



## REAKSI KARBOTERMIC *NICKELIFEROUS* SINTETIK DENGAN CAMPURAN BATU BARA SUB-BITUMINOUS DAN SULFUR KADAR TINGGI

Muhammad Rafdli<sup>1</sup>, Iwan Setiawan<sup>2\*</sup>, Ani Febriana<sup>2</sup>, Rudi Subagja<sup>2</sup>, Sri Harjanto<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia  
Kampus UI Depok, Jawa Barat, Indonesia 16424

<sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI  
Gedung 470, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15343  
\*E-mail : iwan028@gmail.com

Masuk tanggal : 3-10-2019, revisi tanggal : 06-10-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 24-11-2019

### Abstrak

Konsumsi nikel dunia semakin meningkat seiring dengan pertumbuhan material nikel untuk energi, konstruksi dan kimia. Padahal kandungan nikel dalam bijih semakin menurun. Sehingga perlu meningkatkan kadar nikel dalam bijih kadar rendah dengan berbagai metoda. Peningkatan konsentrasi nikel dapat dilakukan dengan reduksi selektif bijih kadar rendah yaitu *nickeliferous*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kadar sulfur tinggi dan pengaruh waktu milling nilai *recovery* nikel dan besi. Reduksi dilakukan terhadap campuran dari *nickeliferous* sintetik, sub-bituminous, dan sulfur hasil dari proses *milling*. Nilai *recovery* unsur Ni dan Fe diuji oleh AAS (*atomic absorption spectrometry*) pada fraksi magnetik. Pada variasi penambahan sulfur, nilai *recovery* nikel dan besi tertinggi berada pada sampel pada penambahan 34,5% sulfur. Sedangkan pada variasi waktu *milling*, nilai *recovery* nikel dan besi tertinggi berada pada sampel dengan penambahan 52% sulfur pada 20 jam *milling*. Berdasarkan hasil XRD (*x-ray diffraction*) diketahui bahwa puncak SiO<sub>2</sub> masih muncul pada pencampuran sampel dengan cara diaduk menggunakan mortar. Senyawa SiO<sub>2</sub> serta semua jenis sampel tidak terdeteksi senyawa ferronickel (FeNi). Dari hasil pemetaan EDS (*energy dispersive spectrometry*), hampir semua jenis sampel memperlihatkan senyawa nikel sulfida (NiS).

**Kata Kunci:** Nickeliferous sintetik, kadar sulfur tinggi, *milling*, reaksi karbotermik

### Abstract

*Global nickel consumption is increasing linearly with growth in the use of nickel for energy, construction, and chemistry. In fact, the content of nickel in ore decreases, so it is necessary to increase the levels of nickel in low-grade nickel ore by various methods. Increasing the concentration of nickel can be done by selective reduction. One such selective reduction method is the addition of sulfur additives and variations in the reducing agent-containing different sulfur compositions. To find out the effect of sulfur on the reduction of nickel and iron in a laterite matrix, synthetic ore-like laterite was made called synthetic nickeliferous. Synthetic nickeliferous mixture, sub-bituminous, and sulfur are milled, then reduced to a calcin. Calcin is then magnetically separated to produce tailings and concentrates. Concentrates were analyzed using AAS to determine the recovery of nickel and iron. In the variety of sulfur addition, the highest recovery value of nickel and iron was obtained in the sample with the addition of 34.5% sulfur. Whereas in the variation of milling time, the highest recovery value of nickel and iron was obtained in the sample with the addition of 52% sulfur in 20 h of milling. Based on XRD (x-ray diffraction) results, it is known that the peak of SiO<sub>2</sub> still appears in mixing the sample by stirring using a mortar. SiO<sub>2</sub> compounds and all types of samples were not detected as ferronickel (FeNi) particles. From the results of EDS mapping, almost all types of samples showed nickel sulfide compounds (NiS).*

**Keywords:** Synthetic nickeliferous, high sulfur content, milling, carbotermic reaction

## 1. PENDAHULUAN

Sumber logam nikel dapat ditemukan pada jenis bijih nikel sulfida ataupun bijih *nickeliferous* laterit [1]. Bijih nikel sulfida memiliki *grade* nikel yang cukup tinggi dibandingkan pada bijih *nickeliferous* laterit [2]. Akan tetapi, bijih *nickeliferous* laterit menjadi sumber nikel pada masa kini karena tingginya cadangan yang ada dan ditambah lagi cadangan bijih sulfida yang semakin menipis [1]. Sekitar total 70% sumber nikel terdapat pada bijih *nickeliferous* laterit, dimana hanya 40% dari bijih *nickeliferous* laterit yang digunakan untuk produksi nikel dunia [3]. Secara umum, bijih *nickeliferous* laterit terdiri saprolit (silikat/hidrosilikat) dan limonit (oksida/hidroksida) [4]. Bijih *nickeliferous* laterit memiliki komposisi dan mineralogi yang kompleks; dimana didalamnya terkandung logam besi, magnesium, aluminium, silikon, nikel, dan logam-logam lain. Hal tersebut menyebabkan bijih laterit sulit dibenefisiassi dengan metode fisik [5]. Namun, metode pirometalurgi dapat digunakan untuk mengekstrak nikel dari bijih *nickeliferous* laterit [1], [5].

Untuk proses ekstraksi pirometalurgi dapat digunakan proses reduksi selektif nikel dengan reduktor *sub-bituminous*. *Sub-bituminous* ini merupakan *low grade coal* dimana mengandung sedikit karbon dan tingginya kadar sulfur [6]. Berdasarkan jenis *low grade coal*, batu bara *sub-bituminous* memiliki cadangan di dunia sebesar 32% dan lignit sebesar 18% [6]. Pada akhir tahun 2013, cadangan *sub-bituminous* di seluruh dunia sebesar 488,332 juta ton [7]. Penggunaan reduktor *sub-bituminous* dengan penambahan sulfur yang tinggi ini dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh tingginya kadar sulfur terhadap reduksi selektif *nickeliferous*.

