

ANALISIS XRD DAN SEM TERHADAP HASIL KALSINASI PADA BIJIH NIKEL LATERIT JENIS SAPROLIT

Agus Budi Prasetyo^{1*}, Iwan Setiawan² dan Meyta³

^{1,2}Puslit Metalurgi dan Material LIPI, Gedung 470,

Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia

³Jurusan Kimia, Fakultas MIPA UNS Surakarta

*E-mail : chencen_abp@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan studi karakteristik terhadap hasil kalsinasi pada bijih nikel laterit jenis saprolit. Pada tahap preparasi, dilakukan proses pengeringan, penggerusan, dan pengayakan. Bijih yang berbentuk bongkahan dilakukan proses pengeringan (*drying*). Sampel dimasukkan kedalam oven dengan suhu 100°C selama 7 jam. Bijih saprolit selanjutnya digerus dengan menggunakan diskmill untuk mendapatkan ukuran 100 mesh. Tahap berikutnya yaitu pemanasan atau kalsinasi, sampel saprolit dikalsinasi di dalam muffle furnace selama 1 jam, variasi temperatur 600 °C, 800 °C, dan 1000 °C. Sampel awal (saprolit raw) dan sampel akhir (saprolit kalsinasi 600,800,dan1000 °C) dikarakterisasi kristalinitas dan fasa yang terbentuk dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk morfologi dan komposisi mineral serta mengetahui letak persebarannya. Dengan analisis XRD pada temperatur 600°C, senyawa yang terlihat pada difraktogram adalah SiO₂, fosterit (Mg₂SiO₄), dan Mg₃[Si_{2-x}O₅](OH)_{4-4x}, temperatur 800°C menunjukkan adanya senyawa SiO₂ dan fosterit (Mg₂SiO₄), temperatur 1000°C menunjukkan adanya SiO₂, fosterit (Mg₂SiO₄), dan Fe₂O₃. Untuk analisis SEM dapat dilihat bahwa sampel hasil kalsinasi terlihat semakin tinggi temperature maka penampakan permukaan morfologi hasil SEM akan terbentuk rongga-rongga yang semakin besar.

Kata Kunci : Nikel laterit, saprolit, kalsinasi, XRD, SEM

ABSTRACT

Has conducted studies on the characteristics of the results calcination saprolite laterite ore types. At the stage of preparation, conducted the drying process, grinding and sieving. Ore-shaped chunks conducted the drying process (*drying*). Samples were put into the oven at 100 ° C for 7 hours. Furthermore saprolite ore using diskmill crushed to a size of 100 mesh. The next stage of the heating or calcination, saprolite sample calcination in muffle furnace for 1 hour, variations in temperature of 600°C, 800°C, and 1000° C. The initial sample (saprolite raw) and the final sample (saprolite calcination 600,800, and 1000 °C) characterized crystallinity and phase formed by X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) to morphology and mineral composition and to know the location of its range. With XRD analysis looks at a temperature of 600° C, the compound shown in the diffractogram is SiO₂, fosterit (Mg₂SiO₄), and MG₃ [Si_{2-x}O₅] (OH)_{4-4x}, temperatures of 800 ° C indicates the presence of compounds SiO₂ and fosterit (Mg₂SiO₄) , a temperature of 1000 ° C indicates SiO₂, fosterit (Mg₂SiO₄), and Fe₂O₃. For SEM analysis shows that a sample of the calcination the higher the temperature so the visible appearance of the surface morphology SEM results will be increasingly formed cavities cavity increases.

