

**PENGARUH TEMPERATUR, WAKTU, DAN TAHAP
PRESIPITASI PADA PROSES PRESIPITASI NIKEL
HIDROKSIDA DARI LARUTAN EKSTRAK SPENT
*CATALYST***

CHE 184650-04 PENELITIAN

Disusun untuk memenuhi tugas akhir guna mencapai gelar
sarjana di bidang ilmu Teknik Kimia

Oleh :

Peter Leonardi Lyman (2016620002)

Pembimbing :

Ratna Frida Susanti, S. T., Ph.D.

Kevin Cleary Wanta, S. T., M.Eng.



**JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN
BANDUNG
2020**

PENGARUH TEMPERATUR, WAKTU, DAN TAHAP PRESIPITASI PADA PROSES PRESIPITASI NIKEL HIDROKSIDA DARI LARUTAN EKSTRAK SPENT *CATALYST*

CHE 184650-04 PENELITIAN

Disusun untuk memenuhi tugas akhir guna mencapai gelar
sarjana di bidang ilmu Teknik Kimia

Oleh :

Peter Leonardi Lyman (2016620002)

Pembimbing :

Ratna Frida Susanti, S. T., Ph.D.

Kevin Cleary Wanta, S. T., M.Eng.



**JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN
BANDUNG
2020**

LEMBAR PENGESAHAN

**JUDUL : PENGARUH TEMPERATUR, WAKTU, DAN TAHAP PRESIPITASI
PADA PROSES PRESIPITASI NIKEL HIDROOKSIDA DARI
LARUTAN EKSTRAK SPENT CATALYST**

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 27 Maret 2020

Pembimbing 1



27/3/2020

Ratna Frida Susanti, S.T., Ph.D.

Pembimbing 2



Kevin Cleary Wanta, S.T.,M.Eng.



**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN**

SURAT PERNYATAAN

Saya, yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Peter Leonardi Lyman
NRP : 6216002

Dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul:

**PENGARUH TEMPERATUR, WAKTU, DAN TAHAP PRESIPITASI PADA
PROSES PRESIPITASI NIKEL HIDROKSIDA DARI LARUTAN EKSTRAK
*SPENT CATALYST***

adalah hasil pekerjaan saya dan seluruh ide, pendapat, materi dari sumber lain telah dikutip dengan cara penulisan yang sesuai.

Pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya dan jika pernyataan ini tidak sesuai dengan kenyataan, maka saya bersedia menanggung sanksi sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Bandung, 27 Maret 2020

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Leen".

Peter Leonardi Lyman
(6216002)

LEMBAR REVISI

**JUDUL : PENGARUH TEMPERATUR, WAKTU, DAN TAHAP PRESIPITASI
PADA PROSES PRESIPITASI NIKEL HIDROOKSIDA DARI LARUTAN
EKSTRAK SPENT CATALYST**

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 27 Juni 2020

Pengaji 1

Arenst Andreas Arie, S.T., S.Si., M.Sc., Ph.D.

Pengaji 2

Hans Kristianto, S.T., M.T.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa oleh karena rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian dengan judul “Pengaruh Temperatur, Waktu, dan Tahap Presipitasi Pada Proses Presipitasi Nikel Hidroksida dari Larutan Ekstrak *Spent Catalyst*” tepat waktu. Dengan kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyusun laporan penelitian ini, terutama kepada:

1. Ibu Ratna Frida Susanti, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, ilmu pengetahuan, saran dan waktu selama proses penyusunan laporan penelitian ini.
2. Bapak Kevin Cleary Wanta, S.T., M.Eng. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, ilmu pengetahuan, saran dan waktu selama proses penyusunan laporan penelitian ini.
3. Orang tua dan keluarga penulis atas doa dan dukungan yang telah diberikan.
4. Teman-teman penulis yang telah memberikan dukungan dan saran.
5. Semua pihak yang telah turut berkontribusi dalam penyusunan laporan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan yang terdapat dalam laporan penelitian ini. Oleh sebab itu, penulis terbuka dan mengharapkan adanya kritik dan saran yang bersifat membangun sebagai bahan perbaikan bagi penulis. Akhir kata, penulis mengucapkan terimakasih atas perhatian pembaca dan berharap agar laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 27 Maret 2020