Sulfur dapat bereaksi dengan nikel membentuk nikel sulfida. Nikel sulfida merupakan senyawa yang tidak dapat larut dalam forsterite dan akan mengelilingi logam FeNi yang terbentuk dan atau menjebak nikel oksida yang belum tereduksi. Tanpa penambahan aditif sulfur, forsterite yang terbentuk akan mudah menjebak nikel baik yang sudah tereduksi maupun yang masih oksida. Selain akan menghambat reduksi lebih lanjut juga akan mencegah logam FeNi teraglomerasi menjadi partikel yang lebih besar. Sehingga akan menurunkan *recovery* secara keseluruhan [8]. Penambahan sulfur dalam bentuk aditif natrium sulfat pada proses reduksi selektif nikel laterit dapat meningkatkan ukuran dari butir *ferronickel*. Rata-rata ukuran partikel dari *ferronickel* sekitar 50 mikrometer saat laterit direduksi di temperatur 1100 °C selama 1 jam

dengan adanya aditif natrium sulfat, dimana ukuran partikel *ferronickel* hanya sebesar 5-10 mikrometer saat kondisi reduksi yang sama tanpa adanya natrium sulfat [3]. Penambahan aditif yang mengandung sulfur dapat meningkatkan *recovery* Ni karena dengan adanya sulfur akan terjadi pembentukan besi sulfida (FeS) dan pembentukan *ferronickel* (FeNi) [9]. Proses pencampuran bahan-bahan dilakukan dengan proses *milling*. Selama proses *milling*, campuran material akan menghasilkan suatu ikatan fisik [10] dan kimia. Terdapat penelitian yang meneliti keadaan ikatan karbon-boron nitrogen setelah dilakukan *mechanical alloying* pada temperatur kamar dengan variasi waktu *milling* sebesar 60, 90, dan 120 jam. Dengan meningkatnya waktu *milling*, muncul adanya beberapa ikatan kimia yang terlihat. Hal tersebut mengindikasikan bahwa keadaan ikatan (*bonding state*) yang baru dan struktur mikro telah terbentuk. Pada batu bara, *high-energy milling* dapat menyebabkan pelepasan gas seperti O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>, dan pembentukan hidrokarbon (CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>, C<sub>n</sub>H<sub>n+2</sub>, C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>). Distribusi tersebut bergantung pada komposisi batu bara dan kondisi dari aktivasi mekanik (*mechanical activation*) [11].

Sintetik *nickeliferous* dibuat dengan cara mencampurkan sehomogen mungkin serbuk dari oksida-oksida murni penyusun dari suatu laterit dengan kandungan yang mirip. Pada dasarnya semua logam dalam bijih laterit akan menjadi bentuk oksida-oksida bila dipanaskan sampai temperatur di bawah 800 °C [12]. Di bawah temperatur tersebut hanya terjadi reaksi dehidrokilasi dari air kristal baik dari goethite maupun dari serpentin, jadi belum terjadi suatu ikatan kimia baru.

Penelitian ini dilakukan untuk membuka kemungkinan peluang melakukan peningkatan kadar nikel dengan cara sulfidasi dengan bantuan mekanik. Dengan mempelajari sampel dari sintetik akan lebih mudah mengidentifikasi senyawa yang terbentuk ketika proses sulfurisasi dan reduksi dilakukan dibandingkan dengan bijihnya, karena bijih memiliki matrik yang relatif kompleks.

Berdasarkan hal tersebut, adanya sulfur cukup penting dalam proses reduksi *nickeliferous* sintetik. Penambahan sulfur diharapkan dapat memaksimalkan *recovery* serta meningkatkan selektifitas nikel. Penambahan sulfur pada penelitian-penelitian sebelumnya relatif rendah, sedangkan pada penelitian ini menggunakan kandungan sulfur yang tinggi dan dilakukan pencampuran dengan cara *milling* yang bervariasi antara 10 dan 20 jam untuk mengetahui kondisi

optimal. Proses *milling* akan meningkatkan reaktivitas reaksi antar pereaksi-pereaksi karena terdapat daya dorong reaksi karena ada gaya mekanik tumbukan pereaksi dan itu memungkinkan untuk semua reaksi seperti reaksi organik-inorganik [13]. Dan hal ini dapat terjadi juga pada campuran *nickeliferous* sintetik, *sub-bituminous*, dan sulfur yang dilakukan dalam penelitian ini.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Penelitian dilakukan dengan mempersiapkan bahan-bahan terlebih dahulu yakni oksida NiO, MgO, SiO<sub>2</sub>, dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *analytical grade* Merck untuk pembuatan *nickeliferous* sintetik. Komposisi sampel yang dibuat menyerupai komposisi bijih nikel laterit asal Sulawesi [12], [14]. Batu bara *sub-bituminous* dan tambahan sulfur *analytical grade* Merck juga disiapkan untuk membuat campuran dengan *nickeliferous* sintetik. Semua bahan-bahan tersebut sudah dalam bentuk serbuk.

Tabel 1. Komposisi kimia dari bijih *nickeliferous* laterit (% berat)

Ni	Co	Fe	MgO	Cr	Mn	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1,7	0,056	18,93	13,4	0,128	0,43	24,64	1,93

Tabel 2. Komposisi kimia dari reduktor *sub-bituminous* (% berat, *as received*)

VM	Ash	Fixed Carbon	S	Moisture	CV
26	6,5	41,5	0,6	26	4780 cal/g

Pembuatan *nickeliferous* sintetik dilakukan dengan mencampurkan NiO, MgO, SiO<sub>2</sub>, dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan komposisi tertentu. Setelah dilakukan pembuatan *nickeliferous* sintetik, pencampuran antara batu bara *sub-bituminous* dan tambahan sulfur dapat dilakukan. Diketahui bahwa nilai basisitas (SiO<sub>2</sub>/MgO) dari *nickeliferous* sintetik ini adalah sebesar 1,84%.

