

**PENGARUH PENAMBAHAN ZAT ADITIF
TERHADAP PROSES EKSTRAKSI NIKEL DAN
ALUMINIUM DARI *SPENT CATALYST* Ni/Al₂O₃
DENGAN METODE *SUBCRITICAL WATER
EXTRACTION***

Laporan Penelitian

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

Oleh :

Alexander Kevin (2017620069)

Pembimbing :

Ratna Frida Susanti, Ph.D.

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



PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA

FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI

UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN

2021

LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL : PENGARUH PENAMBAHAN ZAT ADITIF TERHADAP PROSES EKSTRAKSI NIKEL DAN ALUMINIUM DARI *SPENT CATALYST* Ni/Al₂O₃ DENGAN METODE *SUBCRITICAL WATER EXTRACTION*

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 26 Agustus 2021

Pembimbing 1



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

Pembimbing 2

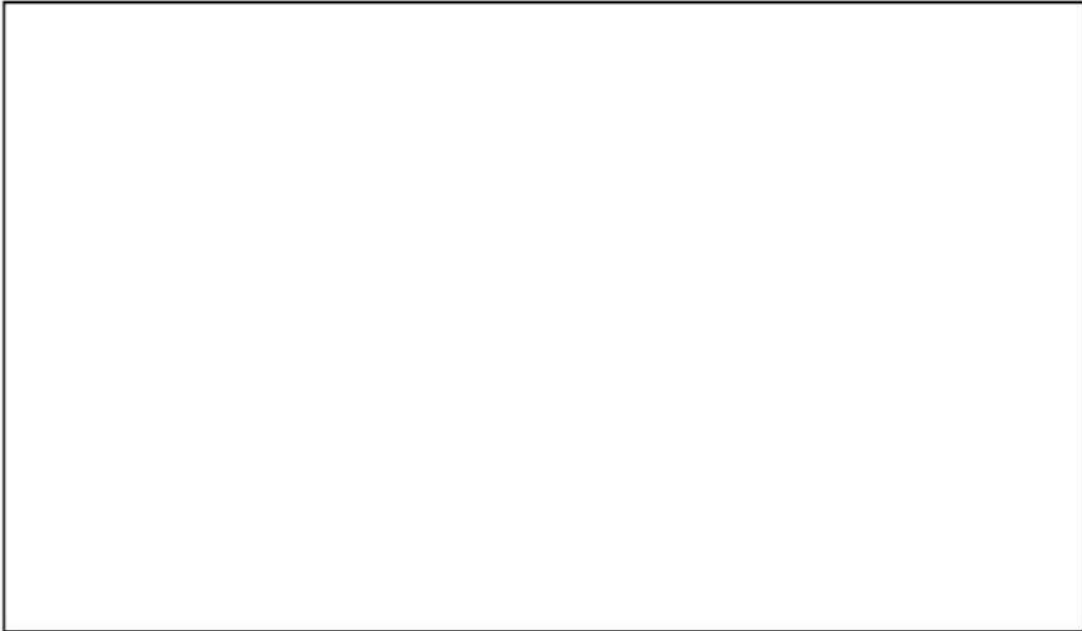


Kevin Cleary Wanta, S.T., M.Eng.

LEMBAR REVISI

**JUDUL : PENGARUH PENAMBAHAN ZAT ADITIF TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI NIKEL DAN ALUMINIUM DARI *SPENT CATALYST* Ni/Al₂O₃
DENGAN METODE *SUBCRITICAL WATER EXTRACTION***

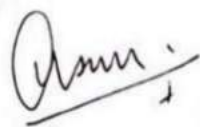
CATATAN :



Telah diperiksa dan disetujui,

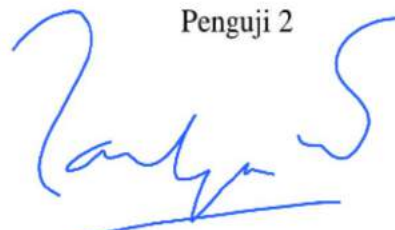
Bandung, 26 Agustus 2021

Penguji 1



Dr. Ir. Asaf Kleopas Sugih

Penguji 2



I Gede Pandega Wiratama, S.T., M.T.



JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Alexander Kevin

NPM : 2017620069

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul:

**PENGARUH PENAMBAHAN ZAT ADITIF TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI NIKEL DAN ALUMINIUM DARI *SPENT CATALYST*
Ni/Al₂O₃ DENGAN METODE *SUBCRITICAL WATER EXTRACTION***

Adalah hasil pekerjaan saya dan seluruh ide, pendapat, materi atau sumber lain telah dikutip dengan cara penulisan referensi 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, 26 Agustus 2021



Alexander Kevin
(2017620069)

INTISARI

Katalis memiliki peranan penting dalam dunia industri saat ini. Penggunaan katalis dapat membuat alternatif mekanisme reaksi sehingga proses reaksi dapat berlangsung pada kondisi tekanan dan temperatur yang lebih stabil dan lebih menguntungkan secara efisiensi dan dampaknya ke lingkungan. Katalis dapat terdeaktivasi seiring dengan pemakaian dan waktu. Katalis yang tidak dapat diregenerasi akan menjadi limbah *spent catalyst* yang merupakan limbah B3 sehingga perlu pengolahan terlebih dahulu. Salah satu cara mengolah *spent catalyst* tersebut adalah dengan *leaching* menggunakan air subkritik.

Spent catalyst yang digunakan pada penelitian ini berasal dari unit *steam reforming* PT. Petrokimia Gresik yang sebagian besar komposisinya berupa nikel dan aluminium. Kedua logam tersebut memiliki bahaya terhadap kesehatan manusia jika terpapar dalam jumlah dan intensitas yang tinggi. Nikel dan aluminium tersebut akan dipisahkan secara *leaching* dengan menggunakan pelarut air subkritik. Secara umum, pelarut air subkritik merupakan air demineralisasi yang dioperasikan pada temperatur tinggi (100 °C – 374 °C) dan tekanan yang diatur untuk menjaga kondisi air tetap cair. Air subkritik memiliki sifat fisik yang berbeda dengan air pada kondisi ruang (25 °C, 1 atm). Ekstraksi menggunakan air subkritik dipengaruhi oleh temperatur, tekanan, waktu ekstraksi, dan penambahan zat aditif. Penelitian ini bertujuan untuk mempengaruhi pengaruh penambahan zat aditif terhadap persentase *recovery* logam dan membandingkan hasilnya jika ekstraksi dilakukan secara konvensional.

Dalam penelitian ini, *spent catalyst* diayak dengan ayakan -60 + 80 mesh. *Spent catalyst* yang sudah diayak lalu diekstraksi dengan metode *Subcritical Water Extraction* (SWE) dan metode konvensional. Temperatur dan tekanan operasi kedua metode secara berurutan adalah 250°C; 50 bar dan 85°C; 1 bar. Lama waktu ekstraksi kedua metode adalah 150 menit. Terdapat variasi zat aditif berupa asam sitrat 1 M, EDTA 1M, dan NH₄OH 1 M. Hasil ekstraksi kemudian dianalisis dengan menggunakan metode spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang 535 nm untuk analisis aluminium dan panjang gelombang 478 nm untuk analisis nikel.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan zat aditif dapat meningkatkan persentase *recovery* nikel dan lebih baik dibandingkan ekstraksi secara konvensional. Pada kondisi subkritik persentase *recovery* nikel menggunakan zat aditif asam sitrat, EDTA, dan NH₄OH secara berurutan adalah 9,56%, 1,17%, dan 0,62% sedangkan saat ekstraksi secara konvensional sebesar 9,25%, 0,65%, dan 0,1%. Persentase *recovery* aluminium terbesar di dapat saat ekstraksi menggunakan air subkritik tanpa zat aditif yaitu sebesar 1,53%. Hasil analisis menunjukkan tidak ada aluminium yang terekstraksi saat menggunakan EDTA dan NH₄OH sebagai zat aditif pada kondisi subkritik ataupun pada saat ekstraksi secara konvensional. Berdasarkan persentase *recovery* yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa perlu alternatif zat aditif lain yang lebih baik untuk mengekstraksi nikel. Sedangkan untuk aluminium, metode *SWE* lebih baik dibandingkan dengan ekstraksi secara konvensional menggunakan pelarut asam.

