abdul dkk., 2020):

$$\beta \frac{Ni}{Fe} = \frac{X_{Fe}}{X_{Ni}} \frac{Y_{Ni}}{Y_{Fe}} \quad (4.23)$$

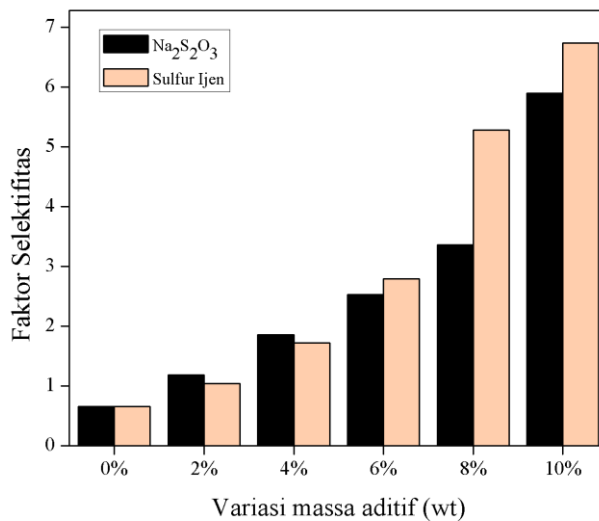
dimana β merupakan faktor selektifitas, X dan Y masing-masing merupakan kadar Ni dan Fe sebelum reduksi dan setelah reduksi. Selektifitas proses reduksi langsung yang dilakukan dibandingkan dengan faktor selektifitas dari beberapa peneliti

sebelumnya yang juga menggunakan bijih laterit sebagai sumber nikel sebagaimana tersaji pada Tabel 4.12.

Tabel 4.12 Perbandingan nilai faktor selektifitas

Referensi	Jenis Bijih Laterit	Reduktor	Aditif	Faktor Selektifitas
Liu dkk., (2014)	Saprolit	<i>Anthracite coal</i>	CaO	1,34
Chen dkk., (2014)	Limonitik	<i>Bio-coal</i>	-	1,06
Elliot dkk., (2015)	Limonitik	<i>Bituminous coal</i>	S chemical	1,69
Zhou dkk., (2016)	Saprolit	<i>Anthracite coal</i>	NaCl	1,25
Abdul dkk., (2018)	Limonitik	<i>Sub-bituminous coal</i>	Na ₂ SO ₄	3,07
Widyartha dkk., (2020)	Limonitik	<i>Sub-bituminous coal</i>	Na ₂ S ₂ O ₃	5,90
Widyartha dkk., (2020)	Limonitik	<i>Sub-bituminous coal</i>	S-Ijen	6,74

Nilai faktor selektifitas pada penelitian ini ditampilkan pada Gambar 4.10. Sebagai kontrol, faktor selektifitas proses reduksi langsung tanpa aditif menunjukkan angka 0,65. Sementara itu, penambahan aditif Na₂S₂O₃ memperlihatkan kenaikan faktor selektifitas seiring dengan meningkatnya jumlah aditif. Penggunaan 2%, 4%, 6%, 8% dan 10% Na₂S₂O₃ membuat faktor selektifitas naik berturut-turut menjadi 1,18; 1,86; 2,53; 3,37 dan 5,9. Nilai selektifitas tertinggi optimal pada penggunaan 10% Na₂S₂O₃. Hal ini didorong oleh lebih banyaknya batu bara yang digunakan dalam proses tersebut sehingga atmosfer reduktif tercipta yang berujung pada optimalnya reduksi oksida Ni dan Fe menjadi logam. Dilain pihak, penggunaan aditif sulfur Ijen juga memperlihatkan pola yang sama. Penambahan 2%, 4%, 6%, 8% dan 10% sulfur Ijen dalam proses reduksi langsung memberikan nilai faktor selektifitas 1,04; 1,72; 2,79; 5,28 dan 6,74. Aditif sulfur Ijen dengan kuantitas 10% memiliki faktor selektifitas sedikit lebih tinggi dibanding Na₂S₂O₃, sehingga aditif sulfur Ijen yang notabene dapat dengan mudah dan murah ditemukan lebih direkomendasikan.



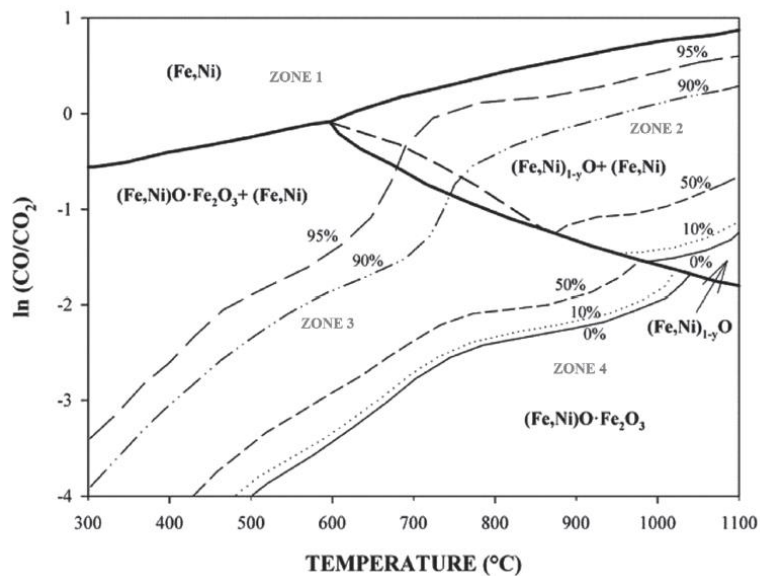
Gambar 4.12. Efek variasi massa aditif terhadap faktor selektifitas

Nilai-nilai faktor selektifitas maksimum dengan menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen jauh lebih tinggi dibanding nilai-nilai yang tertabulasi pada Tabel 4.12. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan aditif tersebut memberi kontribusi positif tidak hanya dalam hal peningkatan kadar logam Ni dan Fe, tetapi juga optimalnya proses reduksi selektif yang dilakukan. Dengan kata lain, aditif tersebut dapat meningkatkan kadar nikel melalui penghambatan konversi oksida Fe menjadi logam Fe dengan cukup baik, tetapi tidak terlalu mengorbankan kadar Fe pada produk akhir.

4.7 Kontribusi Fluks *Limestone* dalam Proses Reduksi Langsung

Penambahan flux dimaksudkan untuk meningkatkan produksi gas reduktan karbonmonoksida melalui reaksi antara karbon dari batu bara dan karbondioksida hasil dekomposisi flux. Tambahan karbonmonoksida tersebut akan meningkatkan potensial reduksi (CO/CO_2) sehingga meningkatkan *recovery* Ni. Terjaganya potensial reduksi dapat berakhir pada tercapainya reduksi optimal oksida-oksida Fe dan Ni untuk membentuk logam. Khusus dalam studi reduksi langsung, tujuan lain pemberian karbonmonoksida sekunder dari fluks adalah agar tercapainya reduksi yang memungkinkan produk memiliki kadar Ni setinggi-tingginya dan kadar Fe menengah (Pintowantoro dan Abdul, 2019).

Jika dikaitkan dengan dengan diagram stabilitas Fe-Ni-O pada gambar 4.12, maka tugas utama flux adalah untuk memastikan bahwa kondisi reduksi tetap berada pada Zona II, zona dimana proses reduksi selektif berlangsung optimal (Pintowantoro dan Abdul, 2019). Pada zona II, produk reduksi dapat berupa $(\text{Fe,Ni})_{(1-y)}\text{O} + (\text{Fe,Ni})$, dimana masih terdapat senyawa berupa oksida Fe dan Ni. Kontrol reduksi pada zona II akan mendorong tercapainya kadar Ni menengah dengan *recovery* tinggi, juga kadar Fe yang tidak terlalu rendah. Pengaplikasian temperatur yang lebih tinggi pada penelitian ini (1400°C), secara kualitatif akan meningkatkan laju reaksi reduksi dibanding zona yang lain.



Gambar 4.13. Diagram stabilitas Fe-Ni-O (Hallet, 1997 dan Elliot dkk., 2016)

Selain itu, flux *limestone* juga berkontribusi menghasikan produk dekomposisi berupa kalsium oksida (CaO). Terlibatnya CaO dalam proses reduksi dapat mempromosikan reduksi Ni dan Fe serta dapat mengoptimasi kondisi dinamis dari bijih nikel laterit. Kondisi yang dimaksud tidak lain adalah masifnya agregasi Ni dan Fe sehingga ukuran partikel masing-masing logam menjadi lebih besar. Hal inilah yang berujung pada peningkatan kadar Ni dan Fe karena kemudahan saat separasi magnetik (Wang dkk., 2017).

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pembahasan yang telah diuraikan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen secara signifikan meningkatkan kadar Ni pada produk reduksi selektif bijih nikel laterit limonitik hingga mencapai 14,31% dan 13,62% pada penggunaan 10%wt aditif. Masifnya pembentukan senyawa FeS melalui mekanisme yang melibatkan produk-produk dekomposisi aditif seperti Na_2O , Na_2S , Na_2S_5 , S dan CaO diyakini menjadi penyebab fakta tersebut. Semakin tinggi konsentrasi aditif yang digunakan, maka kadar Ni juga semakin meningkat tetapi diikuti oleh penurunan kadar Fe.
2. Semakin meningkatnya konsentrasi aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen yang digunakan dalam reduksi langsung bijih laterit limonitik mengakibatkan kenaikan *recovery* logam Ni produk hingga mencapai 93,22% dan 97,91% pada penggunaan masing-masing 10%wt aditif, tetapi disaat bersamaan *recovery* Fe mengalami penurunan.
3. Reduksi selektif dengan menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen mengakibatkan transformasi mineralogi laterit dimana terdapat fasa *kamacite* dan *taenite* pada produk logam mengkonfirmasi keberhasilan pembentukan feronikel (Fe,Ni). Produk terak menunjukkan banyaknya kandungan persenyawaan Fe yang mengkonfirmasi fakta rendahnya *recovery* Fe.

5.2 Saran

Saran yang dapat kami berikan demi pengembangan penelitian ini antara lain:

1. Perlu dilakukan proses reduksi langsung dengan aditif lebih dari 10%wt untuk melihat apakah konsentrasi nikel terus meningkat atau malah sebaliknya.
2. Perlu dilakukan riset untuk mempersingkat waktu reduksi agar penggunaan energi tidak terlalu boros
3. Perlu dilaksanakan penelitian reduksi langsung menggunakan aditif $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan sulfur Ijen yang diikuti dengan *leaching* menggunakan asam sulfat untuk memproduksi nikel sulfat sebagai bahan baku baterai NMC.
4. Perlu dikembangkan metode untuk memaksimalkan potensi Fe yang terbuang pada terak sehingga tetap bernilai ekonomis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, F., Pintowantoro, S., Kawigraha, A., Nursidiq, A., (2018), "Effects of Reduction Temperatur to Ni and Fe Content and The Morphology of Agglomerate of Reduced Laterit Limonitik Nickel Ore by Coal-bed Method", *AIP Conference Proceeding*, Vol 1945, hal. 1-9.
- Abdul, F., Pintowantoro, S.,Purnamasari, A., (2020), "Direct Reduction of nckel laterite limonitic ore using a coal-dolomite mixture bed and Na₂SO₄ as a selective agent", *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, Vol 55(1).
- Aylmore MG, Muir DM., (2001). "Thiosulfate Leaching of Gold - a Review". *Minerals Engineering*, Vol 14, hal. 135–174.
- Barbera, J., A. Metzger, M. Wolf., (2012), *Sulfites, Thiosulfates, and Dithionites*. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim: Wiley-VCH. ISBN 978-3527306732.
- Breeze, P., (2015), "*Coal-Fired Generation*", Elsevier, New York.
- Cao, C., Xue, Z., Duan, H., (2016), "Making ferronickel from laterite nickel ore by coal-based-self-reduction and high temperatur melting process", *International Journal of Nonferrous Metallurgy*, Vol 5, hal. 9-15.
- Chen, G.J., Hwang, W.S., Liu, S.H., Shiau , J.S., Chen, I.G., (2014), "Effect of reduction temperatur on the carbothermic reduction process of laterite ores mixing with bio-coal", *Metal*, Brno, Czech Rep.
- Dalvi, A.D., Bacon, W.G., Osborne, R.C., (2004), "The past and the future of nickel laterites", *International Convention. Prospectors and Developers Association of Canada*, Toronto, Ontario, Canada. 27 pp.
- Delmelle, P., (1995), *Geochemical, isotopic and heat budget study of two volcano-hosted hydrothermal systems: the acid crater lakes of Kawah Ijen, Indonesia, and Taal, Philippines, volcanoes*, Thesis Ph.D, Univ. Libre de Bruxelles, Brussels, Belgium.
- Delmelle, P., Bernard, A., (1994), "Geochemistry, mineralogy, and chemical modelling of the acid crater lake of Kawah Ijen volcano, Indonesia", *Geochim. Cosmochim. Acta*, Vol 58, hal. 2445– 2460.
- Delmellea, P., A. Bernarda, M. Kusakabeb, T.P. Fischerc, B. Takan., (2000), "Geochemistry of the magmatic–hydrothermal system of Kawah Ijen volcano, East Java, Indonesia", *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, Vol 97, hal. 31–53.