Tabel 3. Komposisi sampel *nickeliferous* sintetik (% berat)

Oxide	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SiO <sub>2</sub>	Total
<i>Nickeliferous ore</i>	1,71	18,9	13,4	24,6	58,7
<i>Sintetics ore</i>	2,91	32,3	22,8	42,0	100

	w/w [%]	
<i>Sub-bituminous coal</i>	65,5	48
Sulfur	34,5	52

Pencampuran untuk sampel kontrol dilakukan dengan tambahan sulfur 34,5% dan 52% yang hanya dicampur manual dengan mortar dengan waktu sekitar 15 menit. Pencampuran *nickeliferous* sintetik, *sub-bituminous*, dan

tambahan sulfur 52% dilakukan dengan jumlah variasi waktu *milling* yakni 10 dan 20 jam menggunakan *planetary ball mill*. *Milling* dilakukan dengan rasio berat *ball* dengan sampel sebesar 10:1 dan frekuensi sebesar 42 Hz (2520 rpm). Sehingga didapatkan 4 jenis sampel yakni sampel yang di-mortar dengan penambahan sulfur 34,5% dan penambahan sulfur 52%, serta sampel dengan penambahan sulfur 52% yang di-*milling* selama 10 jam dan 20 jam.

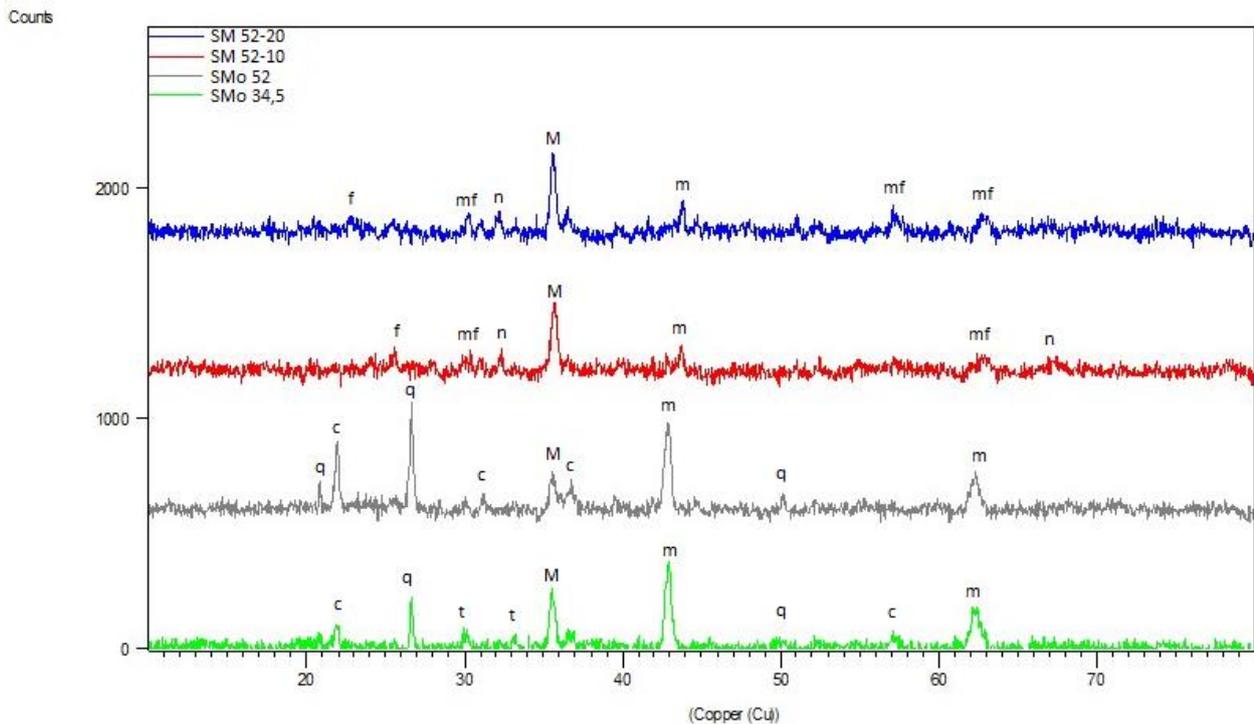
Tabel 4. Pembagian jenis sampel material sintesis nikel laterit

No	Perlakuan	Kode Sampel
1	Mortar dengan tambahan sulfur 34,5%	SMo 34,5
2	Mortar dengan tambahan sulfur 52%	SMo 52
3	<i>Milling</i> dengan tambahan sulfur 52% selama 10 jam	SM 52-10
4	<i>Milling</i> dengan tambahan sulfur 52% selama 20 jam	SM 52-20

Hasil pencampuran *milling* dan mortar kemudian dilakukan kompaksi hingga terbentuk briket dengan tekanan 60 bar (3,9 ton). Hasil briket ini kemudian direduksi dalam *furnace* dengan kenaikan temperatur 10 °C per menit hingga mencapai temperatur 1000 °C dan ditahan selama 60 menit. Setelah proses reduksi kemudian dilakukan penggerusan untuk karakterisasi XRD (*x-ray diffraction*) dan AAS (*atomic absorption spectrometry*) serta dilakukan *mounting* dan *coating* untuk karakterisasi SEM (*scanning electron microscopy*). Untuk karakterisasi AAS, hasil penggerusan terlebih dahulu dilakukan pemisahan magnetik. Kuat medan magnet yang digunakan adalah sebesar 2 Gauss (0,0002 T). Sampel yang tertarik magnet (konsentrat) lalu diuji komposisi logamnya dengan AAS. *Grade* merupakan % berat kandungan logam dalam konsentrat, sedangkan *recovery* didefinisikan sebagai rasio antara berat logam total dalam konsentrat dibandingkan dengan berat logam dalam sampel awal, dalam satuan %.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan mencampurkan sampel *nickeliferous* sintetik, reduktor *sub-bituminous*, dan tambahan sulfur dengan proses *milling* dalam *planetary ball mill* dan sampel kontrol dilakukan pencampuran dengan mortar. Hasil *milling* kemudian dibuat briket dengan mesin kompaksi. Hasil kompaksi didapatkan diameter briket sebesar 1,5 cm dan tinggi 1 cm.