Kata kunci : air subkritik, *leaching*, nikel, *spent catalyst*, zat aditif

ABSTRACT

Catalysts play an important role in today's industrialized world. The use of catalysts can create alternative reaction mechanisms so that the reaction process can take place at more stable and more favorable pressure and temperature conditions efficiency and impact to the environment. Catalysts can be deactivated with use and time. Catalysts that cannot be regenerated will be spent catalyst waste which is hazardous so it needs to be processed first. One way to process the spent catalyst is by leaching using subcritical water.

The spent catalyst used in this study came from the steam reforming unit of PT. Gresik petrochemicals are mostly in the form of nickel and aluminum. Both metals have a danger to human health if exposed in high amounts and intensity. Nickel and aluminum will be separated using subcritical water solvents. In general, a subcritical water solvent is a demineralized water operated at high temperatures (100°C – 374°C) and a regulated pressure to keep the water in liquid condition. Subcritical water has different physical properties to water in space conditions (25 °C, 1 atm). Extraction using subcritical water is affected by temperature, pressure, extraction time, and additives addition. This study aimed to analyze the effect of additives additions on the percentage of metal recovery and compare the results if extraction was done conventionally.

In this study, spent catalysts were sifted with a -60 + 80 mesh sieve. Spent catalysts that have been scrambled are then extracted by subcritical water extraction (SWE) methods and conventional methods. The operating temperature and pressure of both methods in a sequence are 250°C; 50 bars and 85°C; 1 bar. The length of extraction time of both methods is 150 minutes. There are variations in additives in the form of citric acid 1 M, EDTA 1M, and NH₄OH 1 M. Extraction results are then analyzed using the UV-Vis spectrophotometer method at a wavelength of 535 nm for aluminum analysis and a wavelength of 478 nm for nickel analysis.

The results showed that the addition of additives can increase the percentage of nickel recovery and is better than conventional extraction. In subcritical conditions, the percentage of nickel recovery using citric acid additives, EDTA, and NH₄OH respectively is 9.56%, 1.17%, and 0.62% while when conventional extraction is 9.25%, 0.65%, and 0.1%. The largest percentage of aluminum recovered when extraction using subcritical water without additives is 1.53%. The results showed that no aluminum was extracted when using EDTA and NH₄OH as additives under subcritical conditions or during conventional extraction. Based on the percentage of the recovery obtained, it can be concluded that it is necessary to search a better additives alternative to extract nickel. As for aluminum, the SWE method is better than conventional extraction using acidic solvents.

Keywords : subcritical water, leaching, nickel, spent catalyst, additives

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian yang berjudul “Pengaruh Penambahan Zat Aditif dan Konsentrasi Zat aditif Terhadap Proses Ekstraksi Nikel dan Aluminium dari *Spent Catalyst* Ni/Al₂O₃ dengan Metode *Subcritical Water Extraction*” tepat waktu. Proposal penelitian ini disusun untuk memenuhi syarat mata kuliah CHE-183640-02 dan sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar sarjana Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan, Bandung. Tidak lupa penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyusun proposal 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 proposal 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 proposal 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 proposal penelitian ini.

Penulis mengakui bahwa ada banyak kekurangan pada proposal penelitian ini. Oleh sebab itu, kritik dan saran dari seluruh pihak senantiasa penulis harapkan untuk mengembangkan penulis dalam penyusunan proposal penelitian berikutnya. Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih atas perhatian pembaca. Penulis berharap agar proposal penelitian ini dapat berguna dan bermanfaat bagi pembaca.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL	xii
INTISARI	xiii
<i>ABSTRACT</i>	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tema Sentral Masalah	2
1.3 Identifikasi Masalah.....	3
1.4 Premis	3
1.5 Hipotesis	3
1.6 Tujuan Penelitian	3
1.7 Manfaat Penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	9
2.1 Ekstraksi.....	9
2.1.1 Metode Ekstraksi.....	10
2.1.2 Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Ekstraksi.....	11
2.2 <i>Subcritical Water Extraction (SWE)</i>	14
2.2.1 Air Subkritik.....	15
2.2.2 Sifat Fisik Air Subkritik	15
2.2.3 Mekanisme SWE.....	17
2.2.4 Pengaruh Temperatur dan Tekanan Terhadap Mekanisme SWE	18
2.2.5 Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Mekanisme SWE.....	24