- El Geassy, A.H.A., (2017), “Rate Controlling Step in the Reduction of Iron Oxides; Kinetics and Mechanism of Wüstite-Iron Step in H₂, CO and H₂/CO Gas Mixtures”, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, Vol 229, 012002.
- El-Haggar, S.M., (2007), *Sustainable Industrial Design and Waste Management Cradle-to-cradle for Sustainable Development*, Elsevier. Kairo.
- Elliot, R., Pickles, C.A., Forster, J., (2016), “Thermodynamics of The Reduction Roasting of Nickeliferous Laterite Ore”, Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, Vol 4, hal. 320-346.
- Elliot, R., Rodrigues, F., Pickles, C.A., Peacey, J., (2015), “A two-stage thermal upgrading process for nickeliferous limonitic laterite ores”. *The Canadian Journal of Metallurgy and Materials Science*, Vol 54, hal. 1-11.
- Elliot, R., Rodrigues, F., Pickles, C.A., Peacey, J., (2015), “A two-stage thermal upgrading process for nickeliferous limonitic laterite ores”, *The Canadian Journal of Metallurgy and Materials Science*, Vol 54, hal. 1-11.
- Farrokhpay, S., Fornasieroa, D.C., Filippov, L., (2018), “Upgrading nickel in laterite ores by flotation”, *Minerals Engineering*, Vol 12, hal. 100–106.
- Gaskell, D., R., (1981). *Introduction to Metallurgical Thermodynamics*. Hemisphere Publication Corp., New York.
- Hallet., C., (1997), “A thermodynamic analysis of the solid state reduction of nickel from laterite minerals”, Proceeding Nickel Cobalt 97 International Symposium by C.A., Levac and R.A. Berryman, hal. 299-312
- Hower, J. C., K.R. Henke, S. Dai†, C.R. Ward, D. French, S. Liu, U.M. Graham., (2017), “*Coal Combustion Products (CCP's) Characteristics, Utilization and Beneficiation*” Woodhead Publishing.
- Jiang, M., Sun, T., Liu, Z., Kou, J., Liu, N., Zhang, S., (2013), “Mechanism of sodium sulfate in promoting selective reduction of nickel laterite ore during reduction roasting process”, *International Journal of Mineral Processing*, Vol 123, hal. 32–38.
- Kalasová, D., Karel Dvorčák, Marek Slobodník, Dalibor Všianský, Tomáš Zikmund, Jirří Dluhoš, Rostislav Ván'a, Jaroslav Bureš, Jozef Kaiser, (2018), “Characterization of inner structure of limestone by X-ray computed sub-micron tomography”, *Construction and Building Materials*, Vol 174, hal. 693–700.
- Kerfoot, D.G.E., (2005). *Nickel*. Ullmann's Encycl. Ind. Chem. 24, 177–223.

- Kerfoot, D.G.E., (2012). *Nickel*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, Canada
- Kyle, J., (2010), “*Nickel laterite processing technologies*”, *Nickel/Cobalt/Copper Conference*, Perth.
- Li, B., Wang, H., Wei., Y., (2011), “The reduction of nickel from low-grade nickel laterite ore using a solid-state deoxidization method”, Kunming University of Science and Technology, China.
- Li, G., Shi, R., Rao, M., Jiang, T., Zhang, Y., (2012), “Beneficiation of nickelferrous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate”, *Miner. Eng.*, Vol 32, hal. 19–26.
- Li, Y.J., Sun, Y.S., Han, Y.X., Gao, P., (201), “Coal-based reduction mechanism of low-grade laterite ore”. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol 23, hal. 3248–3433.
- Liang, W., H. Wang, J.G. Fu, Z.X. He, (2011), “High recovery of ferro-nickel from low grade nickel laterite ore”, *J. Cent. South Univ*, Vol 42, hal. 2173–2177.
- Liu, M., LV, X., Ghuo, E., Chen, P., Yuan, Q., (2014). " Process of ferronickel nugget production from nickel laterite by semi-molten state reduction ". *ISIJ International*, Vol 54(8), hal. 1749–1754.
- Lu, C., Dong, J., Li, B., Zhou, S., Wang, H., Wei, Y., (2017), “Selective reduction and Enrichment of Nickel and Iron in Limonitic Laterite Ore with the Addition of Sodium Sulfate”, *Chin. J. Process.*, Vol 17, No. 6, hal. 1195–1202.
- Mackey, P., (2011), “*Nickel Pyrometallurgy Short Course: Introduction to Nickel*”, *Conference of Metallurgists Nickel Pyrometallurgy*, Sudbury.
- Mäkinen, T. Taskinen, P., (2008), “State of the art in nickel smelting: direct Outokumpu nickel technology”, *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, Vol 117.
- Marzoughi, O., Athony, W., Rodrigues, F., Elliot, R., Peacey, J., Pickles, C.S., (2018), “Mechanism of carbothermic reduction of a sulfur-containing nickelferrous limonitic laterite ore”. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, DOI: 10.1080/25726641.2018.1504660
- Mudd, G.M., (2009), “*Nickel sulfide versus laterite: The hard sustainability challenge remains*”, *Proceedings of 48th, Annual Conference of Metallurgists*, Sudbury.

- Norgate, T., Jahanshahi, S., (2011), "Assessing the energy and greenhouse gas footprints of nickel laterite processing". *Miner. Eng.* Vol 24, hal. 698–707.
- Pickles, C.A., J. Forster, R. Elliott., (2014), "Thermodynamic analysis of the carbothermic reduction roasting of a nickeliferous limonitic laterite ore", *Minerals Engineering*, Vol 65, hal. 33–40.
- Pintowantoro, S., Abdul, F., (2019), "Selective reduction of laterite nickel ore", *Material Transactions*, Vol 60(11), hal. 2245-2254.
- R. Elliott, C.A. Pickles, J. Peacey, (2017), "Ferro-nickel particle formation during the carbothermic reduction of a limonitic laterite ore" *Minerals Engineering*, Vol 100, hal. 166–176.
- Rao, M., Li, G., Zhang, X., Luo, J., Peng, Z., Jiang, T., (2016), "Reductive roasting of nickel laterite ore with sodium sulfate for Fe-Ni production. Part II: phase transformation and grain growth" *Sep. Sci. Technol.*, Vol. 6395.
- Rhamdhani, M.A., Hayes, P.C., Jak, E., (2009), "Nickel laterite part 2: Thermodynamic analysis of phase transformations occurring during reduction roasting", *Miner. Process. Extr. Metall. Trans. Inst. Min. Metall.*, Vol 118, hal. 146–155.
- Rodrigues, F., Pickles, C.A., Peacey, J., Elliot, R., Forster, J, (2017), "Factors Affecting the Upgrading of a Nickeliferous Limonitic Laterite Ore by Reduction Roasting, Thermal Growth and Magnetic Separation", *Minerals*, Vol 7(9), hal. 176.
- Shelley, R.C., (2015), "*SEDIMENTARY ROCKS/Limestones*". Imperial College of London, London.
- Valiz, M., Cheung, W.H., (2002). "Study of phase transformation of laterite ores at high temperatur". *Minerals Engineering*, Vol 15, hal. 607–612.
- Van der Ent, A., Baker, A.J.M., Van Balgooy, M.M.J., Tjoa, A., (2013), "Ultramafic nickel laterites in Indonesia (Sulawesi, Halmahera): Mining, nickel hyperaccumulators and opportunities for phytomining", *Journal of Geochemical Exploration*. Vol 128, hal 72-79.
- Wang J, Li Y., (2011), "Clean and highly efficient utilization of coal", *Bull Chin Acad Sci*, Vol 25, hal. 56–8.
- Wang, Z., Chu, M., Liu, Z., Wang, H., Zhao, W., Gao., L, (2017), "Preparing ferro-nickel alloy from low-grade laterite nickel ore based on metallized reduction-magnetic separation", *Metals*, Vol 7, hal. 1-14.

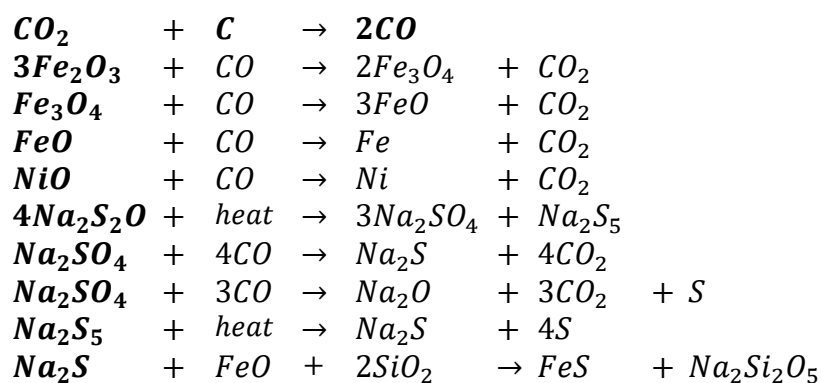
- Whittington, B.I.; Muir, D., (2000), “Pressure acid leaching of nickel laterites: A review. *Miner*”, *Process. Extr. Metall*, Vol 21, hal. 527–599.
- Wikipedia (2019), *Natrium Tiosulfat*, https://id.wikipedia.org/wiki/Natrium_tiosulfat. Diakses pada 4 April 2019.
- Yin, C., (2013), “*Biomass Combustion Science, Technology and Engineering*”, *Woodhead Publishing Series in Energy*, Elsevier, New York.
- Zhang, Y.; Zhou, Y.; Zhaoyi, L.Z., (2008), “Technical analysis of producing low Ni pig iron with laterite in a blast furnace”, *Baosteel Tech. Res.*, Vol 2, hal. 36–40.
- Zhou, S.W., Y.G. Wei, B. Li, H. Wang, B.Z. Ma, C.Y. Wang, (2016), “Mechanism of sodium 553 chloride in promoting reduction of high-magnesium low-nickel oxide ore”, *Sci. 554 Rep.* Vol 6, hal. 81–88.
- Zhu, D., L. Pan, Z. Guo dkk., (2018), “Utilization of limonitik nickel laterite to produce ferronickel concentrate by the selective reductionmagnetic separation process”, *Advanced Powder Technology*, <https://doi.org/10.1016/j.appt.2018.11.024>
- Zhu, D., Pan, L., Guo, Z., Pan, J., Zhang, F., (2017), “Utilization of limonitic nickel laterite to produce ferronickel concentrate by the selective reduction-magnetic separation process”, *Advanced Powder Technology*, Vol 30(2), hal. 451-460.
- Zhu, D.Q., Cui, Y., Vining, K., Hapugoda, S., Douglas, J., Pan, J., Zheng, G.L., (2012), “Upgrading low nickel content laterite ores using selective reduction followed by magnetic separation”. *Int. J. Miner. Process*, Vol 106–109, hal. 1–7.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

A. Persamaan Stoikiometri Kebutuhan Komponen dalam Briket tanpa Aditif

Massa komponen-komponen dalam briket ditentukan melalui perhitungan berdasarkan karakteristik reaksi setiap senyawa. Tipe reaksi yang terjadi adalah reduksi, dekomposisi dan *Boudouard* dan persamaan-persamaan yang diperhitungkan terjadi disajikan sebagai berikut:



Data yang dibutuhkan untuk perhitungan komposisi material:

1. Bijih Nikel Laterit Limonitik

Data pengujian komposisi bijih laterit limonitik dalam persentase berat hasil EDX disajikan dalam tabel berikut.

Tabel 1. Hasil EDX Nikel Laterit

Unsur	Ni	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Cr	O
% Wt	1.59	42.01	17.78	5.91	2.36	2.5	1.29	25.89

Data pengujian XRD, mineral-mineral dalam laterit yang mendukung perhitungan adalah hematite (Fe_2O_3) dan nikel oksida (NiO), sehingga komposisi kedua senyawa tersebut dapat ditentukan:

- Berat hematite (Fe_2O_3)

$$\% Wt Fe_2O_3 = \frac{Mr Fe_2O_3}{2 Ar Fe} \times \% Wt Fe$$

$$\% Wt Fe_2O_3 = \frac{159,69}{111,69} \times 42,01 = 60,0642\%$$

- Berat nikel oksida (NiO)

$$\% Wt NiO = \frac{Mr NiO}{Ar Ni} \times \% Wt Ni$$

$$\% Wt NiO = \frac{74,6934}{8,6934} \times 1,59 = 2,0234\%$$

Jika diasumsikan bahwa bijih yang digunakan memiliki berat 100 gram, maka terdapat Fe_2O_3 sebanyak 60,0642 gram dan NiO seberat 2,0234 gram. Kemudian dilakukan perhitungan mol kedua oksida tersebut:

- Mol hematite (Fe_2O_3)

$$Mol Fe_2O_3 = \frac{Massa Fe_2O_3}{Mr Fe_2O_3}$$

$$Mol Fe_2O_3 = \frac{60,0642}{159,69} = 0,3761 \text{ mol}$$

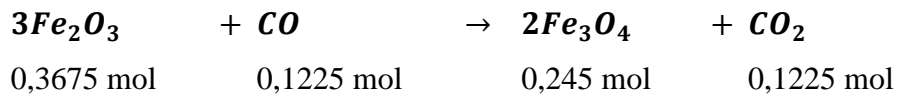
- Mol nikel oksida (NiO)

$$Mol NiO = \frac{Massa NiO}{Mr NiO}$$

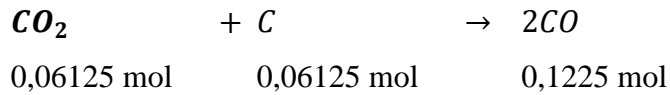
$$Mol NiO = \frac{2,0234}{74,6934} = 0,027 \text{ mol}$$