Gambar 1. Perbandingan senyawa yang terbentuk pada empat jenis sampel hasil uji XRD. (c: cristobalite  $\text{SiO}_2$ , Q: quartz  $\text{SiO}_2$ , t: troilite  $\text{FeS}$ , M: magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , m: periclase  $\text{MgO}$ , f: forsterite  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ , mf: magnesioferrite  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ , n: millerite  $\text{NiS}$ )

Briket kemudian direduksi dalam *furnace* dengan temperatur  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  selama 60 menit. Setelah direduksi diperoleh empat macam jenis sampel, yakni sampel yang diproses dengan mortar dengan penambahan sulfur 34,5% dan penambahan sulfur 52%, serta sampel dengan penambahan sulfur 52% yang diproses *milling* selama 10 jam dan 20 jam. Adapun keempat jenis sampel tersebut diperlakukan dalam temperatur dan waktu reduksi yang sama yaitu  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  selama 60 menit. Keempat sampel tersebut kemudian dilakukan analisis untuk mengetahui pengaruh penambahan kadar tinggi sulfur dan pengaruh lamanya waktu *milling*.

Pengujian XRD (*x-ray diffraction*) dilakukan pada keempat jenis sampel hasil reduksi. Dari hasil uji XRD dapat diidentifikasi senyawa-senyawa apa saja yang terbentuk. Perbandingan hasil uji XRD antara keempat jenis sampel dapat dilihat pada Gambar 1.

Pada keempat jenis sampel terdapat adanya senyawa magnetite. Hal ini menunjukkan bahwa pereduksi dalam proses reduksi belum mampu mereduksi seluruh magnetite menjadi wustite ataupun besi metalik.

Pada sampel yang diproses dengan mortar, menunjukkan bahwa adanya senyawa  $\text{SiO}_2$  dalam bentuk quartz dan cristobalite dengan terdeteksinya pada hasil XRD. Berbeda halnya dengan sampel yang dilakukan *milling*, senyawa

$\text{SiO}_2$  tidak terdeteksi pada sampel *milling* baik selama 10 jam maupun 20 jam. Kadar  $\text{SiO}_2$  akan semakin berkurang dengan peningkatan temperatur, dimana reduksi dari silika dimulai pada temperatur  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  [15]. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa  $\text{SiO}_2$  pada perlakuan mortar belum dapat seluruhnya bereaksi tetapi pada sampel yang dilakukan *milling*, senyawa  $\text{SiO}_2$  sudah bereaksi akibat proses *milling* yang dapat mengurangi temperatur operasi (reduksi) [16]. Selain itu puncak  $\text{MgO}$  yang tinggi pada sampel yang dicampur dengan mortar menunjukkan bahwa senyawa  $\text{MgO}$  ini juga belum seluruhnya bereaksi dengan unsur-unsur lain. Untuk sampel yang diproses *milling*, senyawa  $\text{MgO}$  ini sudah bereaksi membentuk magnesioferrite ( $\text{MgO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ataupun membentuk forsterite ( $\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$ )

Dari keempat jenis sampel tidak terdeteksi senyawa *ferronickel* karena selain ukurannya hanya berkisar 5-10 mikron [3] dan dikelilingi senyawa  $\text{NiS}$  sehingga keberadaan *ferronickel* hanya diketahui dari tertariknya  $\text{NiS}$  oleh magnet karena didalamnya mengandung partikel magnetik yaitu *ferronickel*. Dengan mempelajari sampel dari sintetik akan lebih mudah mempelajari senyawa yang terbentuk ketika proses sulfurisasi dan reduksi dilakukan dan jumlah mineral yang menghasilkan slag dengan titik leleh tinggi (komposisi slag dengan rasio  $<2$  atau  $>2,5$ ) cocok menghasilkan *ferronickel* [17].

Sedangkan mineral yang memiliki titik leleh slag yang rendah (komposisi slag dengan rasio 1,8-2,2 SiO<sub>2</sub>/MgO) dan ditambahkan sulfur dalam *kiln* cocok untuk menghasilkan nickel-matte (nikel sulfida) [15]. Pada hasil XRD, terdeteksi senyawa FeS pada sampel yang di-mortar dengan tambahan sulfur 34,5% serta adanya senyawa NiS (matte) pada sampel yang dilakukan *milling* selama 10 dan 20 jam. Kemudian pada hasil reduksi kemungkinan tidak terbentuk senyawa *ferronickel* karena nikel tidak bereaksi dengan besi oksida. Hal ini menunjukkan bahwa pada hasil reduksi *nickeliferous* sintetik dengan sulfur tinggi terbentuk produk nikel matte dan tidak terbentuk *ferronickel*.

Pada bijih *nickeliferous* laterit, adanya Ni dalam konsentrasi fasa hematite, proses reduksi akan menghasilkan *iron-nickel oxide* (Ni<sub>x</sub>Fe<sub>3-x</sub>O<sub>4</sub>) dan tidak membentuk magnetite. Sehingga, reduksi dari *iron-nickel oxide* akan menghasilkan fasa *ferronickel* dan tidak membentuk besi metalik. Namun, dari hasil XRD dideteksi adanya magnetite karena hematite tidak tereduksi menjadi *iron-nickel oxide*.