Penulis

DAFTAR ISI

Cover	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
LEMBAR REVISI	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vi
INTISARI	ix
ABSTRACT	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tema Sentral Masalah	2
1.3 Identifikasi Masalah	2
1.4 Premis	3
1.5 Hipotesis	5
1.6 Tujuan Penelitian	5
1.7 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Presipitasi	7
2.1.1 Presipitasi dan Kelarutan Logam	7
2.1.2 Termodinamika Kesetimbangan Presipitasi	8
2.1.3 Mekanisme Presipitasi	10
2.1.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Presipitasi	11
2.1.5 Jenis-Jenis Presipitasi	15
2.2 Spent Catalyst	18
2.3 Nikel Hidroksida (Ni(OH)_2)	19
2.4 Instrumen Analisis	21
2.4.1 Spektrofotometer UV-Vis	21
2.4.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	23
2.4.3 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	25
2.4.4 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	26
2.4.5 Transmission Electron Microscope (TEM)	27
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	29
3.1 Gambaran Umum Penelitian	29

3.2 Alat dan Bahan.....	29
3.3 Prosedur Penelitian	31
3.3.1 Pre-treatment Spent Catalyst	31
3.3.2 Proses Ekstraksi Sampel Spent Catalyst.....	31
3.3.3 Proses Presipitasi	33
3.4 Analisis Data.....	37
3.5 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian.....	37
BAB IV PEMBAHASAN	38
4.1 Pengaruh Waktu Presipitasi terhadap Proses Presipitasi Nikel Hidroksida	38
4.2 Pengaruh Temperatur terhadap Proses Presipitasi Nikel Hidroksida	40
4.3 Pengaruh Tahap Presipitasi terhadap Proses Presipitasi Nikel Hidroksida	41
4.3.1 Presipitasi Nikel Hidroksida 1 Tahap.....	41
4.3.2 Presipitasi Nikel Hidroksida 2 Tahap.....	42
BAB V KESIMPULAN dan SARAN	52
5.1 Kesimpulan	52
5.2 Saran	52
DAFTAR PUSTAKA.....	53
LAMPIRAN A METODE ANALISIS	56
A.1 Analisis Kadar Nikel	56
A.1.1 Pembuatan Larutan Peng kompleks DMG	56
A.1.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Nikel.....	56
A.1.3 Analisis Kadar Nikel dengan Spektrofotometer UV-Vis	57
A.2 Analisis Kadar Aluminium	58
A.2.1 Pembuatan Larutan Peng kompleks ECR	58
A.2.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Aluminium	59
A.2.3 Analisis Kadar Aluminium dengan Spektrofotometer UV-Vis	60
LAMPIRAN B MATERIAL SAFETY DATA SHEET	61
B.1 Asam Sulfat (H_2SO_4).....	61
B.2 Natrium Hidroksida ($NaOH$).....	62
B.3 Aluminium Sulfat ($Al_2((SO_4)_3$).....	63
B.3 Nikel Sulfat ($Ni(SO_4)$).....	64
B.4 Dimethylglyoxime (DMG).....	65
B.5 Kalium Persulfat ($K_2S_2O_8$).....	66

B.6 Natrium Tartat ($C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$).....	68
B.7 Eriochrome Cyanine R (ECR)	69
B.8 Asam Askorbat.....	70
B.9 Buffer Asetat	71
LAMPIRAN C GRAFIK.....	73
LAMPIRAN D HASIL PERCOBAAN	75
LAMPIRAN E CONTOH PERHITUNGAN.....	80

INTISARI

Nikel hidroksida memiliki peranan penting dalam berbagai proses industri. Nikel hidroksida dimanfaatkan untuk pembuatan baterai, *fuel cells*, kapasitor elektrokimia, dan lain-lain. Selain itu, hampir seluruh industri kimia menggunakan katalis di setiap unit proses utamanya. Katalis berbasis nikel merupakan salah satu katalis yang banyak digunakan untuk berbagai macam proses, seperti proses *hydro refining*, hidrodesulfurasi, dan *hydro cracking*. Namun, performa katalis akan semakin menurun seiring penggunaan dan pada akhirnya terdeaktivasi. Katalis bekas yang telah terdeaktivasi disebut dengan *spent catalyst*. *Spent catalyst* dapat diolah kembali menjadi bentuk yang lebih bernilai. Pada penelitian ini akan dilakukan presipitasi nikel hidroksida dengan tujuan menghasilkan presipitat nikel hidroksida dengan kemurnian logam nikel yang tinggi. Sebelumnya beberapa peneliti telah melakukan penelitian ini, namun kemurnian logam nikel yang diperoleh rendah (10-60 %).