Berdasarkan target reduksi pada Tabel 3.1, maka dapat ditentukan jumlah mol gas CO yang dibutuhkan dalam proses reduksi. Kebutuhan mol C juga dapat ditentukan karena C yang akan bereaksi dengan CO_2 menjadi reduktor CO. Perhitungannya sebagai berikut:

a. **Reaksi (1)**



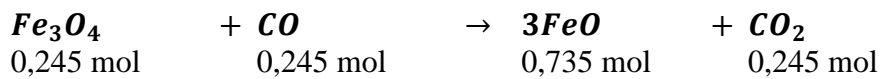
Reaksi Boudouard



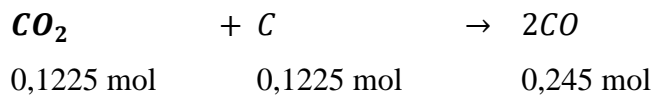
Reaksi CO₂ hasil reaksi (1) dengan C



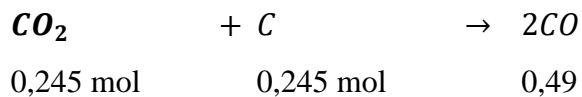
b. **Reaksi (2)**



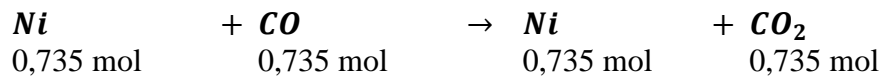
Reaksi Boudouard



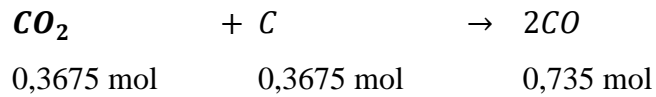
Reaksi CO₂ hasil reaksi (2) dengan C



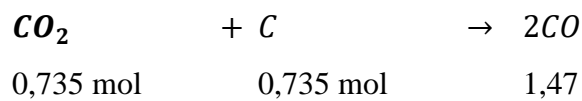
c. **Reaksi (3)**



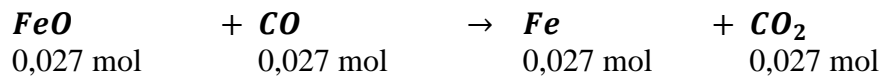
Reaksi Boudouard



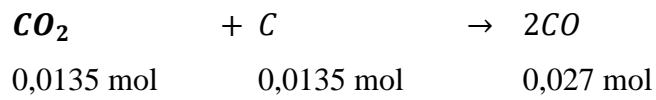
Reaksi CO₂ hasil reaksi (3) dengan C



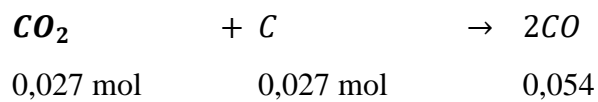
d. **Reaksi (4)**



Reaksi Boudouard



Reaksi CO₂ hasil reaksi (4) dengan C



2. Batu bara

Analisis proksimat menunjukkan bahwa kadar *fixed carbon* adalah 61,8%. Berdasarkan reaksi-reaksi C di atas, maka dapat dihitung kebutuhan batu bara sebelum penambahan fluks dan aditif berdasarkan total mol C yang terlibat sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Total mol karbon} &= 0,06125 + 0,1225 + 0,1225 + 0,245 + \\ &0,3675 + 0,735 + 0,0135 + 0,027 \\ &= 1,69425 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa C yang dibutuhkan} &= \text{Total mol C} \times \text{Ar C} \\ &= 1,69425 \text{ mol} \times 12,0116 \text{ g/mol} \\ &= 20,3506 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa batu bara yang dibutuhkan} &= \frac{100}{61,8} \times \text{Massa C} \\ &= \frac{100}{61,8} \times 20,3506 \text{ g} \\ &= 32,929 \text{ g} = 33 \text{ gram} \end{aligned}$$

3. Limestone

Limestone digunakan sebagai fluks dalam proses reduksi yang bertindak sebagai *supplier* CO₂ yang kemudian akan direduksi oleh C untuk membentuk reduktor CO. Hasil karakterisasi komposisi awal limestone sebagai berikut:

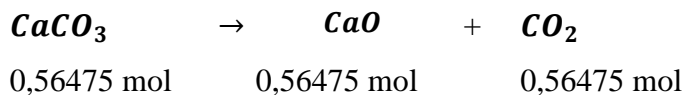
Tabel 2. EDX *Limestone*

No.	Elemen	Rumus Kimia	Komposisi (%)
1.	Calcium	Ca	43.01
2.	Magnesium	Mg	0.57
3.	Silicon	Si	6.51
4.	Aluminium	Al	2.43
5.	Oksigen	O	33.93

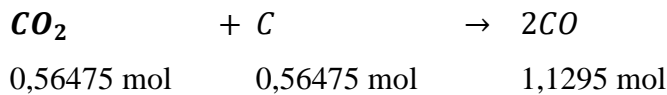
Berdasarkan reaksi dekomposisi *limestone*, $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$, koefisien reaksi seluruh reaktan dan produk sama sehingga jumlah mol yang terlibat juga sama.

Kebutuhan *limestone* dapat dihitung melalui sisa mol CO_2 yang terbentuk dari reaksi (1) sampai (4).

$$\text{Sisa mol } CO_2 = 0,06125 + 0,1225 + 0,3675 + 0,0135 = 0,56475 \text{ mol}$$



Reaksi Boudouard



Dari persamaan reaksi di atas, dipahami bahwa terdapat sisa 0,56475 mol CO_2 sehingga juga dibutuhkan C sebanyak 0,56475 mol untuk mereduksinya menjadi CO. Dari persamaan itu pula dapat dihitung kebutuhan *limestone* dan batu bara tambahan setelah penambahan *limestone*:

$$\begin{aligned} \text{Massa limestone yang dibutuhkan} &= \text{Total mol } CaCO_3 \times Mr CaCO_3 \\ &= 0,56475 \text{ mol} \times 100,0869 \text{ g/mol} \\ &= 56,524 \text{ gram} = 57 \text{ gram (pembulatan)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa C tambahan karena penambahan fluks} &= \text{Total mol C} \times Ar C \\ &= 0,56475 \text{ mol} \times 12,0116 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} = \\ 6,7835 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa batu bara tambahan} &= \frac{100}{61,8} \times \text{Massa C} \\ &= \frac{100}{61,8} \times 6,7835 \\ &= 10,97 \text{ gram} = 11 \text{ gram} \end{aligned}$$

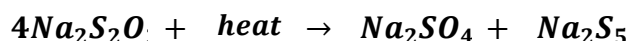
4. Tepung Tapioka

Kebutuhan tepung tapioka dihitung sebesar 3% dari total campuran komponen bijih nikel laterit limonitik, *limestone* dan batu bara. Total massa ke 3 komponen adalah 100 g + 53 gram + 44 gram = 197 gram sehingga komponen tapioka = 3% dari 197 gram = 5,91 gram

Jadi, perbandingan komposisi bijih laterit limonitik, *limestone*, batu bara dan tepung tapioka dalam briket tanpa aditif yaitu 100 : 53 : 44 : 5,91.

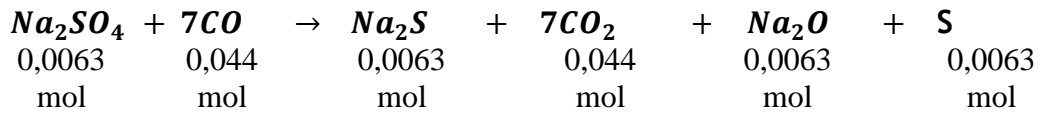
B. Kebutuhan Komponen dalam Briket dengan Aditif Na₂S₂O₃

Penambahan aditif natrium tiosulfat divariasikan dari 0wt%, 2wt%, 4wt%, 6wt%, 8wt%, 10wt% dari total massa briket tanpa binder. Total massa komponen briket adalah 197 gram, sehingga massa Na₂S₂O₃ (Mr= 158,11) yang harus ditambahkan berturut-turut 3,94 g; 7,88 g; 11,82 g; 15,76 g; 19,7 g. Mol dari masing-masing variasi massa berturut-turut 0,025 mol; 0,05 mol; 0,075 mol; 0,1 mol ; 0,125 mol. Berdasarkan reaksi :

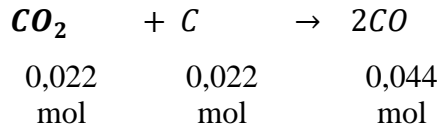


Diperoleh bahwa 4 mol natrium tiosulfat menghasilkan masing-masing 1 mol produk Na₂SO₄ dan Na₂S₅. Maka mol Na₂S₂O₃ yang terkonversi menjadi Na₂SO₄ berturut-turut: 0,0063 mol; 0,013 mol; 0,0188 mol; 0,026 mol; 0,0313 mol.

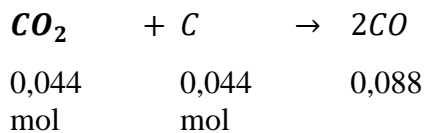
Perhitungan kebutuhan batubara tambahan disesuaikan dengan reaksi yang melibatkan Na₂SO₄ hasil dekomposisi dari Na₂S₂O₃ untuk variasi 2wt% disajikan sebagai berikut:



Reaksi Boudouard



Reaksi CO₂ hasil reaksi sebelumnya dengan C



Massa C tambahan karena penambahan aditif = Total mol C × Ar C

$$= 0,066 \text{ mol} \times 12,0116 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} = 0,7928 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa batu bara tambahan} &= \frac{100}{61,8} \times \text{Massa C} \\
 &= \frac{100}{61,8} \times 0,7928 \\
 &= 1,28 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Kebutuhan tepung tapioka dihitung sebesar 3% dari total campuran komponen bijih nikel laterit limonitik, *limestone*, batu bara dan 2wt% Na₂S₂O₃. Total massa ke 3 komponen adalah 100 g + 53 gram + (44+1,28) gram +3,94 = 202,22 gram gram sehingga komponen tapioka = 3% dari 202,22 gram = 6,066 gram

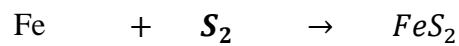
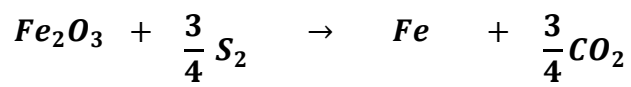
Jadi, perbandingan komposisi bijih laterit limonitik, *limestone*, batu bara, Na₂S₂O₃ dan tepung tapioka dalam briket dengan 2wt% aditif Na₂S₂O₃ yaitu 100 : 53 : 45,28 : 3,94 : 6,066.

Dengan cara yang sama, komposisi briket untuk variasi masa Na₂S₂O₃ dapat dilihat pada Tabel 3.2.

C. Kebutuhan Komponen dalam Briket dengan Aditif Sulfur Ijen (S)

Penambahan aditif sulfur alam Kawah Ijen divariasikan dari 0wt%, 2wt%, 4wt%, 6wt%, 8wt%, 10wt% dari total massa briket tanpa binder. Total massa komponen briket adalah 197 gram, sehingga massa S (Ar 32,065) yang harus ditambahkan berturut-turut 3,94 g; 7,88 g; 11,82 g; 15,76 g; 19,7 g.

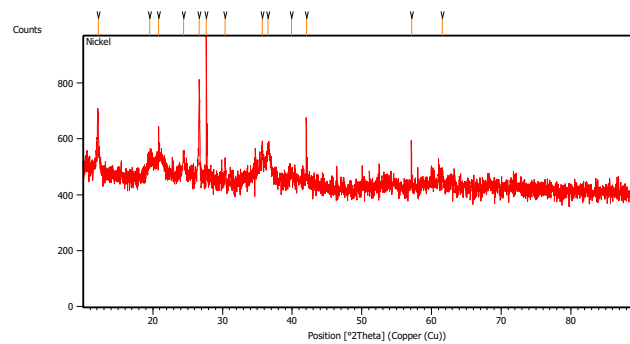
Karena sulfur dihipotesiskan hanya bereaksi dengan *hematite* dan logam besi untuk membentuk FeS sebagaimana reaksi: (Elliot dkk., 2017)



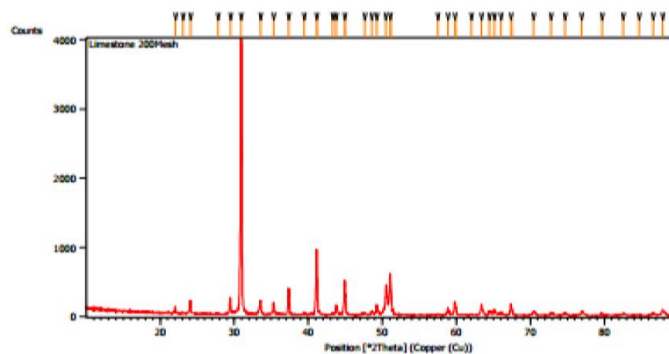
maka tidak diberikan bahan bakar batu bara berbeda dan semua konsumsi bahan bakar dibiarkan sama dan konstan.