### 3.1. Efek Penambahan Sulfur Kadar Tinggi pada Nilai Recovery Nikel

Pengaruh adanya penambahan sulfur terhadap nilai *recovery* nikel dapat diketahui dengan analisis sampel dengan penambahan sulfur sebesar 34,5% dan sampel dengan penambahan sulfur 52%. Kedua jenis sampel ini merupakan jenis sampel yang saat proses pencampuran *nickeliferous* sintetik, *sub-bituminous*, dan sulfur dilakukan dengan mortar manual (Tabel 5).

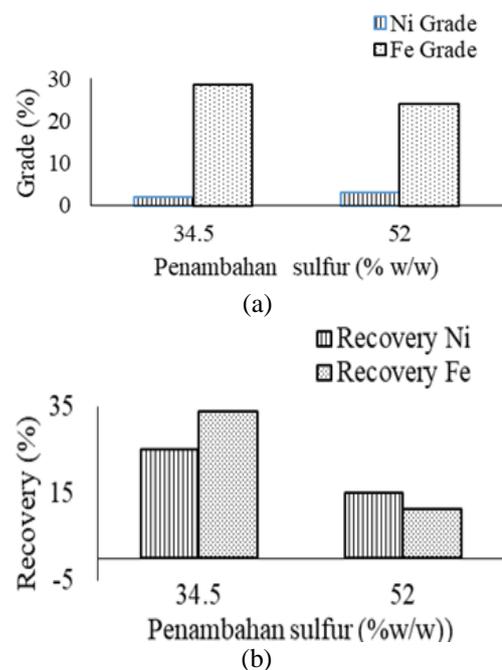
Tabel 5. Pembagian jenis sampel material sintesis nikel laterit dengan mortar manual

	Ni <i>grade</i> [%]	Ni <i>recovery</i> [%]	Fe <i>grade</i> [%]	Fe <i>recovery</i> [%]
SMo 34,5	2,16	25,1	28,5	33,6
SMo 52	3,29	15,1	24,0	11,2

Pada sampel yang ditambahkan sulfur 52% terjadi penurunan nilai *recovery* besi dibandingkan dengan sampel yang ditambahkan sulfur 34,5%. Penurunan nilai *recovery* besi ini mengindikasikan bahwa semakin banyak sulfur akan dapat memengaruhi secara signifikan proses reduksi selektif dari *nickeliferous*. Salah satu penyebab utama dari penurunan *recovery* besi adalah reaksi reduksi dari wustite yang menjadi besi metalik banyak bereaksi dengan sulfur membentuk FeS. Selain itu juga dengan terbentuknya FeS maka pada saat pemisahan magnetik, FeS tidak tertarik magnet dan menjadi

*tailing*. Sehingga, nilai *grade* dari Fe pun menjadi menurun.

Berdasarkan grafik, terjadi penurunan nilai *recovery* nikel saat sampel ditambahkan sulfur sebesar 52% dibandingkan saat ditambahkan sulfur 34,5%. Hal ini kemungkinan disebabkan tambahan sulfur tinggi belum dapat memberikan pengaruh yang maksimal dengan hanya pencampuran mortar. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh banyaknya nikel oksida yang bereaksi dengan sulfur yang tinggi membentuk millerite atau nikel sulfida (NiS). Sulfur dapat bereaksi dengan nikel dan membentuk nikel sulfida [8], [18]. Adanya senyawa NiS ini dapat meningkatkan *grade*, hal ini karena NiS akan cenderung membentuk lelehan dan bergabung membentuk partikel yang lebih besar dan menempel pada partikel logam feronikel yang terbentuk sehingga dapat tertarik magnet.



Gambar 2. (a) Grafik nilai *grade* dan (b) *recovery* Ni dan Fe dengan pengaruh tambahan sulfur pada reduksi 1000 °C selama 60 menit

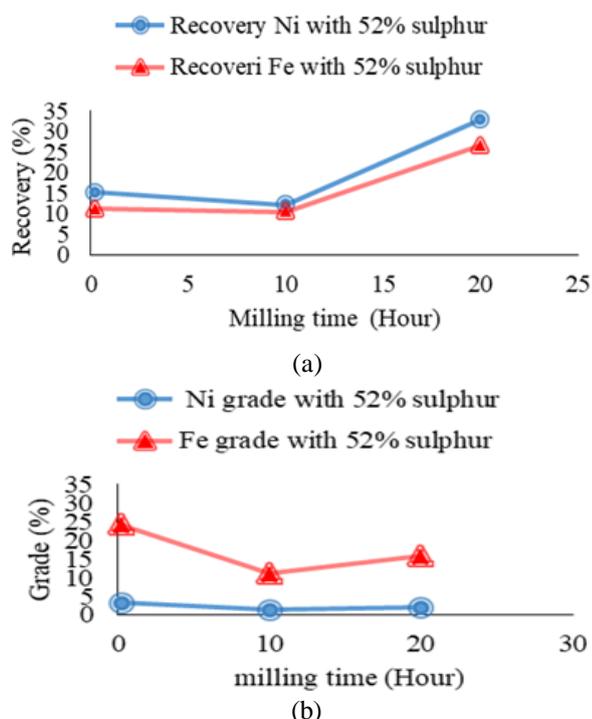
Tabel 6. Nilai *grade* dan *recovery* Ni dan Fe dengan penambahan sulfur 34,5% dan 52%

	Ni <i>grade</i> [%]	Ni <i>Recovery</i> [%]	Fe <i>grade</i> [%]	Fe <i>Recovery</i> [%]
SMo 52	3,29	15,1	24,0	11,2
SM 52-10	1,30	12,2	11,1	10,5
SM 52-20	1,97	32,9	15,7	26,6

### 3.2. Efek Waktu Milling pada Nilai Recovery Nikel

Sampel yang akan direduksi sebelumnya dilakukan pencampuran terlebih dahulu dengan cara *milling* dengan *planetary ball mill*. Proses *milling* ini dilakukan untuk mencampurkan

*nickeliferous* sintetik, *sub-bituminous*, dan tambahan sulfur agar terbentuk ikatan fisik dan kimia serta membuat campuran sampel menjadi halus dan reaktif untuk proses reduksi. Dengan tingginya kadar sulfur dan adanya variasi waktu *milling* dapat diketahui seberapa optimal waktu *milling* yang dibutuhkan terhadap nilai *recovery* nikel dan besi.