Salah satu cara untuk memisahkan nikel dari campuran logam *spent catalyst* adalah metode *recovery* dengan melakukan ekstraksi-presipitasi. Sampel *spent catalyst* diekstrak menggunakan larutan asam sulfat 2,5 M, kemudian larutan ekstrak *spent catalyst* tersebut digunakan untuk proses presipitasi. Proses presipitasi dilakukan dengan cara menambahkan natrium hidroksida 5 M hingga mencapai pH optimum. Variasi percobaan yang dilakukan adalah temperatur (30, 50, dan 70 °C), waktu presipitasi (0, 20, 40, 60, 90, dan 120 menit), dan tahap presipitasi (1 dan 2 tahap). Analisa yang dilakukan adalah uji kadar nikel dan aluminium dalam fasa cair untuk mengetahui persentase nikel dan aluminium yang terpresipitasi dengan menggunakan metode spektrofotometri. Uji padatan dengan menggunakan XRD, XRF, SEM, dan TEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik presipitat yang dihasilkan pada berbagai variasi percobaan.

Presipitasi logam nikel paling baik dilakukan pada temperatur 50°C (persentase *removal* 43,41 % saat t = 60 menit). Waktu optimum untuk proses presipitasi nikel hidroksida adalah 60 menit, sedangkan perpanjangan waktu presipitasi (>60 menit) tidak memberikan penurunan konsentrasi logam nikel yang signifikan dalam fasa cair. Semakin banyak tahap presipitasi, kemurnian logam nikel dalam presipitat nikel hidroksida semakin tinggi. Presipitasi 1 tahap dan 2 tahap menghasilkan presipitat nikel hidroksida dengan kemurnian logam nikel secara berturut-turut adalah 45,82 % dan 88,35 %.

Kata kunci : nikel hidroksida, presipitasi, *spent catalyst*, kemurnian, *removal*

ABSTRACT

Nickel hydroxide plays an important role in various industrial processes. Nickel hydroxide is used in batteries manufacture, fuel cells, electrochemical capacitor, and others. On the other hand, most of chemical industries use catalysts in every major process unit. For example nickel based catalyst which is widely used for various processes, such as hydro refining, hydrodesulfuration, and hydro cracking. However, the performance of the catalyst will decrease by the time and eventually deactivated. Catalyst which has been deactivated is called spent catalysts. The spent catalysts can be processed into a more valuable product. In this research, nickel hydroxide precipitation will be conducted to produce nickel hydroxide precipitates with high nickel metal purity. Previously, several researchers had conducted this research, but the purity of nickel metal obtained was low (10-60 %).

One of the method to separate nickel from spent catalyst metal alloys is the recovery method by extraction-precipitation. The spent catalyst sample was extracted using 2,5 M sulfuric acid solution, then the spent catalyst extract solution was used for the precipitation process. The precipitation process was carried out by adding sodium hydroxide starting by 5M to the optimum pH. The variable investigated in this research were temperature (30, 50, and 70 °C), precipitation time (0, 20, 40, 60, 90, and 120 minutes), and precipitation stages (1 and 2 stages). The characterization to the liquid phase was done by a spectrophotometric method to determine the percentage of nickel and aluminium which was precipitated. The solid phase characterization was carried out by XRD, XRF, SEM and TEM to determine the characteristics of each precipitate.

Nickel metal precipitation was best done at a temperature of 50 °C (removal percentage of 43,41 % at t = 60 minutes). The optimum time for the nickel hydroxide precipitation process was 60 minutes, while the extended time of precipitation (>60 minutes) did not provide a significant decrease of nickel metal concentration in the liquid phase. Increasing precipitation stages, the higher the purity of the nickel metal in the nickel hydroxide precipitate obtained. 1 stage and 2 stages precipitation produced nickel hydroxides precipitates with nickel metal purity of 45,82 % and 88,35 % respectively.

Keywords: nickel hydroxide, precipitation, spent catalyst, purity, removal

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penelitian beberapa dekade terakhir menyatakan bahwa nikel hidroksida merupakan suatu material yang penting. Nikel hidroksida memiliki peranan yang signifikan dalam bidang kimia, fisika, dan *engineering*, terutama dalam industri baterai. Nikel hidroksida merupakan bahan elektroda positif dalam baterai isi ulang, salah satu contohnya adalah baterai nikel-logam hidrida (Ni/MH). Nikel hidroksida juga diaplikasikan pada *fuel cells*, kapasitor elektrokimia, *electrolyzers*, sel elektrosintetik, alat elektrokromik, fotokatalisis, elektrokatalisis, dan sensor elektrokimia (Song, et al., 2002; Hall, et al., 2014). Selain itu, nikel juga dimanfaatkan secara luas sebagai katalis. Katalis berbasis nikel diaplikasikan pada berbagai proses industri, seperti hidrogenasi minyak sayur (Ni-Al *Raneynickel*), hidrodesulfurasi, *hydro refining* (Ni, Mo/Al₂O₃), *hydro cracking* (NiS, WS₃/SiO₂Al₂O₃), metanasi karbon dioksida dari gas sintesis hidrogen dan ammonia (NiO/Al₂O₃, Ni/SiO₂) serta pada proses oksidasi propilen ammonia pada produksi *acrylonitrile* (katalis dengan campuran logam Ni, Mo, Bi, Fe, Co, dsb.) (Lee, et al., 2010).