D. Hasil Analisis XRD

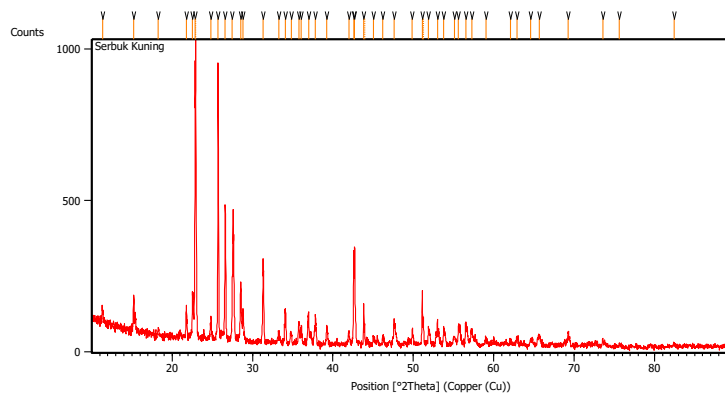
a. Bijih Nikel Laterit Limonitik



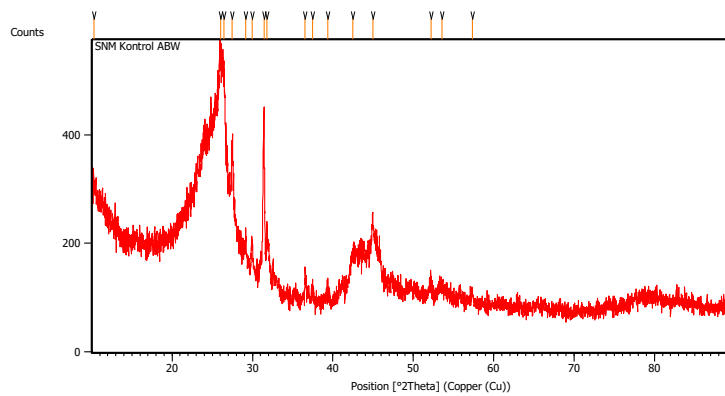
b. Fluks Limestone



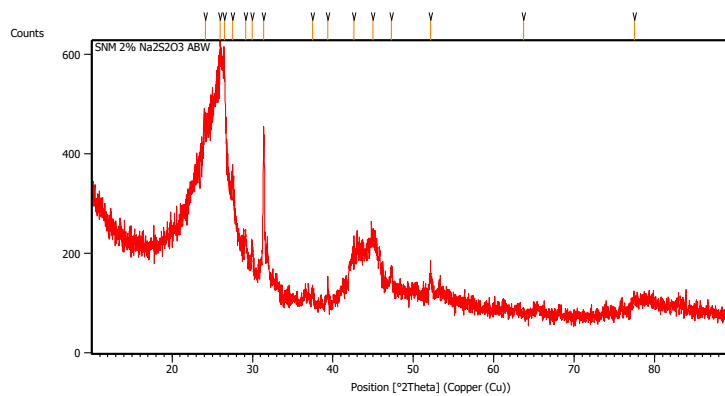
c. Sulfur Ijen



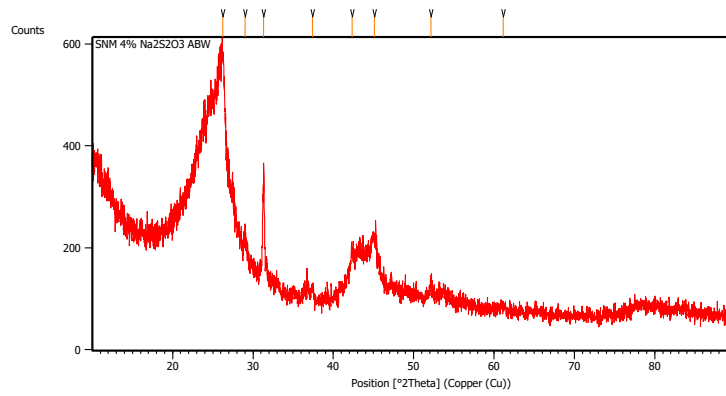
d. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam (Kontrol)



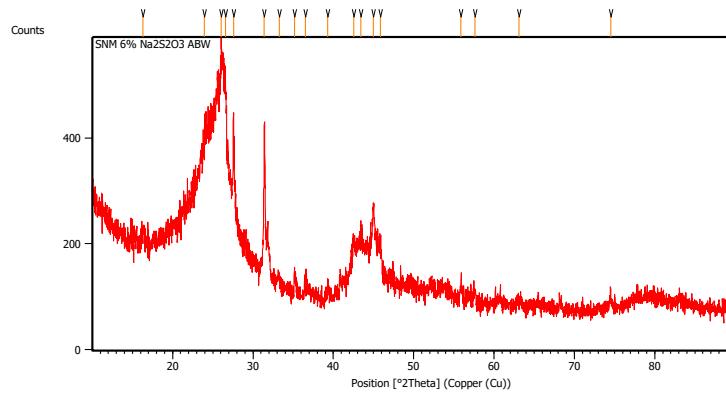
e. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 2%wt Na₂S₂O₃



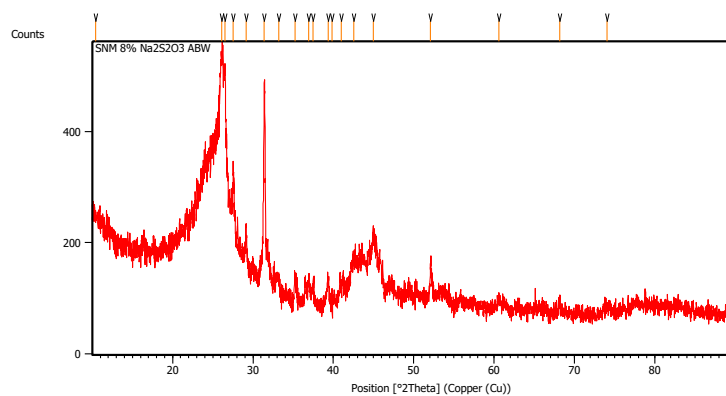
f. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 4%wt Na₂S₂O₃



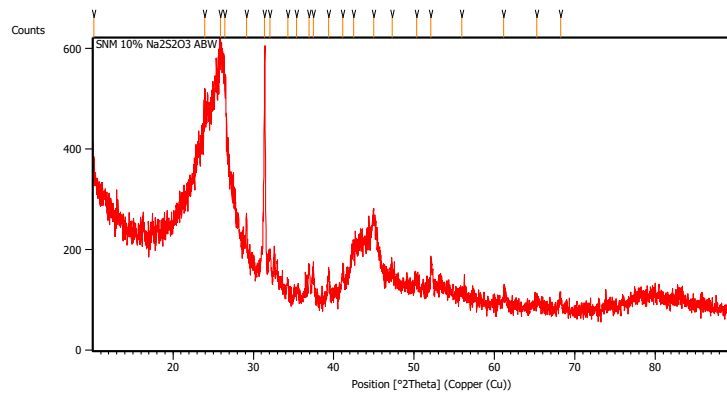
g. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 6%wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



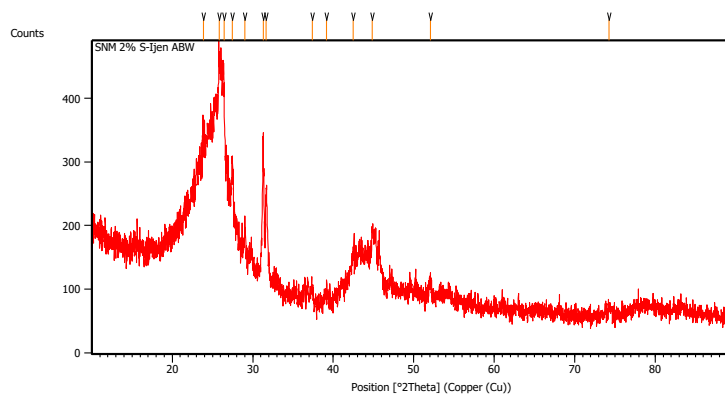
h. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 8%wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



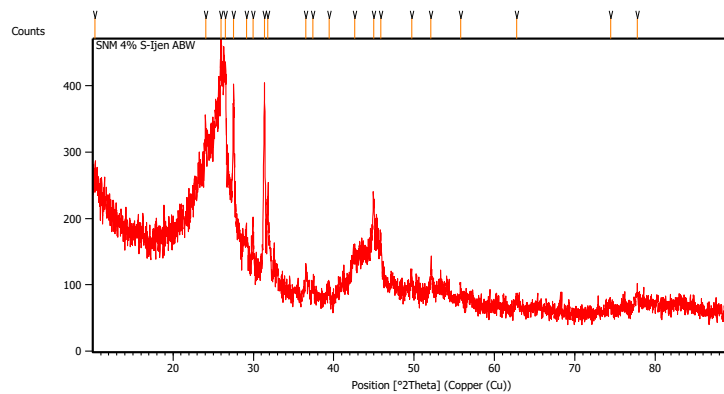
i. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 10%wt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



j. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 2%wt Sulfur Ijen

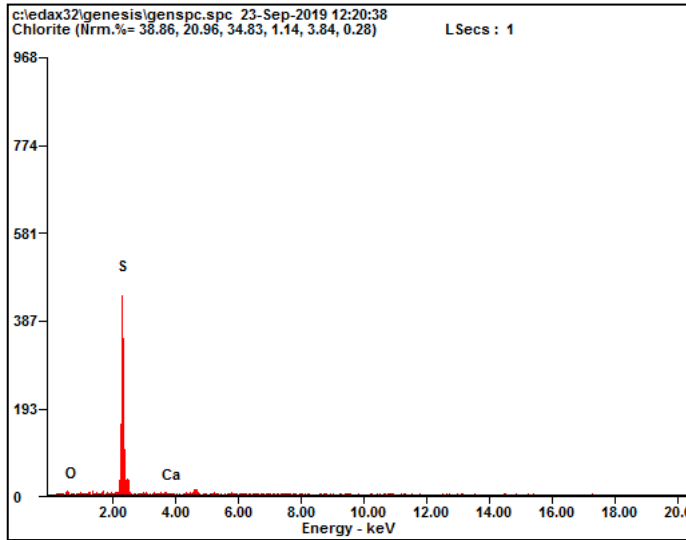


k. XRD Produk Hasil Reduksi Non-Logam menggunakan 4%wt Sulfur Ijen



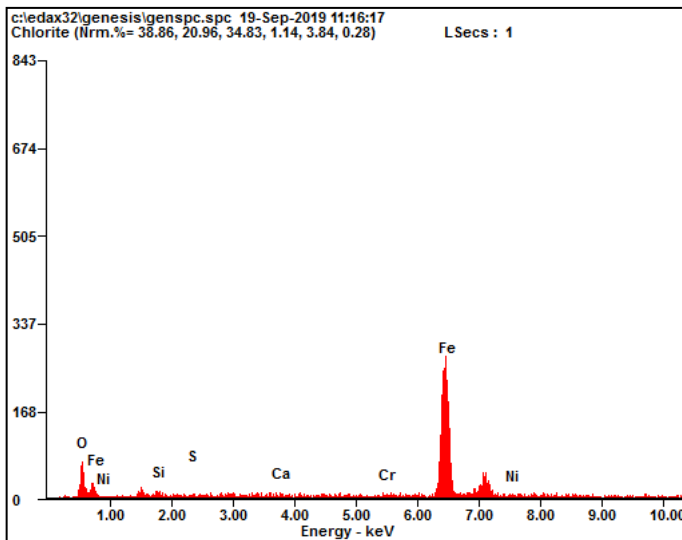
E. Hasil Analisis EDX

a. Analisis Komposisi Sulfur Ijen



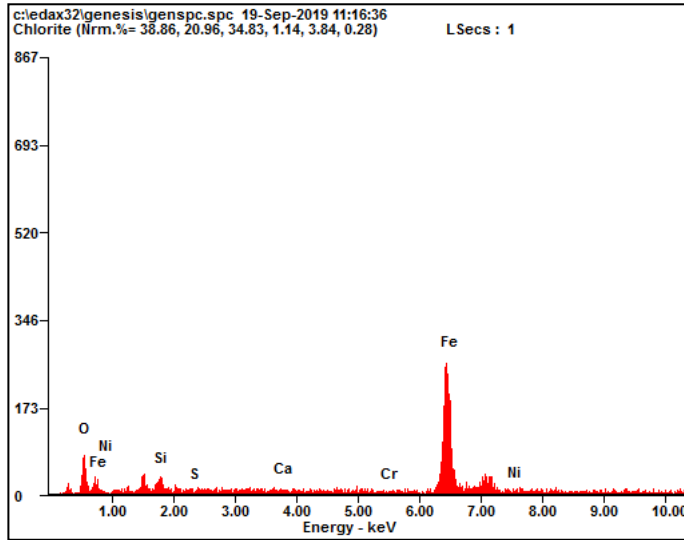
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	02.34	04.93
<i>S K</i>	96.34	92.81
<i>Ca K</i>	01.32	02.26

b. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi (Kontrol)