Keywords: Nickel laterite, saprolite, calcination, XRD, SEM

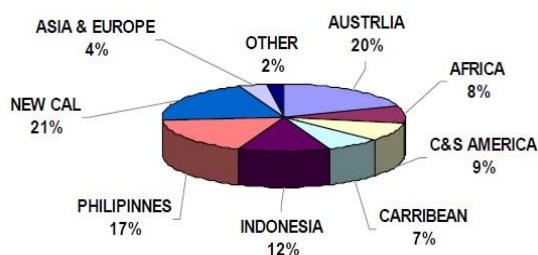
PENDAHULUAN

Bijih nikel laterit merupakan salah satu sumber daya mineral yang melimpah di Indonesia. Seperti dalam Gambar 1, cadangan bijih nikel laterit di Indonesia mencapai 12% cadangan nikel dunia, yang tersebar di Pulau

Sulawesi, Maluku, dan pulau-pulau kecil disekitarnya.^[1] Bijih nikel laterit ini digolongkan menjadi dua jenis, yaitu saprolit yang berkadar nikel tinggi dan limonit yang berkadar nikel rendah. Perbedaan menonjol dari 2 jenis bijih ini adalah kandungan Fe (besi) dan

Mg (magnesium), bijih saprolit mempunyai kandungan Fe rendah dan Mg tinggi sedangkan limonit adalah sebaliknya.

Di dunia, bijih nikel dapat diperoleh melalui pembentukan di alam berdasar kondisi geologis negara bersangkutan, yakni: bijih nikel jenis sulfida dan bijih nikel jenis oksida.^[2] Bijih nikel jenis sulfida banyak terdapat di negara-negara sub tropis seperti Canada, Rusia, Eropa Utara, dan Australia. Sedangkan bijih jenis oksida terdapat di negara tropis seperti Indonesia, Filipina, Papua Nugini, Brazil, Afrika Barat, Meksiko dan negara-negara Amerika Tengah.^[3] Bijih nikel merupakan salah satu mineral ekonomis sehingga eksplorasi mineral nikel banyak dilakukan. Pada dasarnya ada beberapa tahapan dalam pengolahan bijih nikel mulai dari eksplorasi, perencanaan tambang, *clearing area*, proses penambangan dan terakhir yaitu pemrosesan bijih nikel.^[4]



Gambar 1. Jumlah Cadangan Nikel Laterit Dunia^[1]

Secara umum, jenis nikel laterit terbagi menjadi dua tipe, yaitu limonit dan saprolit. Keduanya terdapat dalam kedalaman yang berbeda. Bijih limonit terdapat dalam lapisan yang lebih dangkal, sedangkan saprolit terdapat dalam lapisan yang lebih dalam. Kadar nikel dalam bijih jenis saprolit lebih tinggi dibanding bijih nikel jenis limonit. Nikel dalam bijih saprolit biasanya di atas 1.6% (bisa sampai 2.5 %).^[5] Sedangkan kadar nikel dalam bijih limonit berkisar antara 1 sampai 1.6 %. Bijih limonit kaya akan Oksida Fe, mengandung Mg dan silikat yang rendah. Sedangkan bijih saprolit kaya akan Mg dan Silikat. Pada bijih limonit, nikel terutama terjadi dari goethite dan bijihnya biasanya diperlakukan dengan teknik hidrometalurgi. Nikel pada bijih saprolit terjadi terutama dalam Silikat Mg seperti *garniete* dan *chlorite*. Dalam batuan *ultramafic*, kandungan nikel dari olvine <3%, sumber nikel asli dalam

laterit biasanya < 0,3% Ni. Kebanyakan bijih saprolit diproses oleh metode pirometalurgi.^[6]

Studi tentang peningkatan nilai guna pada bijih nikel jenis saprolit ini belum terlalu banyak dilakukan di Indonesia. Meskipun secara komersial telah banyak digunakan untuk pembuatan *feronikel* dan *nikel matte*. Saprolit perlu dilakukan studi yang lebih bervariasi. Adanya kadar Ni yang cukup tinggi pada bijih nikel laterit jenis saprolit ini memacu untuk melakukan studi karakteristik pemanasan terhadap bijih nikel laterit jenis saprolit. Karakteristik fisik saprolit hasil pemanasan tersebut nantinya akan ditinjau menggunakan instrument berupa SEM maupun XRD.