Presipitasi merupakan salah satu cara yang banyak dilakukan untuk memperoleh logam nikel. Presipitasi adalah proses pembentukan padatan dari larutan melalui suatu reaksi. Berdasarkan agen presipitasi yang digunakan, terdapat beberapa jenis presipitasi, yaitu presipitasi senyawa hidroksida, presipitasi senyawa sulfida, presipitasi senyawa sianida, presipitasi senyawa karbonat, dan presipitasi senyawa fosfat. Pada penelitian ini akan dilakukan presipitasi senyawa hidroksida, yaitu penambahan zat alkali pada larutan ekstrak (*leaching*) katalis bekas (*spent catalyst*). *Spent catalyst* memiliki banyak kandungan logam yang berbahaya jika dibuang ke lingkungan. Selain itu, *spent catalyst* dapat dimanfaatkan kembali melalui beberapa proses kimia sehingga diperoleh logam dengan kemurnian tertentu yang masih memiliki harga jual.

Sebelumnya, Putra (2019) telah melakukan penelitian ini dengan memperoleh nikel hidroksida dengan kemurnian 13,1 %. Percobaan yang dilakukan adalah presipitasi nikel hidroksida dengan variasi pH dan temperatur. Percobaan diawali dengan ekstraksi logam dari *spent catalyst* menggunakan H₂SO₄ 5 M, kemudian presipitasi larutan ekstrak dilakukan dengan penambahan NaOH 10 M sebagai agen presipitasi. Dari hasil percobaan diperoleh pH optimum untuk presipitasi nikel hidroksida adalah pH 10, di mana pada pH 10 nikel hidroksida memiliki kelarutan yang minimum (Putra, 2019).

Nikel hidroksida dengan kemurnian 13,1 % tidak memiliki harga jual yang tinggi, sehingga penelitian Putra (2019) akan dilanjutkan pada penelitian kali ini dengan tujuan meningkatkan kemurnian nikel hidroksida. Terdapat beberapa penyebab penelitian Putra (2019) memperoleh nikel hidroksida dengan kemurnian rendah. Pertama ekstraktan dan agen presipitasi yang digunakan terlalu pekat, yaitu H_2SO_4 5 M dan NaOH 10 M. Kedua presipitat nikel hidroksida yang diperoleh tidak dilakukan pencucian sehingga tingkat kandungan pengotor masih tinggi dalam presipitat nikel hidroksida tersebut. Selain itu, *spent catalyst* yang digunakan mengandung banyak aluminium sehingga banyak logam aluminium yang ikut terpresipitasi. Untuk mengatasi masalah tersebut, presipitasi nikel hidroksida pada penelitian ini akan dilakukan menggunakan ekstraktan dan agen presipitasi dengan konsentrasi lebih rendah, kemudian proses presipitasi akan dilakukan secara bertahap, di mana presipitasi tahap satu bertujuan untuk menghilangkan kandungan aluminium dan presipitasi tahap dua akan diperoleh nikel hidroksida yang lebih murni.

1.2 Tema Sentral Masalah

Penelitian ini akan dilakukan *recovery spent catalyst* dengan cara ekstraksi dan presipitasi. Pada proses presipitasi dilakukan variasi temperatur dan waktu presipitasi dengan tujuan memperoleh kondisi operasi optimum untuk melakukan presipitasi nikel hidroksida. Selain itu, variasi tahap presipitasi juga dilakukan untuk memperoleh produk nikel hidroksida dengan kemurnian logam nikel yang lebih tinggi dibandingkan dengan penelitian sebelumnya.

1.3 Identifikasi Masalah

1. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap profil penurunan logam nikel dalam fasa cair pada proses presipitasi nikel hidroksida?
2. Bagaimana pengaruh waktu presipitasi terhadap jumlah presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan pada proses presipitasi nikel hidroksida?
3. Bagaimana pengaruh tahap presipitasi terhadap kemurnian logam nikel dalam presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan pada proses presipitasi nikel hidroksida?
4. Bagaimana karakteristik presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan dari berbagai macam variasi percobaan?