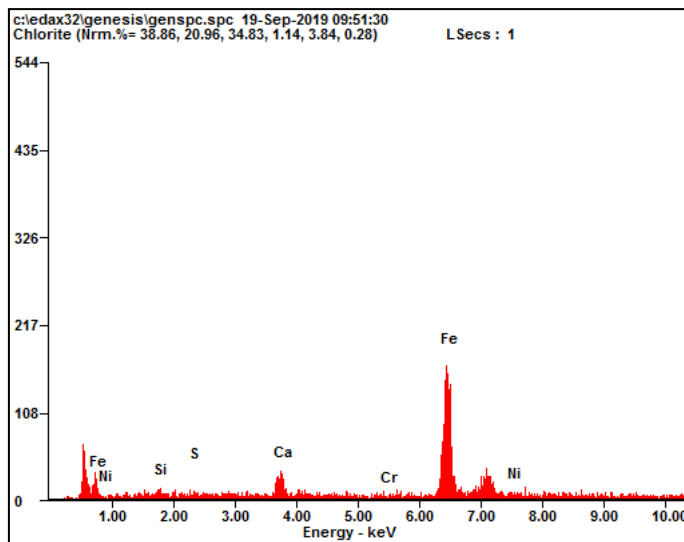
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	07.05	20.64
<i>SiK</i>	01.18	01.96
<i>S K</i>	00.38	00.56
<i>CaK</i>	00.65	00.76
<i>CrK</i>	00.82	00.74
<i>FeK</i>	87.37	73.30
<i>NiK</i>	02.55	02.03

c. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi 2% Na₂S₂O₃



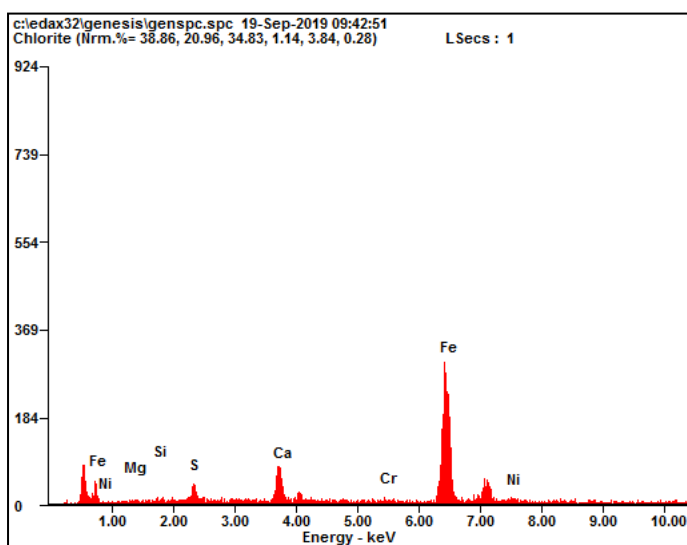
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	08.55	24.22
<i>Si K</i>	01.44	02.32
<i>S K</i>	00.52	00.73
<i>Ca K</i>	00.63	00.72
<i>Cr K</i>	00.70	00.61
<i>Fe K</i>	84.68	68.71
<i>Ni K</i>	03.47	02.68

d. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi 4% Na₂S₂O₃



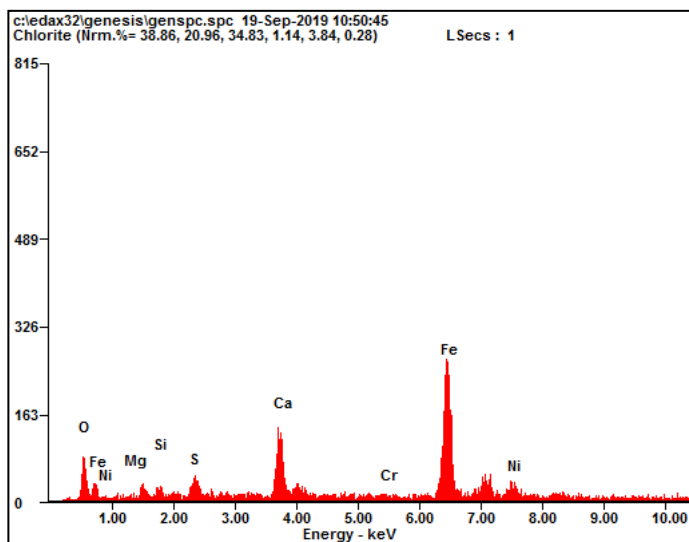
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>Si K</i>	01.61	03.08
<i>S K</i>	00.73	01.22
<i>Ca K</i>	05.87	07.85
<i>Cr K</i>	00.92	00.95
<i>Fe K</i>	84.28	80.89
<i>Ni K</i>	06.58	06.01

e. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi 6% Na₂S₂O₃



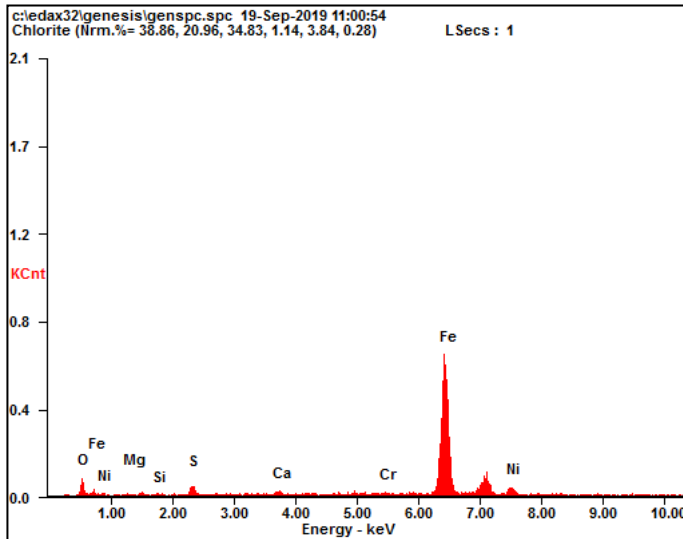
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>MgK</i>	00.61	01.32
<i>SiK</i>	00.60	01.12
<i>S K</i>	02.64	04.32
<i>CaK</i>	07.97	10.44
<i>CrK</i>	01.07	01.08
<i>FeK</i>	81.26	76.47
<i>NiK</i>	05.87	05.26

f. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi 8% Na₂S₂O₃



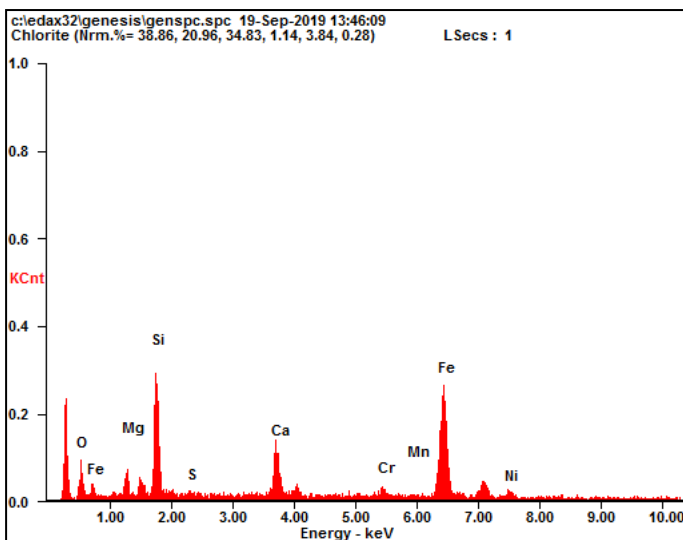
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	11.80	29.95
<i>MgK</i>	00.62	01.04
<i>SiK</i>	01.35	01.96
<i>S K</i>	02.50	03.17
<i>CaK</i>	11.62	11.77
<i>CrK</i>	00.76	00.60
<i>FeK</i>	61.68	44.84
<i>NiK</i>	09.65	06.68

g. Hasil EDX Produk Logam Hasil Reduksi 10% Na₂S₂O₃



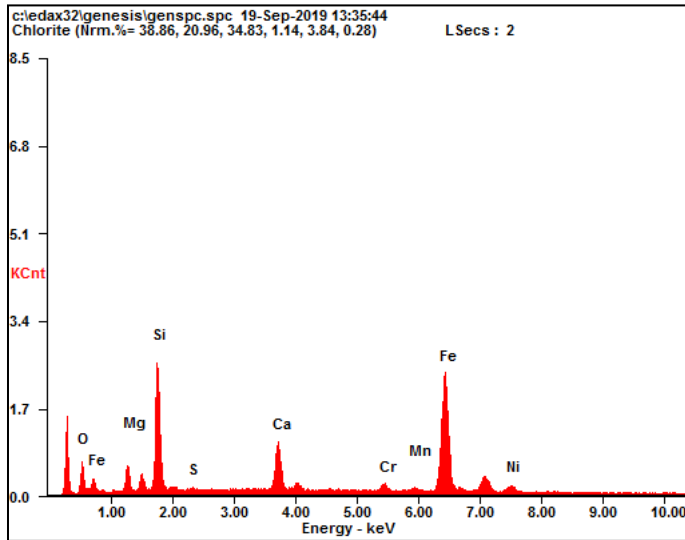
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	07.94	22.31
<i>MgK</i>	01.12	02.08
<i>SiK</i>	00.74	01.18
<i>S K</i>	03.28	04.60
<i>CaK</i>	01.31	01.47
<i>CrK</i>	01.07	00.92
<i>FeK</i>	69.12	55.63
<i>NiK</i>	15.41	11.80

h. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi (Kontrol)



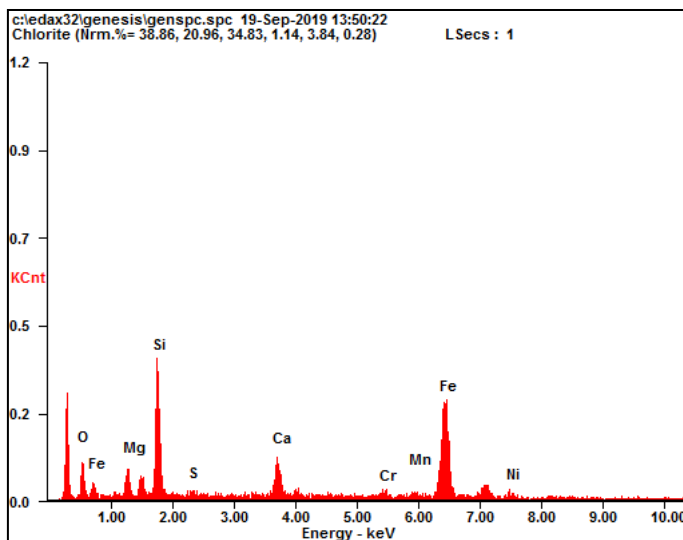
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	08.55	20.27
<i>MgK</i>	04.36	06.81
<i>SiK</i>	16.89	22.82
<i>S K</i>	00.32	00.38
<i>CaK</i>	08.45	08.00
<i>CrK</i>	02.90	02.12
<i>MnK</i>	00.96	00.66
<i>FeK</i>	52.49	35.66
<i>NiK</i>	05.09	03.29

i. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 2% Na₂S₂O₃



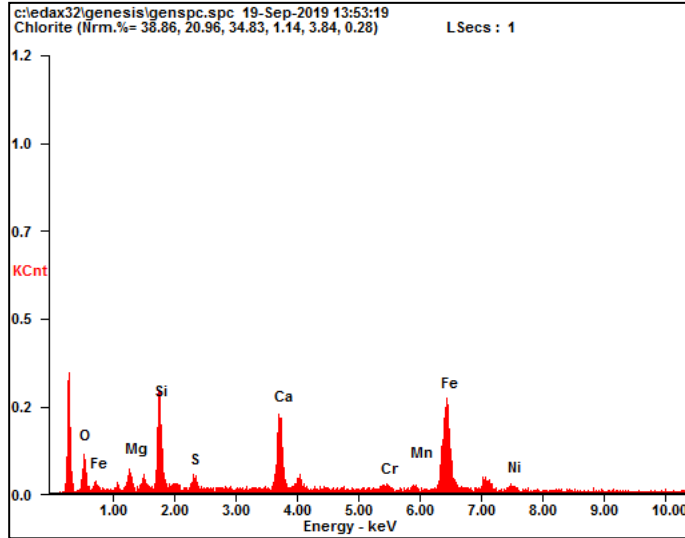
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	07.29	17.49
<i>MgK</i>	05.17	08.17
<i>SiK</i>	17.58	24.04
<i>S K</i>	00.35	00.42
<i>CaK</i>	07.64	07.32
<i>CrK</i>	02.11	01.56
<i>MnK</i>	01.22	00.85
<i>FeK</i>	53.77	36.97
<i>NiK</i>	04.85	03.17

j. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 4% Na₂S₂O₃



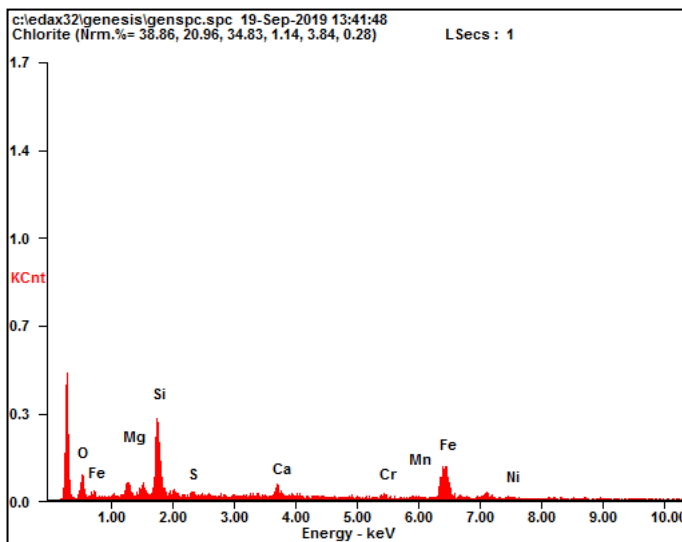
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	09.21	21.14
<i>MgK</i>	06.13	09.25
<i>SiK</i>	18.51	24.20
<i>S K</i>	00.50	00.58
<i>CaK</i>	06.51	05.96
<i>CrK</i>	02.11	01.49
<i>MnK</i>	01.24	00.83
<i>FeK</i>	51.27	33.72
<i>NiK</i>	04.53	02.83

k. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 6% Na₂S₂O₃



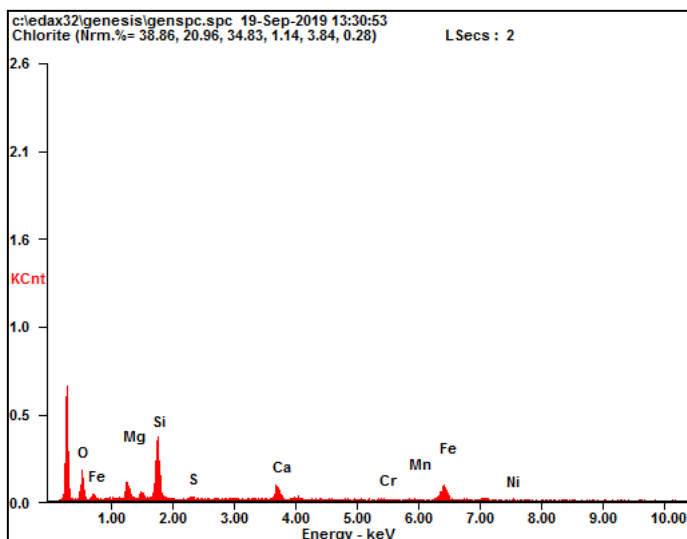
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	11.08	25.42
<i>MgK</i>	03.91	05.91
<i>SiK</i>	12.76	16.68
<i>S K</i>	02.08	02.38
<i>CaK</i>	13.63	12.48
<i>CrK</i>	02.20	01.55
<i>MnK</i>	02.02	01.35
<i>FeK</i>	47.12	30.98
<i>NiK</i>	05.20	03.25

l. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 8% Na₂S₂O₃



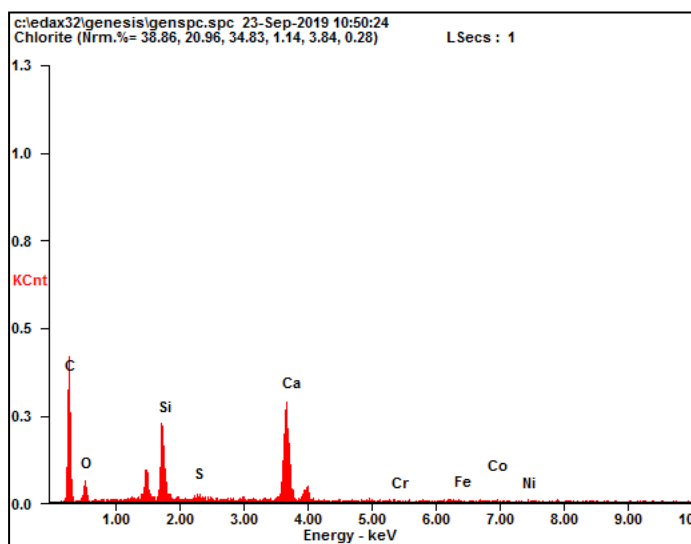
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	15.26	30.65
<i>MgK</i>	06.70	08.85
<i>SiK</i>	24.42	27.94
<i>S K</i>	01.47	01.48
<i>CaK</i>	04.83	03.87
<i>CrK</i>	02.27	01.40
<i>MnK</i>	01.83	01.07
<i>FeK</i>	38.81	22.33
<i>NiK</i>	04.40	02.41

m. Hasil EDX Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 10% Na₂S₂O₃



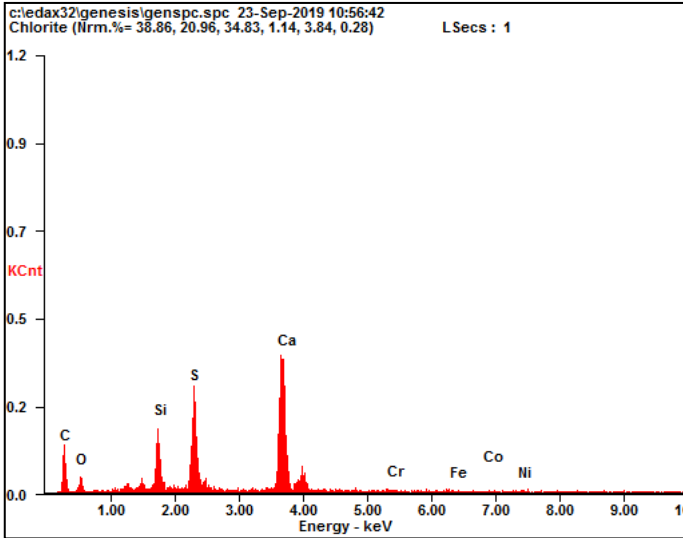
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	23.79	41.24
<i>MgK</i>	09.87	11.26
<i>SiK</i>	25.82	25.50
<i>S K</i>	00.94	00.81
<i>CaK</i>	07.95	05.50
<i>CrK</i>	01.45	00.77
<i>MnK</i>	01.54	00.78
<i>FeK</i>	25.53	12.68
<i>NiK</i>	03.10	01.46

n. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 2% Na₂S₂O₃



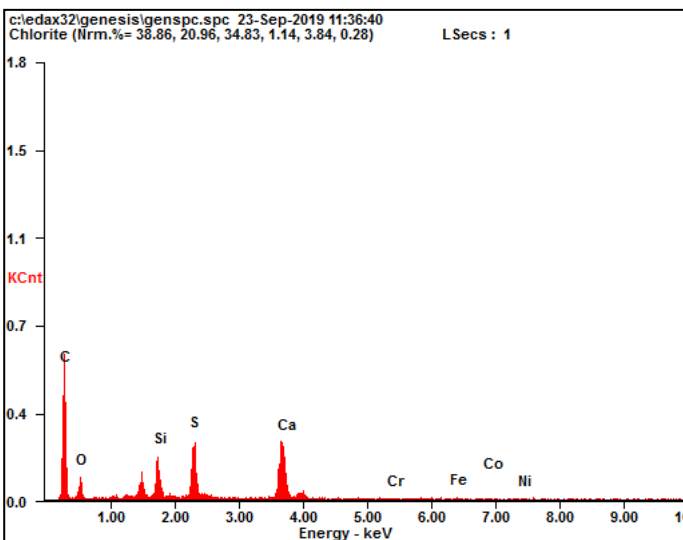
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	43.35	62.86
<i>O K</i>	16.24	17.67
<i>SiK</i>	11.26	06.98
<i>S K</i>	01.03	00.56
<i>CaK</i>	25.78	11.20
<i>CrK</i>	00.48	00.16
<i>FeK</i>	01.00	00.31
<i>CoK</i>	00.70	00.21
<i>NiK</i>	00.15	00.05

o. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 4% Na₂S₂O₃



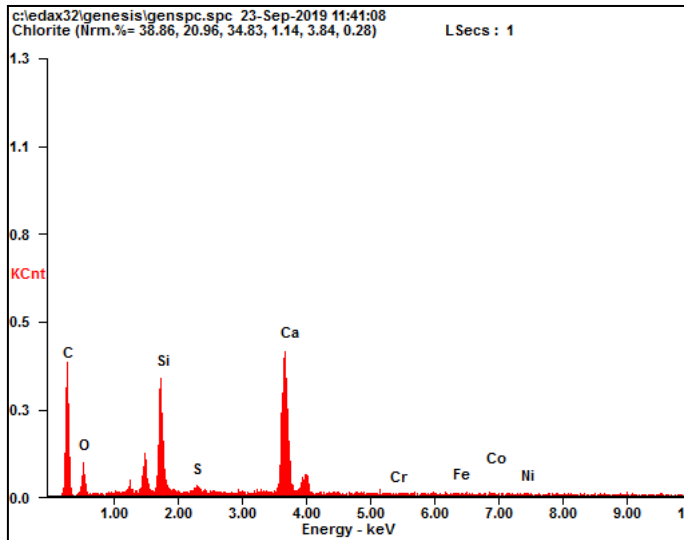
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	22.61	42.82
<i>O K</i>	11.70	16.64
<i>Si K</i>	08.26	06.69
<i>S K</i>	15.41	10.93
<i>Ca K</i>	36.35	20.63
<i>Cr K</i>	01.42	00.62
<i>Fe K</i>	01.80	00.73
<i>Co K</i>	00.90	00.35
<i>Ni K</i>	01.54	00.60

p. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 6% Na₂S₂O₃



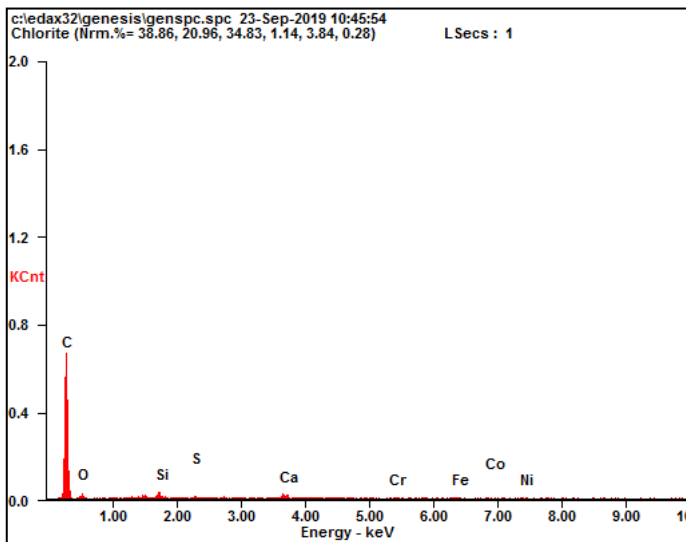
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	49.68	67.49
<i>O K</i>	16.87	17.21
<i>Si K</i>	05.92	03.44
<i>S K</i>	09.01	04.58
<i>Ca K</i>	16.39	06.67
<i>Cr K</i>	00.26	00.08
<i>Fe K</i>	00.91	00.27
<i>Co K</i>	00.54	00.15
<i>Ni K</i>	00.41	00.11

q. Hasil Produk Serbuk Non-Logam Hasil Reduksi 8% Na₂S₂O₃



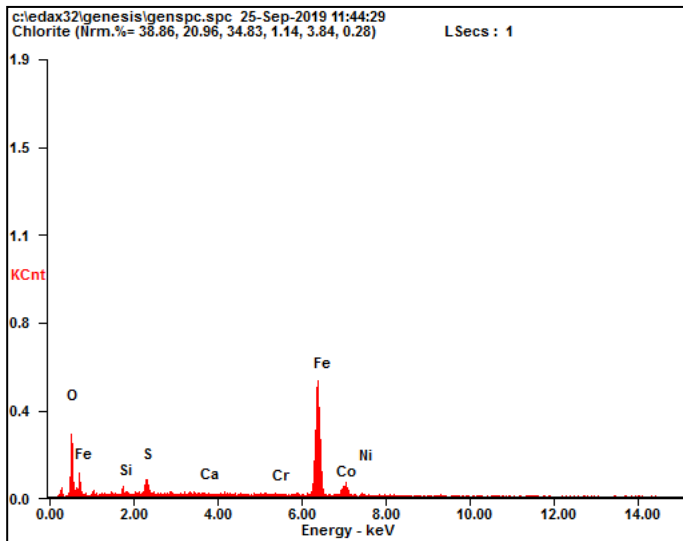
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	37.22	56.82
<i>O K</i>	17.68	20.26
<i>Si K</i>	12.89	08.41
<i>S K</i>	01.16	00.66
<i>Ca K</i>	28.45	13.01
<i>Cr K</i>	00.33	00.12
<i>Fe K</i>	00.82	00.27
<i>Co K</i>	00.67	00.21
<i>Ni K</i>	00.79	00.25

r. Hasil Produk Serbuk Non-Logam Hasil Reduksi 10% Na₂S₂O₃



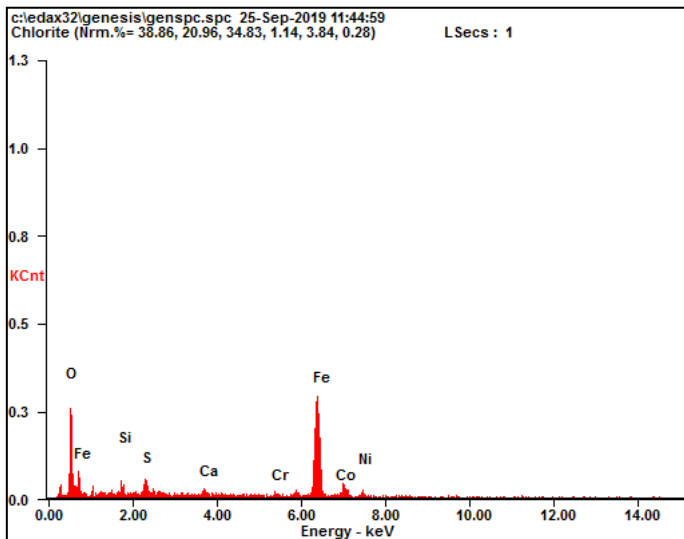
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	79.44	87.73
<i>O K</i>	10.97	09.09
<i>Si K</i>	01.75	00.82
<i>S K</i>	00.94	00.39
<i>Ca K</i>	03.36	01.11
<i>Cr K</i>	01.02	00.26
<i>Fe K</i>	01.64	00.39
<i>Co K</i>	00.88	00.20
<i>Ni K</i>	00.00	00.00