METODE PENELITIAN

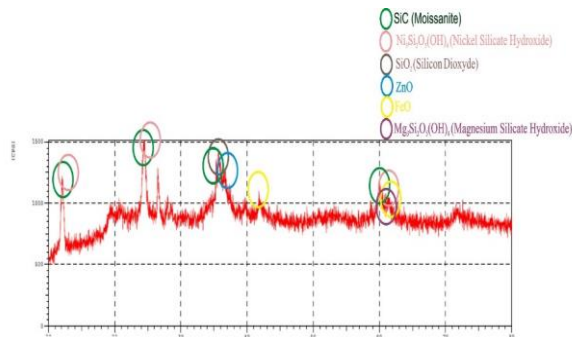
Pada tahap perlakuan awal, dilakukan proses pengeringan, penggerusan, dan pengayakan. Bijih yang berbentuk bongkahan dilakukan proses pengeringan (*drying*). Sampel dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100°C selama 7 jam. Bijih saprolit selanjutnya digerus dengan menggunakan *crusher* untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil sekitar 1-2 cm. Tahap selanjutnya adalah proses pengayakan (*screening*). Proses ini bertujuan untuk memperoleh ukuran butir yang seragam. Dalam penelitian ini, ukuran ayak yang digunakan adalah 100 mesh, alat yang digunakan adalah *disk mill*, untuk memperoleh ukuran ayak 100 mesh dibutuhkan waktu sekitar 2 menit. Sampel saprolit yang berukuran 100 mesh masing-masing diambil 100 gram. Setiap 100 gram sampel saprolit dikalsinasi di dalam *muffle furnace* selama 1 jam, variasi suhu yang dilakukan adalah 600 °C, 800 °C, dan 1000 °C.

Sampel awal (saprolit *raw*) dan sampel akhir (saprolit kalsinasi 600, 800, dan 1000 °C) dikarakterisasi kristalinitas dan fasa yang terbentuk dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk morfologi dan komposisi mineral serta mengetahui letak persebarannya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Mineralogi Bijih Nikel Laterit jenis Saprolit Raw

Bijih nikel saprolit *raw* yang digunakan berasal dari Pomalaa, Sulawesi Tenggara. Difraktogram yang dihasilkan dari uji XRD dapat dilihat dalam gambar 2 sebagai berikut.



Gambar 2. Hasil XRD dari bijih nikel saprolit

Dari difraktogram diatas terlihat bahwa fasa yang terbentuk adalah SiC, $\text{Ni}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, SiO_2 , ZnO dan FeO. Itu adalah senyawa dominan yang terkandung pada saprolit *raw*. Menurut standar LPF (Linus Pauling File) No. 2080021, terlihat bahwa senyawa dominan adalah SiC dan $\text{Ni}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ terlihat dari tinggi spektra terbesar menunjukkan senyawa itu. Adapula senyawa lain yang terkandung namun tidak terlalu dominan seperti $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, SiO_2 , ZnO. Dan FeO. Karakterisasi mineralogi saprolit *raw* secara kuantitatif dilakukan dengan menganalisis kadar Fe dan Ni menggunakan spectrometer AAS.

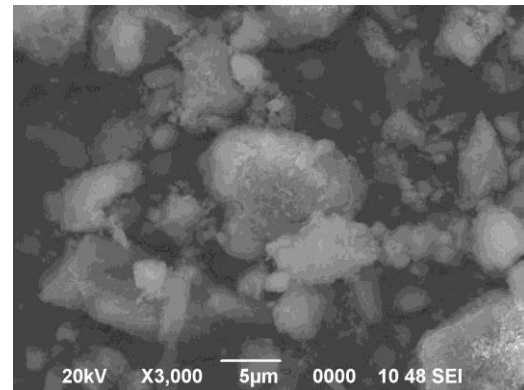
Tabel 1. Analisis Kadar Ni dan Fe dalam bijih nikel Saprolit

Nama unsur	Kadar (%)
Ni	1,4838
Fe	8,648

Menurut literatur (Pratama, 2011) kadar Fe dan dalam bijih nikel saprolit sebesar 10-15% sedangkan kadar Nikel adalah 1,5-2%.^[7] Perolehan yang didapat tidak menyerupai literatur karena memang sampel saprolit *raw* yang digunakan berada pada kondisi dan lingkungan yang berbeda.

