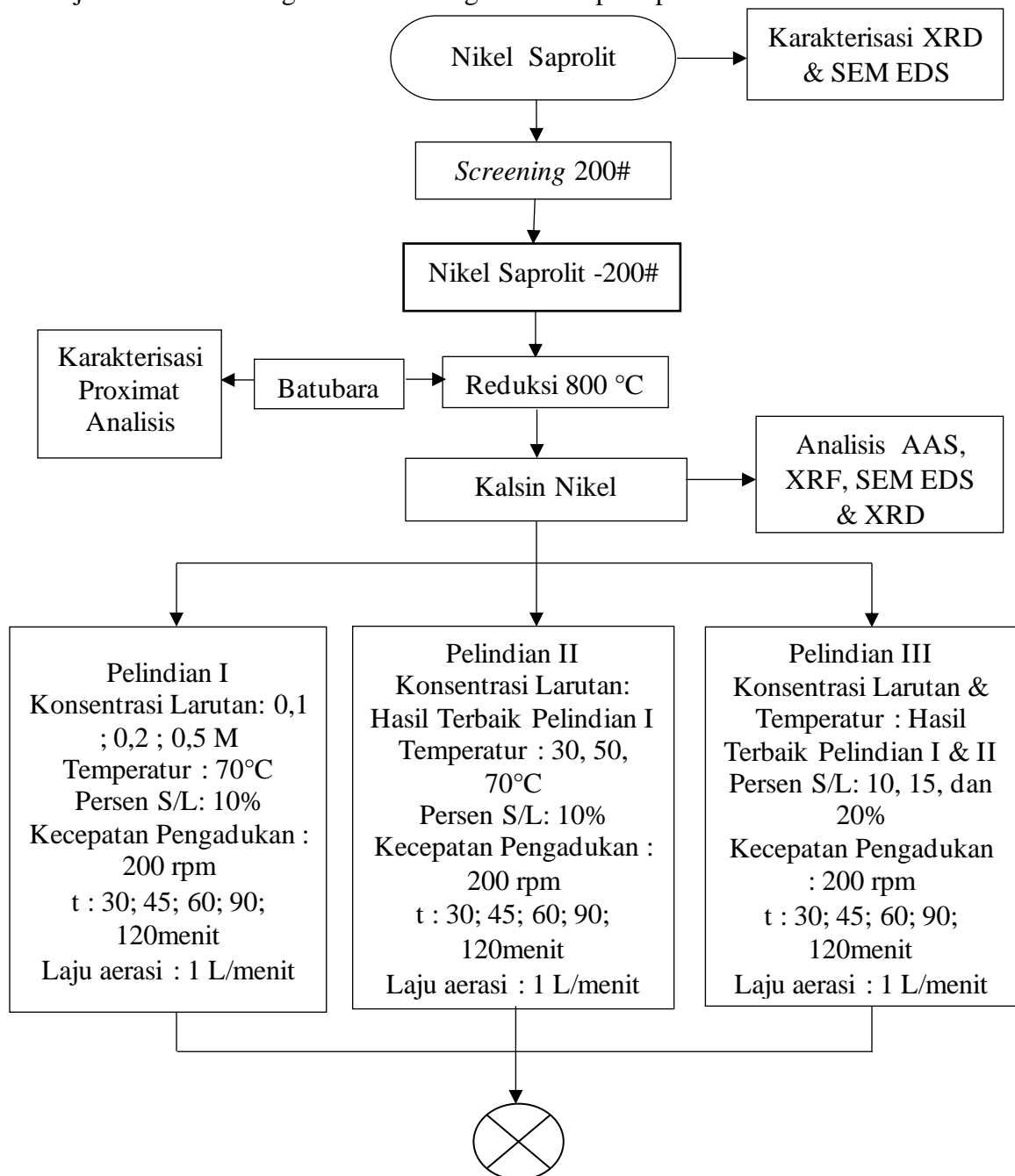


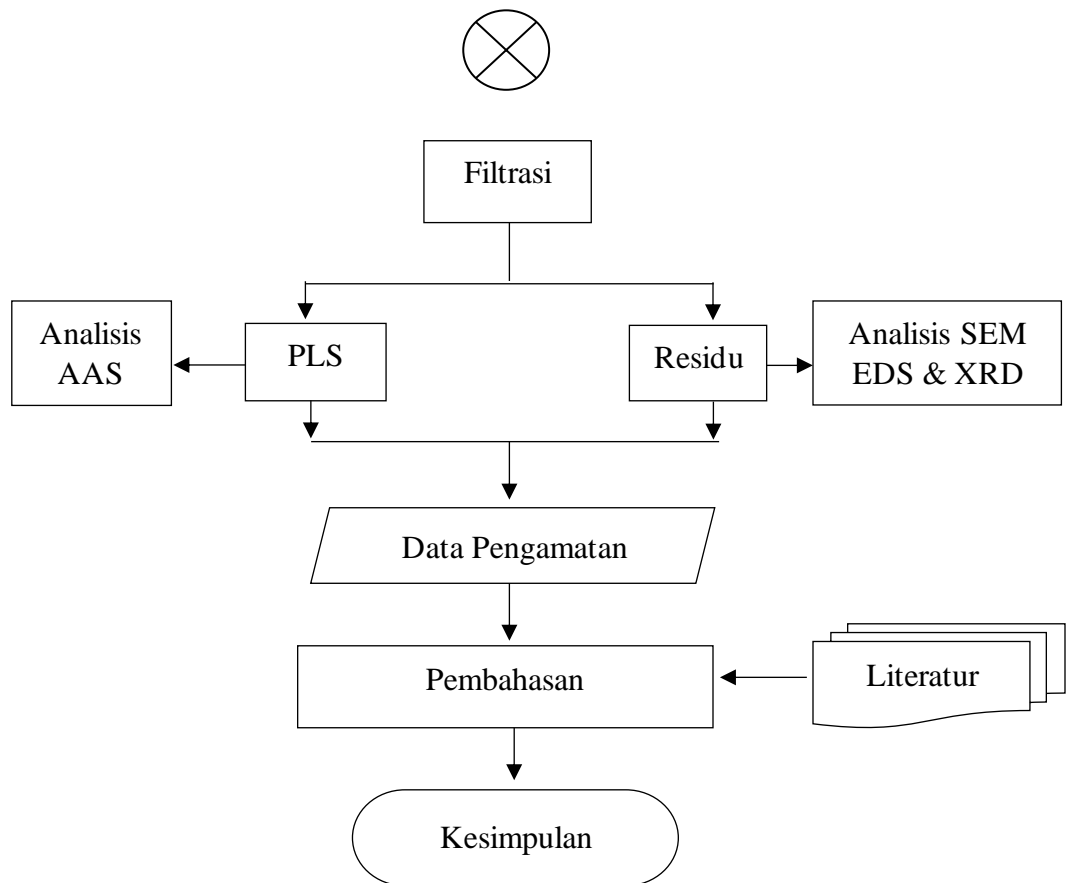
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Adapun prosedur penelitian yang dilakukan pada penelitian ini dapat dijelaskan secara singkat melalui diagram alir seperti pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Berikut ini merupakan alat-alat yang digunakan pada penelitian ini:

1. *Bulb*
2. Corong
3. *Furnace*
4. Gelas Beker
5. Kertas Saring
6. Labu Ukur
7. *Leaching Equipment*

8. Mesin Uji AAS
9. Mesin Uji SEM
10. Mesin Uji XRD
11. Mesin Uji XRF
12. Neraca Digital
13. Oven
14. Termometer

3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Berikut ini merupakan bahan-bahan yang digunakan pada penelitian:

1. Aquades
2. Nikel Saprolit
3. Larutan H₂SO₄

3.3 Prosedur Penelitian

Langkah awal dalam prosedur penelitian ini adalah bahan baku diakarakterisasi menggunakan AAS, XRF, dan XRD. Setelah itu, bijih nikel saprolit diayak dengan ukuran -200#. Kemudian dilakukan proses reduksi bijih nikel menjadi kalsin dengan temperatur 800°C ditambah 20% batubara menggunakan *furnace*. Proses reduksi ini berfungsi untuk penurunan bilangan oksidasi. Temperatur reduksi sebesar 800°C karena menurut literatur bijih nikel saprolit yang diberi perlakuan proses *roasting* akan muncul fasa *iron nickel* terutama pada saat temperatur 800°C. Berdasarkan diagram pourbaix, nikel tereduksi di temperatur sekitar 600-800°C, jika di atas 800°C maka terjadi austenisasi. Penambahan 20% batubara berfungsi untuk mempercepat reaksi pelindian dan meningkatkan

perolehan nikel.