s. Hasil Produk Logam Hasil Reduksi 2% Sulfur Ijen



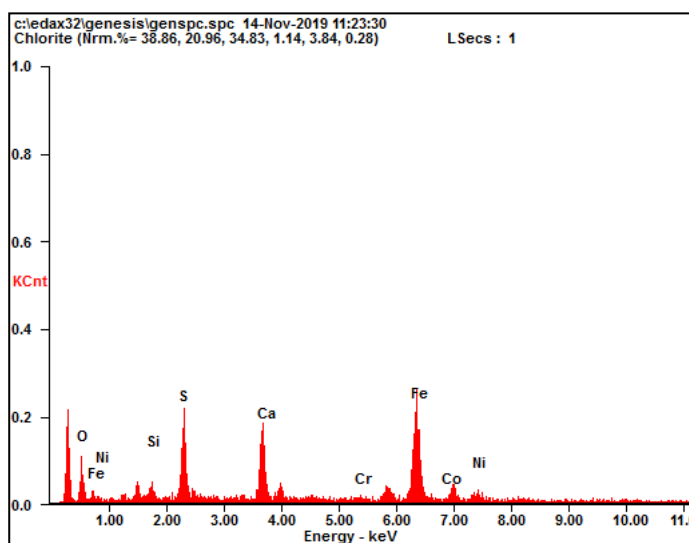
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	10.90	37.42
<i>SiK</i>	00.73	01.04
<i>S K</i>	01.66	02.08
<i>CaK</i>	00.40	00.40
<i>CrK</i>	00.63	00.49
<i>FeK</i>	80.01	54.70
<i>CoK</i>	03.32	02.27
<i>NiK</i>	02.34	01.60

t. Hasil Produk Logam Hasil Reduksi 4% Sulfur Ijen



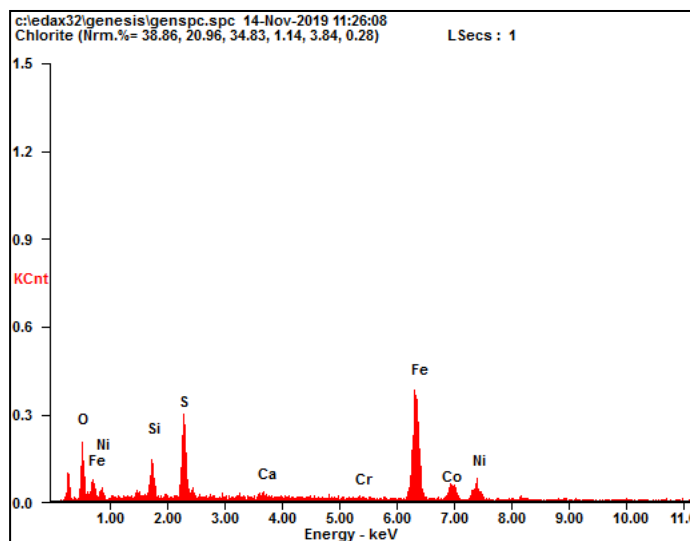
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	19.97	45.11
<i>SiK</i>	02.74	03.53
<i>S K</i>	02.56	02.89
<i>CaK</i>	01.04	00.94
<i>CrK</i>	01.00	00.69
<i>FeK</i>	66.32	42.92
<i>CoK</i>	02.28	01.40
<i>NiK</i>	04.08	02.51

u. Hasil Produk Logam Hasil Reduksi 6% Sulfur Ijen



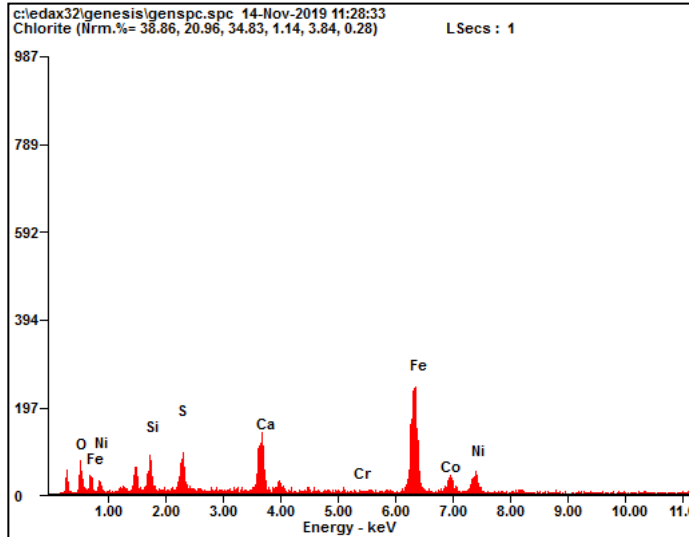
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	12.73	30.12
<i>Si K</i>	02.53	03.41
<i>S K</i>	07.15	13.17
<i>Ca K</i>	10.72	12.96
<i>Cr K</i>	01.05	00.76
<i>Fe K</i>	57.76	34.40
<i>Co K</i>	00.68	00.44
<i>Ni K</i>	07.37	04.75

v. Hasil Produk Logam Hasil Reduksi 8% Sulfur Ijen



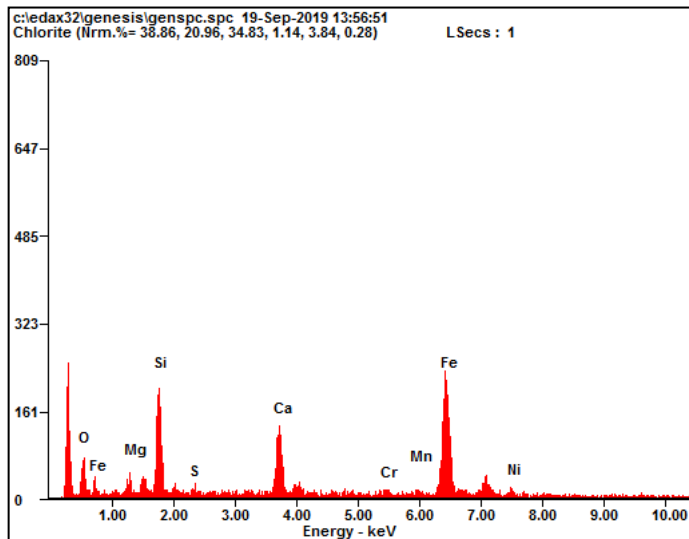
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	11.70	28.67
<i>Si K</i>	05.36	07.48
<i>S K</i>	11.09	13.56
<i>Ca K</i>	01.22	01.19
<i>Cr K</i>	00.88	00.66
<i>Fe K</i>	54.48	38.24
<i>Co K</i>	02.90	01.93
<i>Ni K</i>	12.37	08.26

w. Hasil Produk Logam Hasil Reduksi 10% Sulfur Ijen



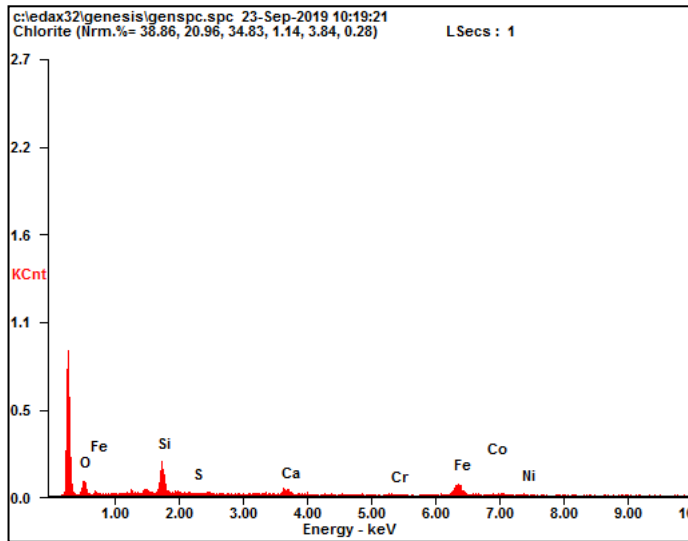
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	08.03	21.18
<i>SiK</i>	04.97	07.46
<i>S K</i>	05.15	06.78
<i>CaK</i>	11.35	11.95
<i>CrK</i>	00.58	00.47
<i>FeK</i>	52.20	39.44
<i>CoK</i>	03.52	02.52
<i>NiK</i>	14.19	10.20

x. Hasil Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 2% Sulfur Ijen



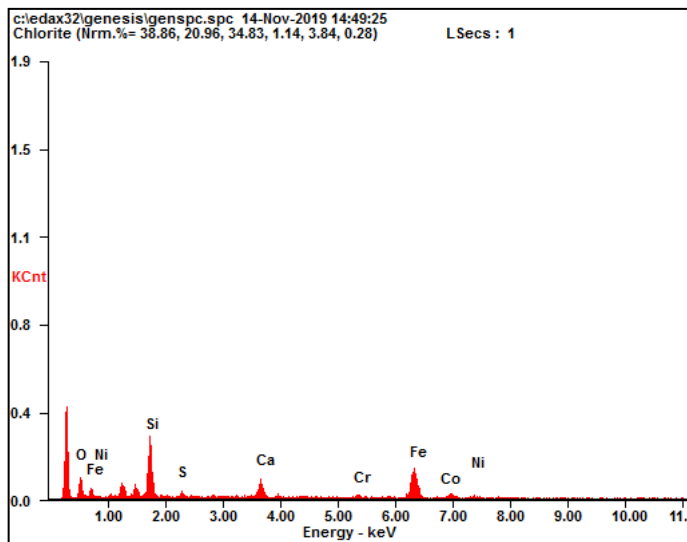
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	10.07	23.71
<i>MgK</i>	05.50	05.43
<i>SiK</i>	14.38	19.29
<i>S K</i>	00.53	00.62
<i>CaK</i>	10.32	09.70
<i>CrK</i>	02.18	01.58
<i>MnK</i>	01.83	01.25
<i>FeK</i>	50.77	35.59
<i>NiK</i>	04.41	02.83

y. Hasil Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 4% Sulfur Ijen



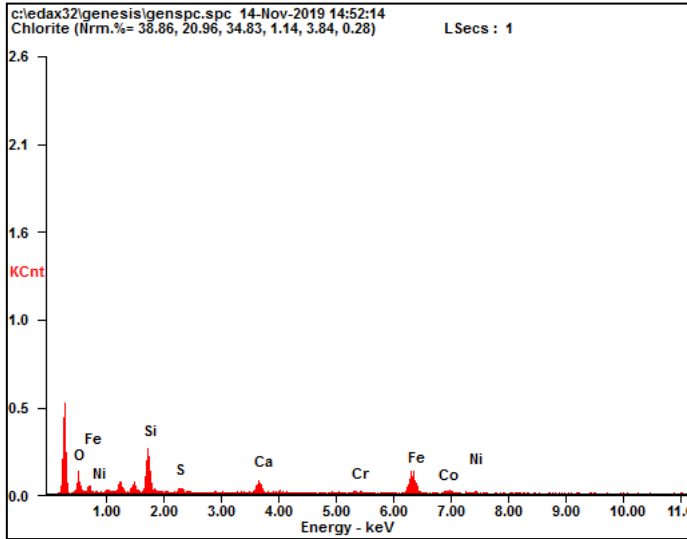
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	21.88	42.35
<i>SiK</i>	13.19	25.57
<i>SK</i>	00.82	00.79
<i>CaK</i>	06.55	05.06
<i>CrK</i>	02.14	01.27
<i>FeK</i>	46.59	20.29
<i>CoK</i>	03.21	01.69
<i>NiK</i>	05.62	02.97

z. Hasil Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 6% Sulfur Ijen



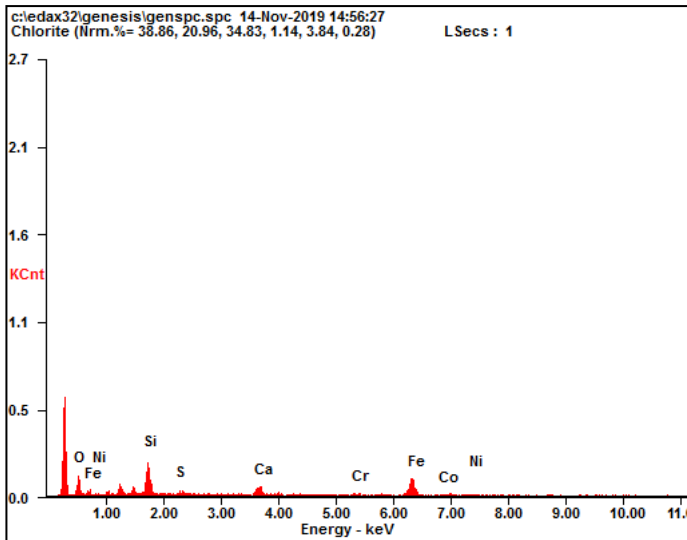
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>OK</i>	15.89	33.34
<i>SiK</i>	22.32	26.67
<i>SK</i>	02.30	02.41
<i>CaK</i>	08.20	06.87
<i>CrK</i>	02.26	01.46
<i>FeK</i>	42.23	25.38
<i>CoK</i>	02.29	01.30
<i>NiK</i>	04.52	02.58

aa. Hasil Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 8% Sulfur Ijen



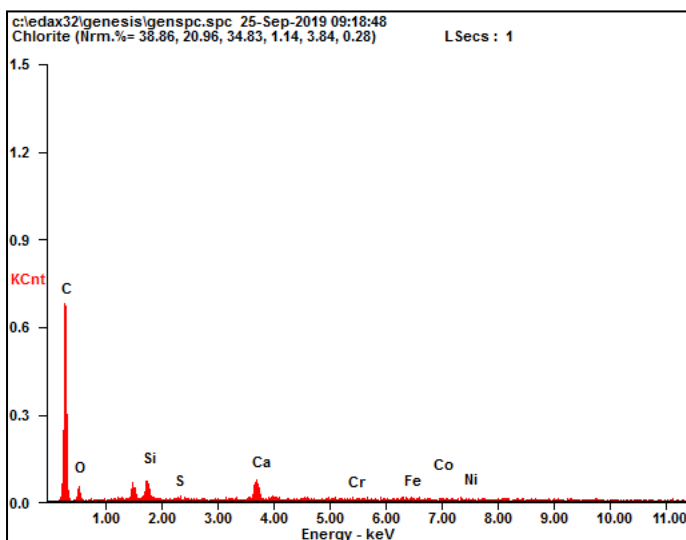
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	18.15	37.01
<i>Si K</i>	21.78	25.30
<i>S K</i>	02.22	02.25
<i>Ca K</i>	07.74	06.30
<i>Cr K</i>	02.36	01.48
<i>Fe K</i>	39.81	23.25
<i>Co K</i>	02.10	01.16
<i>Ni K</i>	05.84	03.24