1.4 Premis

Tabel 1.1 Premis Persentase Nikel Terpresipitasi dan Persentase Komposisi Nikel

Peneliti	Jumlah Tahap Presipitasi	Urutan Tahap	Agen Presipitasi	pH	Temperatur	Waktu Presipitasi	Persentase Nikel Terpresipitasi	Kemurnian Nikel
(Basturkcu & Acarkan, 2017)	1 tahap	1	Ca(OH) ₂	2,5-5	50-90 °C	30-120 menit	± 27,8 %	0,015 %
(Mubarok & Lieberto, 2013)	1 tahap	1	NaOH	7-9	25-75 °C	60 menit	± 99,9 %	35,20 %
(Safitri, et al., 1964)	3 tahap	1	CaCO ₃	1,5	90 °C	150 menit	-	-
		2	CaCO ₃	3,5	70 °C	60 menit	-	-
		3	MgO	6-9	50-70 °C	30-240 menit	± 99,9 %	32,73 %
(Oustadakis, et al., 2006)	1 tahap	1	MgO	7-9	25-30 °C	-	± 99,9 %	25 %

Tabel 1.1 Premis Persentase Nikel Terpresipitasi dan Persentase Komposisi Nikel (lanjutan)

Peneliti	Jumlah Tahap Presipitasi	Urutan Tahap	Agen Presipitasi	pH	Temperatur	Waktu Presipitasi	Persentase Nikel Terpresipitasi	Kemurnian Nikel
(Wang, et al., 2017)	2 tahap	1	CaCO ₃	2,5-4	25-85 °C	-	-	-
		2	CaCO ₃	2,5-4	25-85 °C	60 menit	± 60 %	-
(Kurama, 2009)	2 tahap	1	MgO	4-5,5	55 °C	-	-	-
		1	NaOH	4-5,5	55 °C	-	-	-
	2	MgO	8	55 °C	-	-	33,70%	
		NaOH	8	55 °C	-	-	58,74%	

Tabel 1.2 Premis Karakteristik Presipitat Nikel Hidroksida

Peneliti	Sampel	Agen Presipitasi	pH	Temperatur	Karakteristik Ni(OH) ₂
(Song, et al., 2002)	NiSO ₄	NaOH	7,25-11,5	± 60 °C	β-Ni(OH) ₂
(Ramesh & Kamath, 2006)	Ni(NO ₃) ₂	NaOH	7-12	28-30 °C	β-Ni(OH) ₂
		NaOH	>13	4-80 °C	β-Ni(OH) ₂
		NH ₃	-	4-65 °C	α-Ni(OH) ₂ dan β-Ni(OH) ₂
(Vinichenko & Sidorova, 2016)	Ni(NO ₃) ₂	NaOH	8-10	15-45 °C	β-Ni(OH) ₂
(Kumar, et al., 2015)	NiSO ₄	NaOH	8-11	50 °C	β-Ni(OH) ₂

1.5 Hipotesis

1. Semakin tinggi temperatur presipitasi, proses presipitasi akan berlangsung semakin cepat dan presipitat nikel hidroksida yang terbentuk cenderung berfasa β.
2. Semakin panjang waktu presipitasi, presipitat yang dihasilkan semakin banyak hingga mencapai waktu presipitasi optimum, di mana jumlah presipitat yang terbentuk cenderung konstan dan presipitat nikel hidroksida yang terbentuk cenderung berfasa β.
3. Semakin banyak tahap presipitasi, semakin tinggi kemurnian presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan.

1.6 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh variasi temperatur terhadap kinerja presipitasi selektif.
2. Mempelajari pengaruh variasi waktu presipitasi terhadap kinerja presipitasi selektif.
3. Memperlajari pengaruh variasi tahap presipitasi terhadap kinerja presipitasi selektif.
4. Mempelajari karakteristik presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan dari berbagai variasi percobaan.

1.7 Manfaat Penelitian

1. Bagi dunia pendidikan Indonesia

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan yang berguna untuk kemajuan pendidikan Indonesia, terutama dalam bidang pengolahan mineral.

2. Bagi bangsa dan negara

Hasil penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan pemanfaatan limbah industri, khususnya *spent catalyst* menjadi bahan yang lebih bernilai. Selain itu, penelitian ini diharapkan dapat dikembangkan lebih lanjut agar dapat diaplikasikan ke dalam skala industri dan secara tidak langsung meningkatkan kesejahteraan industri dan masyarakat Indonesia.