Gambar 3. (a) Grafik nilai *recovery* dan (b) *grade* Ni dan Fe dengan pengaruh waktu *milling* pada reduksi 1000 °C selama 60 menit

Dengan dilakukannya waktu *milling* selama 10 jam didapatkan nilai *recovery* besi dan nikel sebesar 12,15% dan 10,48% (Gambar 3 (a)). Nilai *recovery* ini lebih rendah bila dibandingkan dengan sampel yang dicampur hanya dengan mortar yakni 15,11% dan 11,21%. Namun apabila waktu *milling* ditambahkan hingga 20 jam, *recovery* dari nikel maupun besi akan meningkat sekitar 2 kali lipat yakni sebesar 32,95% dan 26,61%.

Peningkatan nilai *recovery* nikel dan besi dengan tingginya kadar sulfur dan total waktu selama 20 jam dikarenakan campuran sampel telah menjadi reaktif dengan berkurangnya ukuran partikel dan meningkatnya luas permukaan partikel. Dengan kata lain sampel telah teraktivasi secara mekanik saat waktu *milling* selama 20 jam. Aktivasi mekanik dapat meningkatkan luas permukaan, terbentuk cacat dalam struktur mikro, meningkatkan reaktivitas permukaan, dan mengurangi ukuran partikel serbuk. Dengan telah teraktivasi mekanik saat diproses *milling*, laju reaksi reduksi akan

meningkat dan sampel akan optimal saat direduksi dengan temperatur 1000 °C selama 60 menit.

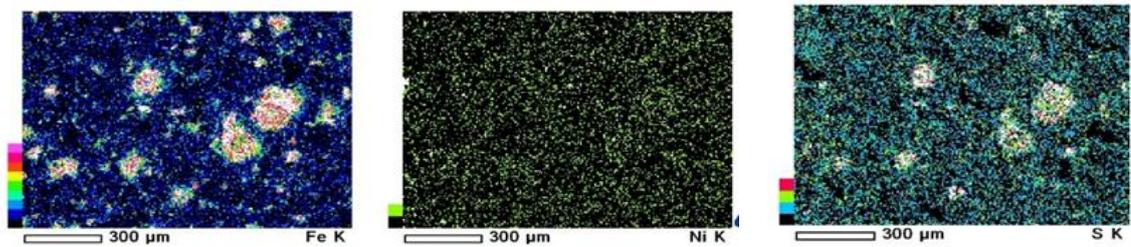
### 3.3. Struktur Mikro dan Pembentukan Senyawa

Hasil struktur mikro SEM digunakan untuk mengetahui morfologi atau bentuk dari senyawa yang terbentuk dan bila digabungkan dengan hasil EDS dapat memperkirakan sebaran senyawa beserta komposisi kualitatif unsur-unsur yang terkandung didalamnya. Hasil uji EDS digunakan untuk mengetahui kadar dan penyebaran unsur yang terbentuk pada sampel pada skala mikro. Daerah berwarna putih pada pemetaan EDS menandakan bahwa adanya unsur tertentu di daerah tersebut.

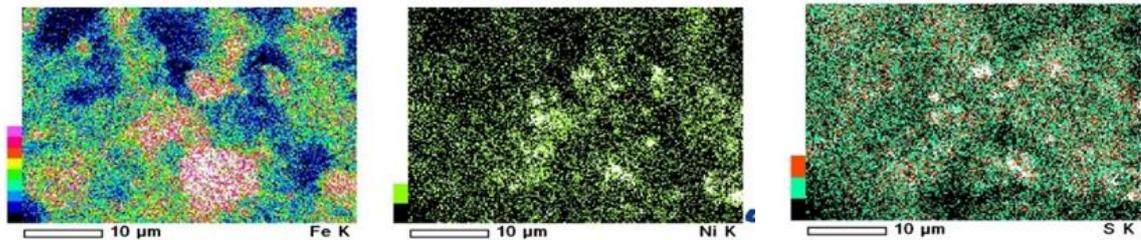
Gambar 4 menunjukkan struktur mikro SEM pada sampel yang dilakukan mortar dengan tambahan sulfur 34,5% dengan perbesaran 100x. Pada gambar telah terlihat bahwa teraglomerasinya unsur Fe dan S di daerah yang sama dengan pemetaan EDS. Hal tersebut menandakan pada sampel tersebut telah bereaksinya besi metalik dengan sulfur dan terbentuk senyawa FeS. Unsur lain termasuk nikel dalam sampel dengan penambahan S 3,4% terlihat menyebar di seluruh daerah sampel.

Sampel yang dilakukan dengan mortar dan ditambahkan sulfur hingga 52% terlihat teraglomerasinya unsur Ni dan S serta Mg dan O pada perbesaran 3000x (Gambar 5). Hal tersebut menandakan bahwa adanya senyawa NiS serta MgO. Unsur-unsur lain pun terlihat lebih teraglomerasi dibandingkan dengan sampel yang dimortar dengan penambahan sulfur 34,5%.