Setelah diperoleh kalsin nikel dari proses reduksi, selanjutnya diuji XRD, untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada sampel. Setelah itu, sampel dilakukan proses pelindian menggunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 0,1 ; 0,2 ; 0,5 M dengan kecepatan pengadukan 200 rpm dan laju aerasi 1 L/menit. Penggunaan laju aerasi pada proses pelindian ini berfungsi untuk mempercepat reaksi pelindian. Kemudian, dari ketiga larutan tersebut ditentukan yang paling terbaik dari hasil uji AAS. Apabila sudah didapatkan, dilanjutkan ke proses pelindian nikel dengan variasi temperatur 30, 50, 70°C. Dari ketiga variasi temperatur tersebut, diambil hasil yang paling optimal.

Langkah selanjutnya adalah proses pelindian nikel dengan variasi persen S/L 10%, 15%, 20%. Cara membuat larutan nikel dan H₂SO₄ dengan persen S/L 10% adalah larutan H₂SO₄ yang digunakan sebanyak 800 ml, kemudian ditambahkan 10%. Begitu juga untuk variasi persen S/L 15% dan 20%. Dari proses pelindian dengan ketiga larutan tersebut ditentukan yang paling terbaik dari hasil uji AAS. Setiap setelah dilakukan pelindian, maka dilanjutkan dengan tahap filtrasi menggunakan kertas saring. Diperoleh PLS dan residu yang kemudian dilakukan pengujian AAS pada PLS dan uji XRD, SEM pada residunya. Data yang diamati adalah kadar Ni dan persen ekstraksi Ni. Cara menghitung persen ekstraksi nikel, yaitu jumlah nikel yang berhasil diperoleh dibandingkan dengan jumlah nikel pada keadaan awal. Analisis ini dilakukan dengan menggunakan alat AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) berdasarkan standar ASTM D5863-00a(2016), analisis XRD berdasarkan standar JCPDS-ICDD card 38-0715, sedangkan

pengujian SEM berdasarkan standar JSM-6510LV. Prosedur pengujian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pengujian *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Pengujian XRF untuk menganalisis komposisi unsur awal dalam suatu sampel secara cepat pada kalsin nikel saprolit. Analisis XRF dilakukan berdasarkan standar ASTM E2465-19. Sampel disiapkan sebanyak 5 gram untuk dianalisis XRF. Sampel dipreparasi terlebih dahulu menjadi bentuk koin dengan menggunakan alat *press*. Lalu *holder* disiapkan dan bagian bawah *holder* ditutup dengan plastik transparan. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam *holder*. Mesin XRF dioperasikan dan juga piranti lunak yang digunakan dipilih untuk melakukan analisis. *Output* dari analisis XRF berupa data komposisi unsur yang terkandung pada sampel dalam satuan persen.

2. Pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)

Filtrat atau *Pregnant Leach Solution* (PLS) dari hasil filtrasi dianalisis menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) berdasarkan standar ASTM D5863-00a(2016). Pengujian AAS dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur nikel dan besi dalam sampel. PLS yang akan dianalisis masing-masing di-sampling sebanyak 5 ml, lalu diencerkan. *Output* dari analisis AAS berupa data kandungan unsur nikel dan besi dalam satuan ppm (mg/l).

3. Pengujian XRD

Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui morfologi dan distribusi mineral serta jenis-jenis mineral pembentuk sampel. Standar yang digunakan pada uji karakterisasi XRD yaitu JCPDS-ICDD card 38-0715. Pada pengujian ini, sampel disiapkan sebanyak 10 gram. Selanjutnya sampel diletakkan pada sampel *holder* pada kaca *slide* mikroskop, serta dilakukan pengukuran sebelum masuk ke dalam mesin XRD, kemudian dimasukkan ke dalam mesin XRD, lalu dilakukan analisis. Dari hasil perekaman sampel akan dihasilkan grafik difraktogram yaitu grafik hubungan antara intensitas dan 2θ . Setelah itu, grafik dianalisis menggunakan aplikasi *High Score Plus* untuk mengetahui senyawa yang terbentuk.

4. Pengujian SEM

Bahan baku, kalsin, dan residu dianalisis dengan SEM berdasarkan standar JSM-6510LV. Pengujian SEM dilakukan untuk menghasilkan gambar mikro struktur dan komposisi unsur kimia pada sampel. Mekanisme pengujian ini, menyiapkan sampel sebanyak 10 gram terlebih dahulu, kemudian sampel diletakkan di atas *holder*. Setelah itu penutup SEM diarahkan untuk masuk secara perlahan, pada tahap ini sampel tidak boleh menyentuh logam pembatas. Perbesaran, kontras, dan fokus diatur sesuai yang diinginkan, selanjutnya dipilih bagian sampel yang akan disinari oleh berkas elektron yang akan diambil. Analisis dilakukan dengan perbesaran 500 kali dan 1000 kali.