2.2.6 Pengaruh Zat Aditif/ <i>Modifier</i> Terhadap Mekanisme SWE.....	25
2.3 <i>Spent catalyst</i>	30
2.4 <i>State of the Art</i>	31
2.5 Instrumen Analisis	32
2.5.1 Spektrofotometer <i>UV – Vis</i>	32
2.5.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	35
2.5.3 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	36
 BAB 3 METODE PENELITIAN	 37
3.1 Gambaran umum penelitian.....	37
3.2 Alat dan Bahan.....	38
3.2.1 Alat.....	38
3.2.2 Bahan.....	40
3.3 Prosedur Percobaan.....	40
3.3.1 Proses <i>pre-treatment</i> Padatan <i>Spent Catalyst</i>	40
3.3.2 Proses <i>Leaching</i> Bubuk <i>Spent Catalyst</i> dengan Fluida Air Subkritis.....	41
3.3.3 Proses <i>Leaching</i> Bubuk <i>Spent Catalyst</i> Secara Konvensional.....	42
3.4 Analisis Sampel	43
3.5 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian.....	43
 BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	 44
4.1 Ekstraksi Nikel.....	44
4.1.1 Ekstraksi Nikel Menggunakan Metode Subkritis	44
4.1.2 Ekstraksi Nikel Menggunakan Metode Konvensional.....	48
4.1.3 Perbandingan Hasil Ekstraksi Nikel.....	49
4.2 Ekstraksi Aluminium	51
4.2.1 Ekstraksi Aluminium Menggunakan Metode Subkritis.....	51
4.2.2 Ekstraksi Aluminium Menggunakan Metode Konvensional	53
4.2.3 Perbandingan Hasil Ekstraksi Aluminium	56
4.3 Penyimpangan Hasil Analisis spektrofotometer UV-Vis	57
 BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	 59

5.1 Kesimpulan	59
5.2 Saran	59
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN A PROSEDUR ANALISIS	65
A.1 Analisis Kadar Nikel	65
A.1.1 Pembuatan Larutan Pengompleks DMG	65
A.1.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Nikel	66
A.1.3 Analisis Nikel Hasil Ekstraksi	67
A.2 Analisis Kadar Aluminium	67
A.2.1 Pembuatan Larutan Pengompleks ECR	68
A.2.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Aluminium	68
A.2.3 Analisis Aluminium Hasil Ekstraksi	69
LAMPIRAN B <i>MATERIAL SAFETY DATA SHEET</i>	70
B.1 Asam Sulfat (esciencelabs.com)	70
B.2 Sodium Tartrat Dihydrate (esciencelabs.com)	71
B.3 Potassium Persulfat	72
B.4 Natrium Hidroksida (esciencelabs.com)	73
B.5 <i>Dimethylglyoime</i> (esciencelabs.com)	74
B.6 Nickel Sulfate Hexahydrate (esciencelabs.com)	75
B.7 Buffer Asetat, pH 4.0 (esciencelabs.com)	76
B.8 Asam Askorbat (esciencelabs.com)	77
B.9 <i>Eriochrome Cyanine R</i> (esciencelabs.com)	78
B.10 Aluminium Klorida Anhidrat (esciencelabs.com)	79
B.11 Asam Sitrat (esciencelabs.com)	80
B.12 <i>Ethylenediaminetetraacetic Acid Disodium</i> (esciencelabs.com)	81
B.13 Amonium Hidroksida (http://www.labchem.com/)	82
LAMPIRAN C DATA PENELITIAN	83
C.1 Kurva Standar Nikel	83
C.2 Kurva Standar Aluminium	84
C.3 Konsentrasi Nikel yang Terekstraksi	85
C.4 Konsentrasi Aluminium yang Terekstraksi	86
C.5 Perhitungan Persentase <i>Recovery</i> Logam	88