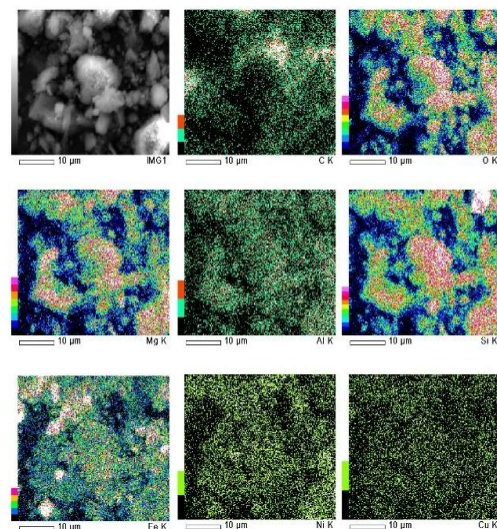
Karakterisasi saprolit *raw* juga dilakukan dengan SEM perbesaran 3000x terlihat pada gambar 3. Pada gambar 3 terlihat bahwa besar ukuran butir pada hasil SEM menunjukkan tidak homogen, ukurannya masih

belum seragam hal ini disebabkan karena pada waktu penggerusan dilakukan secara manual dengan menggunakan mortar agate.



Gambar 3. Morfologi Saprolit perbesaran 3000x pada SEM

Untuk mengetahui persebaran unsurnya, dibandingkan dengan hasil *mapping* yang diperoleh dapat ditunjukkan pada gambar 4.



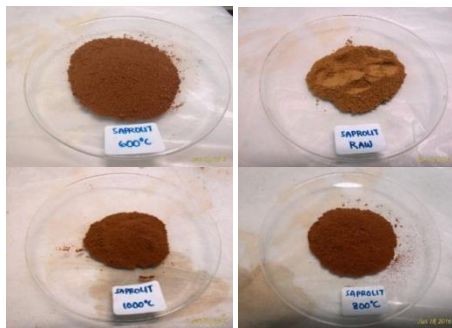
Gambar 4. Pola Mapping saprolit perbesaran 3000x

Pada gambar 4 disajikan pola mapping yang terdeteksi, dimana warna mengkilat dengan warna merah menunjukkan bahwa keberadaan unsur cukup tinggi. Terlihat bahwa unsur yang dominan adalah O, Si, dan Mg sangat mendominasi. Persebaran unsur O, Si dan Mg sangar merata pada penampang butir. Persebaran unsur lain yang ada seperti C, Ni, dan Cu akan tetapi tidak dominan hal ini bahwa unsur tersebut diindikasikan mempunyai kadar yang rendah jika dibanding dengan unsur O, Si

dan Mg. Hasil analisa SEM dicocokkan dengan XRD menunjukkan keterkaitan yang baik terlihat dari senyawa yang terbentuk seperti SiC , $\text{Ni}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, SiO_2 , dan FeO .

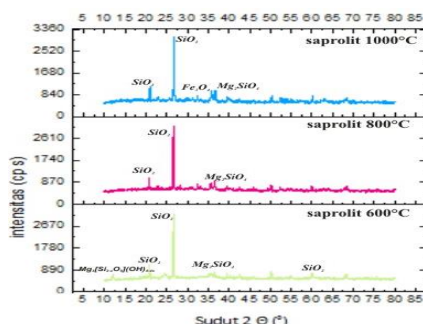
Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Karakterisasi Nikel Laterit Jenis Saprolit

Kalsinasi adalah proses dekomposisi material raw dengan melakukan pemangangan dalam suhu yang relative tinggi. Proses pirometalurgi telah dilakukan dengan cara kalsinasi sampel *raw* dengan variasi suhu 600, 800, dan 1000°C. Perbedaan wujud fisik yang terlihat pada gambar 5.