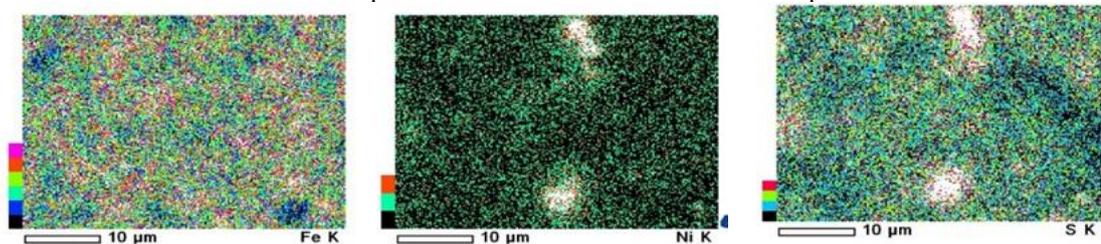
Sampel yang dilakukan *milling* selama 10 jam memperlihatkan terbentuknya senyawa NiS (Gambar 6). Pada perbesaran 3000x sangat jelas terlihat adanya senyawa NiS pada sampel tersebut. Pada pemetaan EDS, tidak terlihat adanya senyawa SiO<sub>2</sub>. Unsur-unsur yang lain pun terlihat menyebar di seluruh daerah sampel. Pada sampel yang dilakukan proses *milling* selama 20 jam menunjukkan dengan jelas bahwa adanya senyawa NiS pada perbesaran 3000x (Gambar 7). Unsur-unsur lain pun terlihat tersebar dan tidak teraglomerasi. Pada kedua jenis sampel *milling*, tidak terlihat adanya senyawa *ferronickel*. Hal itu dikarenakan senyawa-senyawa pembentuk *nickeliferous* sintetik kemungkinan tidak saling bereaksi dan berikatan. Oleh karena itu, dengan tidak bereaksinya antara nikel dan besi serta tidak bereaksinya nikel dengan besi oksida yang membentuk *nickel iron oxide* maka *ferronickel* pun tidak terbentuk.



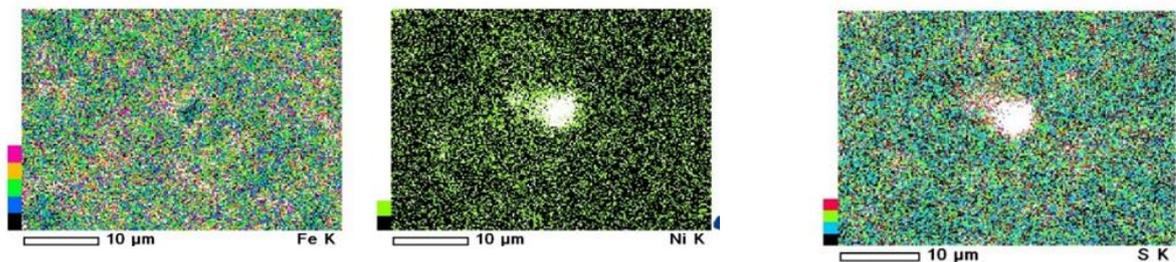
Gambar 4. Pemetaan EDS sampel material sintetis nikel laterit SMO 34,5 perbesaran 100x



Gambar 5. Pemetaan EDS sampel material sintetis nikel laterit SMO 52 perbesaran 3000x



Gambar 6. Pemetaan EDS sampel material sintetis nikel laterit SM 52-10 perbesaran 3000x



Gambar 7. Pemetaan EDS sampel material sintetis nikel laterit SM 52-20 perbesaran 3000x

Pencampuran antara *nickeliferous* sintetis dan *sub-bituminous* dengan cara mortar yang diberi tambahan sulfur hingga 52% akan menurunkan nilai *recovery* dari nikel maupun besi. Nilai *recovery* nikel dan besi yang dilakukan mortar dan dengan tambahan sulfur 34,5% sebesar 25,09% dan 33,60% sedangkan saat ditambahkan sulfur 52%, nilai *recovery* turun menjadi 15,11% dan 11,21%.

Nilai *recovery* nikel dan besi campuran antara *nickeliferous* sintetis, *sub-bituminous*, dan tambahan sulfur hingga 52% yang dilakukan proses *milling* selama 10 jam lebih rendah dengan nilai *recovery* yang dilakukan mortar dengan tambahan sulfur 52%. Akan tetapi saat *milling* selama 20 jam, nilai *recovery* nikel naik menjadi 32,95% dan nilai *recovery* besi naik menjadi 26,61%.

Tingginya kadar sulfur sebesar 52% dan pencampuran dengan *milling* selama 20 jam akan membuat campuran sampel telah menjadi reaktif. Hal ini dikarenakan berkurangnya ukuran partikel dan meningkatnya luas permukaan partikel yang membuat laju reduksi semakin cepat sehingga dapat meningkatkan nilai *recovery* nikel dan besi.

Berdasarkan hasil XRD, keempat jenis sampel tidak terdeteksi adanya senyawa *ferronickel* karena tidak tereduksinya hematite menjadi *nickel-iron oxide* serta besi dan nikel oksida yang telah tereduksi langsung bereaksi dengan sulfur membentuk FeS dan NiS. Hasil pemetaan unsur pada keempat jenis sampel juga tidak terlihat adanya senyawa *ferronickel*. Pada sampel yang dilakukan mortar dengan tambahan sulfur 34,5% telah terbentuk senyawa FeS. Sedangkan pada ketiga jenis sampel lain terlihat adanya senyawa NiS.

#### 4. KESIMPULAN

Pencampuran antara *nickeliferous* sintetik dan *sub-bituminous* dengan cara mortar yang diberi tambahan sulfur hingga 52% akan menurunkan nilai *recovery* dari nikel maupun besi. Nilai *recovery* nikel dan besi yang dilakukan mortar dan dengan tambahan sulfur 34,5% sebesar 25,09% dan 33,60% sedangkan saat ditambahkan sulfur 52%, nilai *recovery* turun menjadi 15,11% dan 11,21%.