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Diagram fasa air (Nakajima, 2013)	15
Gambar 2.2 Sifat fisik air sebagai fungsi suhu pada tekanan 250 bar (Susanti dkk., 2013)	16
Gambar 2.3 Mekanisme SWE (Ong dkk., 2006).....	18
Gambar 2.4 Pengaruh temperatur dan tekanan terhadap densitas air(Xiao, 2014)	19
Gambar 2.5 Pengaruh tekanan terhadap konstanta dielektrik air pada berbagai temperatur (Floriano dan Nascimento, 2004)	20
Gambar 2.6 Pengaruh temperatur terhadap konstanta dielektrik air (Luong dkk., 2015) ...	20
Gambar 2.7 [a]. Pengaruh temperatur terhadap ionic product air dengan variasi temperatur [b]. Pengaruh tekanan terhadap ionic product air dengan variasi tekanan (Verma, 2003).....	21
Gambar 2.8 Pengaruh tekanan terhadap viskositas dinamik air pada berbagai temperatur (Xiao, 2014).....	22
Gambar 2.9 Pengaruh temperatur terhadap viskositas dinamik air (Xiao, 2014).....	22
Gambar 2.10 Pengaruh tekanan pada berbagai temperatur terhadap nilai self diffusion coefficient(Krynicky, Green, dan Sawyer, 1978).....	24
Gambar 2.11 Diagram pourbaix nikel pada 300°C, 10 Mpa dan 10 ⁻⁶ mol/kg (Cook dan Olive, 2012)	25
Gambar 2.12 Diagram pourbaix aluminium pada 300°C, 10 Mpa dan 10 ⁻⁶ mol/kg (Cook dan Olive, 2012)	25
Gambar 2.13 Perbandingan ekstraksi NTA dan dengan NTA+air subkritik (Zhang dan Itoh, 2006).....	27
Gambar 2.14 Pengaruh rasio amonia-amonium karbonat terhadap laju reaksi (Mena dan Olson, 1985)	30
Gambar 2.15 Diagram spektrofotometer UV – vis single beam (Skoog dkk., 2014)	33
Gambar 2.16 Diagram spektrofotometer UV – vis double beam (Skoog dkk., 2014)	33
Gambar 2.17 Reaksi antara Ni ²⁺ dengan DMG	34
Gambar 2.18 Skema alat XRD (Epp, 2016)	35
Gambar 2.19 Grafik hasil pengujian XRD sampel spent catalyst (Wanta dkk., 2019)	36
Gambar 2.20 Skema alat XRF (Rouessac dan Rouessac, 1994).....	36
Gambar 3.1 Skema rangkaian alat SWE	39
Gambar 3.2 Gambar Alat SWE	39

Gambar 3.3 Rangkaian alat untuk ekstraksi secara konvensional.....	39
Gambar 3.4 Proses pre-treatment padatan spent catalyst	40
Gambar 3.5 Diagram alir proses leaching bubuk spent catalyst dengan fluida air subkritis	41
Gambar 3.6 Diagram alir proses leaching bubuk spent catalyst secara konvensional	42
Gambar 4.1 Persentase recovery nikel hasil ekstraksi sampel spent catalyst menggunakan metode subkritis.....	44
Gambar 4.2 Pengaruh pH terhadap kelarutan nikel pada temperatur 250°C dalam air (Palmer, Bénézeth, dan Wesolowski, 1980).....	47
Gambar 4.3 Persentase recovery nikel hasil ekstraksi sampel spent catalyst menggunakan metode konvensional	48
Gambar 4.4 Pengaruh zat aditif dan metode ekstraksi terhadap persentase recovery aluminium.....	50
Gambar 4.5 Pengaruh temperatur terhadap pH air pada berbagai tekanan (Cook and Olive, 2012).....	50
Gambar 4.6 Persentase recovery aluminium hasil ekstraksi sampel spent catalyst menggunakan metode subkritis.....	52
Gambar 4.7 Persentase recovery aluminium hasil ekstraksi sampel spent catalyst menggunakan metode konvensional.....	54
Gambar 4.8 Pengaruh pH campuran pelarut (a) asam laktat-oksalat dan (b) asam sitrat- oksalat terhadap kelarutan aluminium dan jumlah aluminium yang diperoleh pada temperatur 60°C (Saleh dkk., 2019).....	55
Gambar 4.9 Pengaruh pelarut dan metode ekstraksi terhadap persentase recovery aluminium.....	56
Gambar 4.10 Pengaruh pH dan temperatur terhadap kelarutan aluminium (Adschiri dan Arai, 2002).....	57
Gambar A.1.1 Pembuatan larutan pengompleks DMG.....	65
Gambar A.1.2 Pembuatan kurva standar larutan nikel.....	66
Gambar A.1.3 Analisis kadar nikel	67
Gambar A.2.1 Pembuatan larutan pengompleks ECR	65
Gambar A.2.2 Pembuatan kurva standar larutan aluminium.....	66
Gambar A.2.3 Analisis kadar aluminium	67
Gambar C.1 Persamaan kurva standar nikel.....	84