Gambar 5. Perbandingan saprolit raw dengan hasil kalsinasi (600, 800, 1000° C)

Perbedaan yang terlihat tidak terlalu signifikan dari segi warna. Namun setelah dilakukan karakterisasi mineral dengan XRD dan bentuk morfologinya dengan SEM. Ada perbedaan yang terlihat. Hasil analisis XRD menunjukkan perbandingan difraktogram dari ketiga simplisia hasil kalsinasi diatas terlihat pada gambar 6.



Gambar 6. Perbandingan difraktogram saprolit kalsinasi 600, 800, dan 1000 C

Pada suhu 600°C, senyawa yang terlihat pada difraktogram adalah SiO_2 , fosterit (Mg_2SiO_4), dan $\text{Mg}_3[\text{Si}_2\text{O}_5](\text{OH})_4$.

4x, suhu 800°C menunjukkan adanya senyawa SiO_2 dan fosterit (Mg_2SiO_4), suhu 1000°C menunjukkan adanya SiO_2 , fosterit (Mg_2SiO_4), dan Fe_2O_3 .

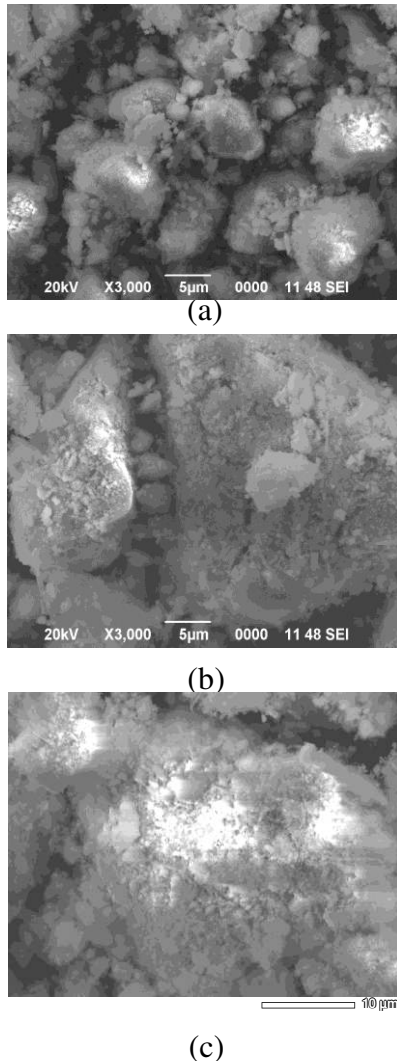
Bijih nikel saprolit hasil kalsinasi terbentuk fasa Ni dan Fe metalik yang terperangkap dalam senyawa kompleks *fosterite* (Mg_2SiO_4), hal ini disebabkan karena ukuran jari-jari Ni (135 ppm) dan Fe (140 ppm) yang besarnya lebih kecil dari Mg (160 ppm), jadi keduanya terdifusi ke dalam *fosterite* membentuk *solid substituent solution*.

Peninjauan morfologi saprolit hasil kalsinasi dilakukan dengan SEM. Analisis yang telah dilakukan dapat memberikan persebaran unsur yang terkandung dalam bijih saprolit hasil kalsinasi nikel gambar 7 (a) adalah bentuk morfologi dari saprolit hasil kalsinasi 600°C pada perbesaran 3000x. Dari pola mappingnya, fase mengkilat ditunjukkan pada kelimpahan unsur O, Mg, Si, dan Fe unsur lain yang keberadaannya minor disini adalah C, Al, dan Ni. Analisa kuantitatif juga dilakukan dengan metode standar ZAF, presentase persebaran Ni dan Fe yang teridentifikasi adalah sebesar 1,77% dan 8,91%.