Nilai *recovery* nikel dan besi campuran antara *nickeliferous* sintetik, *sub-bituminous*, dan tambahan sulfur hingga 52% yang di-*milling* selama 10 jam lebih rendah dengan nilai *recovery* yang dilakukan mortar dengan tambahan sulfur 52%. Akan tetapi saat *milling* selama 20 jam, nilai *recovery* nikel naik menjadi 32,95% dan nilai *recovery* besi naik menjadi 26,61%.

Tingginya kadar sulfur sebesar 52% dan pencampuran dengan *milling* selama 20 jam akan membuat campuran sampel telah menjadi reaktif. Hal ini dikarenakan berkurangnya ukuran partikel dan meningkatnya luas permukaan partikel yang membuat laju reduksi semakin cepat sehingga dapat meningkatkan nilai *recovery* nikel dan besi. Berdasarkan hasil XRD, keempat jenis sampel tidak terdeteksi adanya senyawa *ferronickel* karena tidak tereduksinya hematite menjadi *nickel-iron oxide* serta besi dan nikel oksida yang telah tereduksi langsung bereaksi dengan sulfur membentuk FeS dan NiS. Hasil pemetaan unsur pada keempat jenis sampel juga tidak terlihat adanya senyawa *ferronickel*. Pada sampel yang dilakukan mortar dengan tambahan sulfur 34,5% telah terbentuk senyawa FeS. Sedangkan pada ketiga jenis sampel lain terlihat adanya senyawa NiS.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui kegiatan Kompetensi Inti Tahun Anggaran 2019.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] G. M. Mudd, “Global trends and environmental issues in nickel mining: sulfides versus laterites,” *Ore Geol. Rev.*, vol. 38, pp. 9–26, 2010.
- [2] M. Jiang, T. Sun, Z. Liu, J. Kou, N. Liu, dan S. Zhang, “Mechanism of sodium sulfate in promoting selective reduction of nickel laterite ore during reduction roasting process,” *Int. J. Miner. Process.*, vol. 123, pp. 32–38, 2013.
- [3] G. Li, T. Shi, M. Rao, T. Jiang, dan Y. Zhang, “Beneficiation of nickeliferous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate,” *Miner. Eng.*, vol. 32, pp. 19–26, 2012.
- [4] F. O’Connor, W. H. Cheung, dan M. Valix, “Reduction roasting of limonite ores: effect of dehydroxylation,” *Int. J. Miner. Process.*, vol. 80, no. 2–4, pp. 88–99, 2006.
- [5] T. Norgate dan S. Jahanshahi, “Assessing the energy and greenhouse gas footprints of nickel laterite processing,” *J. Miner. Eng.*, vol. 24, pp. 698-707, 2010. Doi:10.1016/j.mineng.2010.10.002.
- [6] S. J. Mills, “Integrating intermittent renewable energy technologies with coal-fired power plant,” Copyright @ IEA Clean Coal Center, pp. 59-64, 2011.
- [7] B. Dudley, “BP Statistical Review of World Energy,” 67th edition, 2018.
- [8] I. Setiawan, S. Harjanto, dan R. Subagja, “Low-temperature carbothermic reduction of indonesia nickel lateritic ore with sub-bituminous,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 202, no. 012019, 2017.
- [9] M. A. Rhamdhani, P. C. Hayes, dan E. Jak, “Nickel laterite part 2 – thermodynamic analysis of phase transformations occurring during reduction roasting,” *Miner. Process. Extr. Metall. (Trans. Inst. Min. Met. C)*, vol. 118, no. 3, pp. 146–155, 2009.
- [10] Y. H. Xiong, C. S. Xiong, S. Q. Wei, H. W. Yang, Y. T. Mai, W. Xu, S. Yang, G. H. Dai, S. J. Song, J. Xiong, Z. M. Ren, J. Zang, H. L. Phi, Z. C. Xia, dan S. L. Yuan, “Study on the bonding state for carbon – boron nitrogen with different ball milling time,” *Journal Applied Surface Science*, vol. 253, pp. 2515–2521, 2006.
- [11] E. Dutková dan P. Baláz, “Fine milling in applied mechanochemistry,” *Journal of Minerals Engineering*, vol. 22, pp. 681–694, 2009.
- [12] I. Setiawan, E. Febrina, R. Subagja, S. Harjanto, dan F. Firdiyono, “Investigations on mineralogical characteristics of Indonesian nickel laterite ores during the roasting process,” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 541, 2019. Doi:10.1088/1757-899X/541/1/012038.
- [13] C. DING, J. YONG, C. JIAN-GUO, C. ZHEN-HUA, dan HUANG PEI-YUN, “Production of intermetallic compound powders by a mechanochemical approach: solid–liquid reaction ball milling.”

- ChemInform*, vol. 42, no. 16, pp. 149–166, 2011. Doi: 10.1002/chin.201116224
- [14] I. Setiawan, E. Febrina, A. B Prasetyo, R. Subagja, dan F. Firdiyono, “The effect of iron content on the reduction of nickel laterite by direct reduction method,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 541, no. 012039, 2019. Doi: 10.1088/1757-899X/541/1/012039.
- [15] D. Yu, T. A. Utigard, dan M. Barati, “Fluidized bed selective oxidation-sulfation roasting of nickel sulfide concentrate: Part II. Sulfation roasting,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 45, no. 2, pp. 662–674, 2014.
- [16] Z. Changming dan Z. Yuchun, “Research development on nickel recovery technologies from nickel-bearing laterite,” *Mater. Rev.*, vol. 11, 2009.
- [17] A. D. Dalvi, W. G. Bacon, dan R. C. Osborne, “The past and the future of nickel laterites,” *PDAC 2004 Int. Conv. Trade Show Investors Exch.*, pp. 23–24, 2004.
- [18] M. Valix dan W. H. Cheung, “Effect of sulfur on the mineral phases of laterite ores at high temperature reduction,” *Miner. Eng.*, vol. 15, no. 4, pp. 523–530, 2002.