bb. Hasil Produk Serbuk Logam Hasil Reduksi 10% Sulfur Ijen



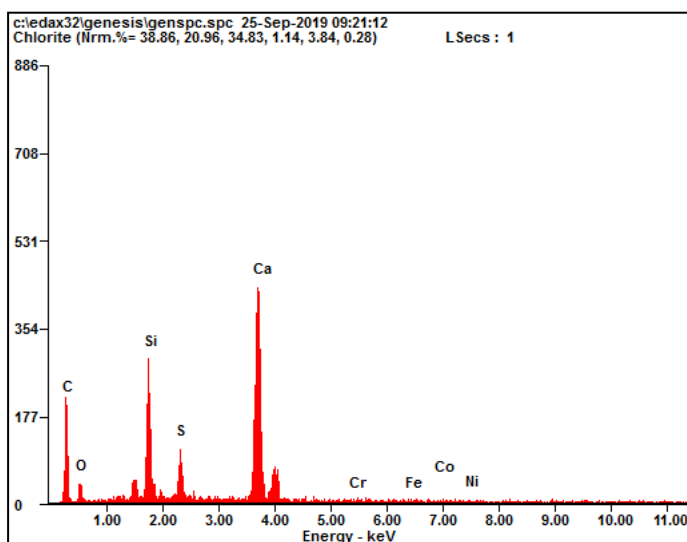
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>O K</i>	27.17	44.25
<i>Si K</i>	20.38	22.17
<i>S K</i>	02.80	02.67
<i>Ca K</i>	07.62	05.81
<i>Cr K</i>	01.92	01.13
<i>Fe K</i>	34.22	20.91
<i>Co K</i>	01.39	00.72
<i>Ni K</i>	04.50	02.34

cc. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 2% Sulfur Ijen



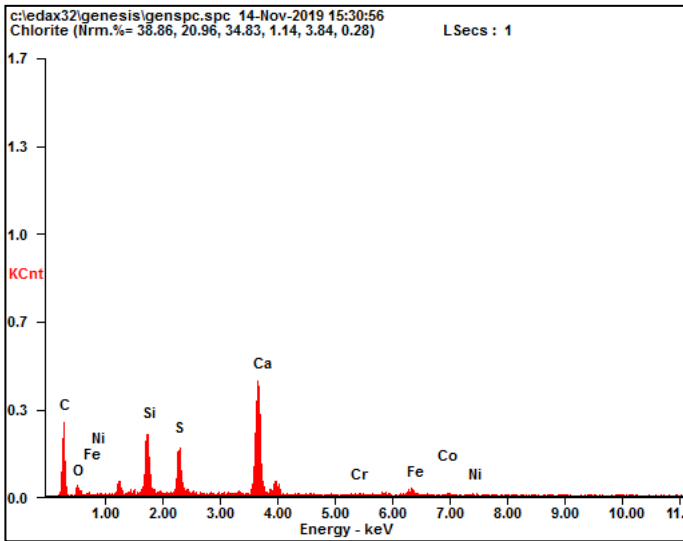
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	66.81	81.21
<i>O K</i>	12.52	11.42
<i>Si K</i>	04.47	02.32
<i>S K</i>	00.62	00.28
<i>Ca K</i>	07.17	02.61
<i>Cr K</i>	00.85	00.24
<i>Fe K</i>	02.90	00.76
<i>Co K</i>	01.94	00.48
<i>Ni K</i>	02.71	00.67

dd. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 4% Sulfur Ijen



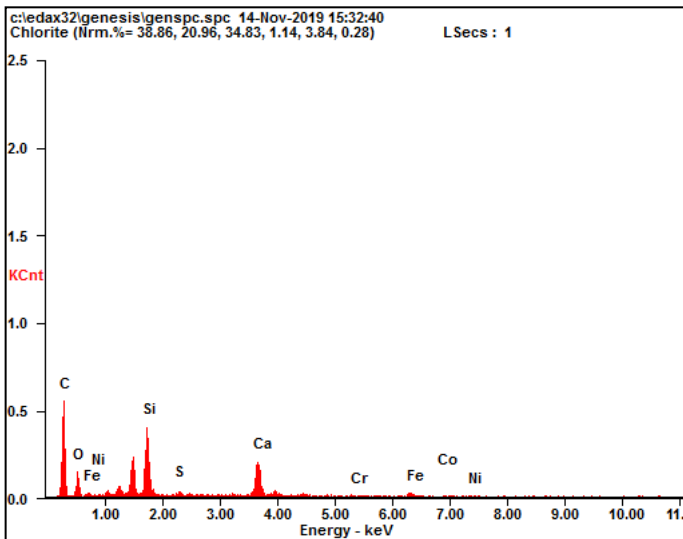
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	26.98	47.88
<i>O K</i>	12.82	17.09
<i>Si K</i>	13.20	10.02
<i>S K</i>	05.05	03.36
<i>Ca K</i>	37.76	20.08
<i>Cr K</i>	00.68	00.28
<i>Fe K</i>	01.18	00.45
<i>Co K</i>	01.07	00.39
<i>Ni K</i>	01.25	00.45

ee. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 6% Sulfur Ijen



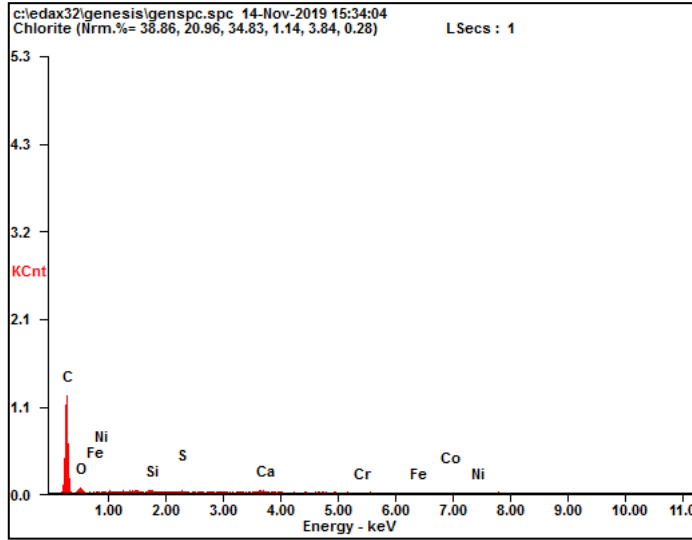
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	32.97	56.83
<i>O K</i>	08.21	10.62
<i>Si K</i>	10.35	07.63
<i>S K</i>	08.47	05.47
<i>Ca K</i>	31.94	16.50
<i>Cr K</i>	00.62	00.25
<i>Fe K</i>	04.95	01.83
<i>Co K</i>	00.81	00.29
<i>Ni K</i>	01.67	00.59

ff. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 8% Sulfur Ijen



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>C K</i>	47.73	64.61
<i>O K</i>	20.32	20.65
<i>Si K</i>	13.22	07.65
<i>S K</i>	01.05	00.53
<i>Ca K</i>	12.38	05.02
<i>Cr K</i>	00.65	00.20
<i>Fe K</i>	03.27	00.95
<i>Co K</i>	00.59	00.16
<i>Ni K</i>	00.79	00.22

gg. Hasil Produk Serbuk Non Logam Hasil Reduksi 10% Sulfur Ijen



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>CK</i>	76.54	84.12
<i>OK</i>	16.05	13.24
<i>SiK</i>	01.92	00.90
<i>SK</i>	01.18	00.49
<i>CaK</i>	02.48	00.82
<i>CrK</i>	00.38	00.10
<i>FeK</i>	00.70	00.17
<i>CoK</i>	00.30	00.07
<i>NiK</i>	00.45	00.10

F. Dokumentasi Penelitian



Briket siap reduksi



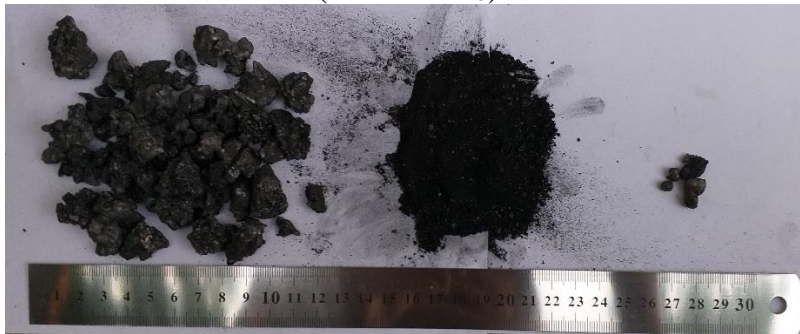
Proses holding pada suhu 700°C dan peningkatan temperatur



Proses *holding* pada suhu 1400°C selama 6 jam



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(2% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(4% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(6% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(8% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(2% Sulfur Ijen)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(4% Sulfur Ijen)



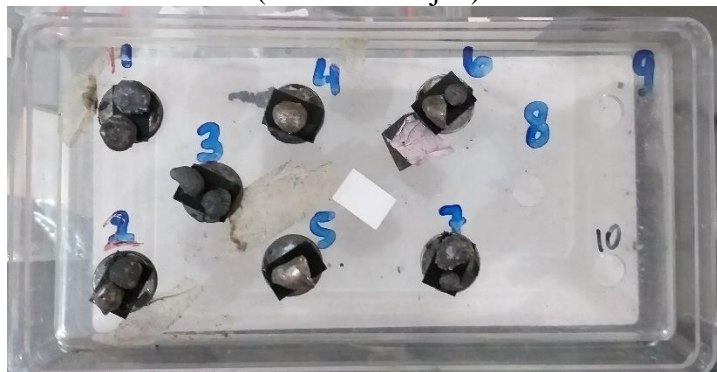
Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(6% Sulfur Ijen)



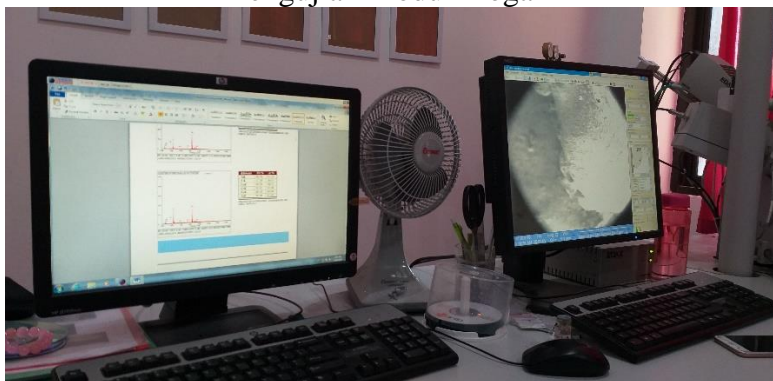
Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(8% Sulfur Ijen)



Produk reduksi non-magnetik, serbuk magnetik dan logam
(10% Sulfur Ijen)



Pengujian Produk Logam



Analisis dan Pengolahan Data

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIOGRAFI PENULIS



Akhmad Berryl Widyartha lahir di Pure, tanggal 13 April 1994. Penulis merupakan anak kedua dari lima bersaudara pasangan La Lombo (Alm) dan Samsiah. Pendidikan formal yang pernah ditempuh oleh penulis yaitu SDN 1 Wakorumba Selatan, kemudian melanjutkan di SMPN 2 Raha, dan SMAN 1 Raha. Setelah mengenyam pendidikan dasar, menengah hingga atas, penulis melanjutkan studi ke perguruan tinggi di Jurusan Kimia, Universitas Halu Oleo pada tahun 2012 dan lulus pada 2016 dengan IPK 3,93 dan predikat Wisudawan Terbaik Tingkat Universitas. Selama studi sarjana, penulis aktif mengikuti organisasi internal dan eksternal kampus seperti menjadi Sekretaris HMJ Kimia FMIPA (2014-2015), Sekretaris HIPMAWA (2014-2016) dan *Volunteer* Aku Peduli Pendidikan Muna (2014-2017). Penulis menunjukkan ketertarikan pada dunia ekstraksi mineral khususnya yang mengandung Nikel sejak mendapat medali perunggu Pekan Ilmiah Mahasiswa Nasional ke-28 dengan karya berkaitan dengan *slag* nikel PT. ANTAM. Hal tersebutlah yang mendorong penulis melanjutkan studi pada program magister di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada tahun 2018 sebagai *awardee* Beasiswa LPDP. Penulis yang juga dipercaya sebagai Koordinator Beasiswa LPDP ITS (Lurah LPDP ITS) melakukan penelitian tesis dengan topik benefisasi bijih nikel kadar rendah secara pirometalurgi di bawah bimbingan Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., dan Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil., Ph.D, yang berjudul “Reduksi Selektif Bijih Nikel Laterit Limonitil dengan Variasi Aditif Natrium Tiosulfat dan Sulfur Alam Kawah Ijen menggunakan Reaktor *Bed* Batubara-*Limestone*”.

Akhmad Berryl Widyartha
berrylwidyartha13@gmail.com
+62 85222260210