Bentuk morfologi saprolit kalsinasi 800°C terlihat pada gambar 7 (b). Berdasarkan pola mappingnya, fase mengkilat terlihat pada kelimpahan unsur O, Fe, Si, dan Mg yang cukup dominan, sedangkan unsur minornya adalah C, Ni, dan Cu. Analisa kuantitatif juga dilakukan dengan metode standar ZAF, presentase persebaran Ni dan Fe yang teridentifikasi adalah sebesar 1,43% dan 6,43%. Saprolit kalsinasi 1000°C terlihat pada gambar 7 (c). Pola mapping menunjukkan fase mengkilat terdapat pada kelimpahan O, Mg, Si, dan Fe. Unsur lain yang minor adalah Ni. Analisis kuantitatif dengan metode standar ZAF menunjukkan kelimpahan Ni dan Fe sebesar 2,18% dan 13,47%.

Apabila dibandingkan dengan hasil SEM pada raw material saprolit (gambar 3) perbedaan sangat jelas, bahwa sampel hasil kalsinasi terlihat semakin tinggi

temperature maka penampakan permukaan morfologi hasil SEM akan semakin terbentuk rongga rongga yang semakin besar. Dari gambar dapat diketahui bahwa dengan meningkatnya temperature kalsinasi, ukuran partikel metal semakin besar. Hal tersebut sesuai dengan hasil analisis XRD dimana semakin tinggi temperatur intensitas metalisasi juga semakin tinggi.



Gambar 7. Hasil analisis SEM pada pemanasan nikel saprolit pada temperature 600° C (a), 800° C (b) dan 1000° C (c) dengan perbesaran 3000x

KESIMPULAN

Dengan analisis XRD terlihat pada temperatur 600°C, senyawa yang terlihat pada difraktogram adalah SiO₂, fosterit

(Mg₂SiO₄), dan Mg₃[Si_{2-x}O₅](OH)_{4-4x}, temperatur 800°C menunjukkan adanya senyawa SiO₂ dan fosterit (Mg₂SiO₄), temperatur 1000°C menunjukkan adanya SiO₂, fosterit (Mg₂SiO₄), dan Fe₂O₃. Untuk analisis SEM dapat dilihat bahwa sampel hasil kalsinasi terlihat semakin tinggi temperatur maka penampakan permukaan morfologi hasil SEM akan semakin terbentuk rongga rongga yang semakin besar dan dengan meningkatnya temperature kalsinasi, ukuran partikel metal semakin besar.

DAFTAR PUSTAKA

- D Dalvi Ashok, W. G. (2004). *The Past and The Future of Nickel Laterites*. Trade Show & Investors Exchange March, 7-10.
- Alcock, N. (1995). *Flame, Flameless, and plasma spectroscopy*. *Analytical Chemistry*.
- Mudd, G. M. (2009). *Nickel Sulfide Versus Laterite : The Hard Sustainability Challenge Remains*. Proc. "48th Annual Conference of Metallurgists". Canadian Metallurgical Society, Canada.
- Tutuko, G.H. dan R. Robby. (2010). *PT.INCO Exploration: Evolution in Method and Understanding Nickel Mineralization in Sulawesi*. 39th PIT-IAGI Lombok.
- Solihin. 2011. *Pengolahan Bijih Laterit Nikel Kadar Rendah dengan Proses Hidrometalurgi*. Seminar Nasional Teknoin, 118-121.
- Prasetyo, P. (2008). *Pemanfaatan Potensi Bijih Nikel Indonesia Pada Saat Ini dan Masa Mendatang*. Majalah Metalurgi.
- Pratama, B. E. (2011). *Bioleaching Nikel dari Bijih Limonit Pulau GAG dengan Memanfaatkan Bakteri Mixotrof*.