Gambar C.2 Persamaan kurva standar aluminium	85
Gambar C.5.1 Persentase <i>recovery</i> nikel pada metode subkritik	84
Gambar C.5.2 Persentase <i>recovery</i> nikel pada metode konvensional	85
Gambar C.5.3 Persentase <i>recovery</i> aluminium pada metode subkritik.....	90
Gambar C.5.4 Persentase <i>recovery</i> aluminium pada metode konvensional.....	90

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Premis ekstraksi ion logam menggunakan fluida air subkritis	5
Tabel 1.2 Premis ekstraksi ion logam secara konvensional	8
Tabel 2.1 Ringkasan berbagai metode ekstraksi (Zhang, Lin, dan Ye, 2018).....	10
Tabel 2.2 Perbandingan sifat air pada berbagai tekanan dan temperatur (Geankoplis, 1993; Toor, Rosendahl, dan Rudolf, 2011; Uematsu dan Franck, 1980)	16
Tabel 2.3 <i>Self diffusion coefficient</i> air pada berbagai temperatur (Yoshida, Matubayasi, dan Nakahara, 2008)	23
Tabel 2.4 Perbandingan komposisi logam terekstrak dengan berbagai jenis asam (Lie dkk., 2020)	26
Tabel 2.5 nilai K_{MY} berbagai ion logam pada 20°C (Skoog dkk., 2014)	28
Tabel 2.6 Ketahanan <i>stainless steel</i> 316 terhadap berbagai macam bahan (Graco, 2013)..	30
Tabel 2.7 Komposisi spent catalyst unit reforming PT. Petrokimia Gresik (Wanta dkk., 2019)	31
Tabel 2.8 Warna terabsorpsi dan komplementer pada berbagai macam panjang gelombang (Skoog dkk., 2014).....	35
Tabel 3.1 Variasi Percobaan SWE	37
Tabel 3.2 Variasi percobaan ekstraksi konvensional.....	38
Tabel 3.3 Jadwal kerja penelitian	43
Tabel 4.1 Konstanta disosiasi asam dan pH dari EDTA 1 M dan asam sitrat 1 M pada temperatur 25°C (Haynes, 2017; Skoog dkk., 2014)	46
Tabel 4.2 Komposisi Penyusun Stainless Steel 316L (United Performance Metals).....	53
Tabel 4.3 Konstanta pembentukan kompleks beberapa pengompleks terhadap nikel (Kumar dkk., 2016; Skoog dkk., 2014; Zelenin, 2007).....	58
Tabel C.1 Absorbansi untuk kurva standar nikel	83
Tabel C.2 Absorbansi untuk kurva standar aluminium	84
Tabel C.3.1 Hasil ekstraksi nikel metode subkritis.....	85
Tabel C.3.2 Hasil ekstraksi nikel metode konvensional tanpa pengadukan.....	86
Tabel C.3.3 Hasil ekstraksi nikel metode konvensional dengan pengadukan.....	86
Tabel C.4.1 Hasil ekstraksi aluminium metode subkritis	87
Tabel C.4.2 Hasil ekstraksi aluminium metode konvensional tanpa pengadukan	88
Tabel C.4.3 Hasil ekstraksi aluminium metode konvensional dengan pengadukan	88

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nikel merupakan logam transisi berwarna putih perak, keras, dan memiliki titik leleh yang tinggi, tahan terhadap korosi, dan memiliki ketangguhan juga kekuatan yang baik. Logam nikel menduduki urutan ke-24 unsur yang paling banyak tersedia di dalam lapisan kulit bumi dan Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki persediaan nikel terbanyak di dunia. Karena sifatnya, nikel sering dimanfaatkan sebagai bahan konstruksi alat, komponen untuk *stainless steel*, sebagai komponen untuk baja, bagian untuk peralatan elektronik, dan juga sebagai bagian aktif untuk katalis (Sigel, 2007). Katalis berbasis nikel banyak menggunakan logam aluminium sebagai *support* katalis tersebut.

Saat ini, katalis memiliki peranan penting dalam dunia industri. Sekitar 85 – 90% proses industri menggunakan katalis dalam proses produksinya sehingga katalis berperan penting dalam proses industri. Katalis dapat memungkinkan alternatif mekanisme reaksi yang lebih menguntungkan dari segi efisiensi ataupun dampak ke lingkungannya. Proses industri yang menggunakan katalis dapat berlangsung pada kondisi tekanan dan temperatur yang lebih stabil. Penggunaan katalis dapat dilihat dalam proses produksi *bulk and fine chemicals*, produksi bahan bakar untuk kendaraan, dan untuk mencegah atau mengurangi polusi yang terbentuk (Chorkendorff dan Niemantsverdriet, 2003; Suresh dan Sundaramoorthy, 2014).

Katalis dapat terdeaktivasi atau menjadi jenuh seiring dengan waktu dan pemakaian. Hal tersebut akan menyebabkan kinerja dan selektivitas dari katalis tersebut berkurang. Umur katalis tersebut bergantung pada penggunaan katalis dalam suatu proses industri. Berdasarkan mekanisme yang terjadi, deaktivasi katalis dapat dibagi menjadi *poisoning*, *fouling*, *thermal degradation*, *vapor transport* dan *crushing*. Katalis yang sudah terdeaktivasi secara permanen tidak dapat digunakan kembali, sehingga katalis tersebut akan menjadi limbah atau disebut *spent catalyst*. Limbah tersebut merupakan limbah B3 yang berbahaya untuk lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan pengolahan *spent catalyst* terlebih dahulu (Bartholomew dan Farrauto, 2006; Marafi dan Stanislaus, 2003).

Pengolahan limbah katalis didasari oleh berbagai faktor. Dilihat dari faktor lingkungan dan kesehatan, limbah katalis yang terdiri dari logam berat itu dapat menyebabkan pencemaran lingkungan dan berbahaya bagi kesehatan. Faktor selanjutnya yang dapat dilihat adalah faktor ekonomisnya, logam yang terdapat dalam *spent catalyst* merupakan logam yang banyak dibutuhkan sehingga dapat dijual kembali. Salah satu cara untuk mengambil logam tersebut adalah dengan proses *leaching*. Proses *leaching* yang biasa digunakan adalah *leaching* menggunakan asam kuat seperti HCl dan H₂SO₄. Akan tetapi, penggunaan asam untuk *leaching* memiliki beberapa kekurangan seperti biaya penggunaan pelarut asam yang cukup besar dan pelarut asam juga tidak ramah lingkungan. Limbah pelarut asam yang telah digunakan merupakan limbah B3 yang perlu pengolahan lebih lanjut. Oleh sebab itu, saat ini penggunaan pelarut yang lebih ekonomis dan lebih ramah lingkungan dikembangkan untuk menggantikan penggunaan pelarut asam (Oza dan Patel, 2012).

Pemanfaatan air pada kondisi subkritiknya sebagai pelarut akan digunakan pada penelitian ini. Pelarut berupa fluida air subkritik merupakan alternatif yang lebih ramah lingkungan dan secara ketersediaan bahan, air lebih murah dan mudah didapat jika dibandingkan dengan pelarut asam. Secara umum, pelarut air subkritik merupakan air demineralisasi yang dioperasikan pada temperatur tinggi (100 °C – 374 °C) dan tekanan yang diatur untuk menjaga kondisi air tetap cair. Penelitian yang dilakukan oleh Gunawan (2018) menunjukkan bahwa ekstraksi ion logam nikel dan aluminium dari *spent catalyst* Ni/Al₂O₃ menggunakan air subkritik dapat dilakukan tetapi jumlah ion logam yang terekstrak masih sangat sedikit. Penelitian selanjutnya yang dilakukan oleh Wibisono dan Evan (2019) menunjukkan bahwa dengan menambahkan zat aditif, jumlah ion logam nikel dan aluminium yang terekstrak dapat bertambah hingga 2 kali lebih banyak. Penelitian yang akan dilakukan saat ini akan mempelajari lebih lanjut pengaruh dari penambahan zat aditif terhadap banyaknya ion logam yang dapat terekstrak dan membandingkannya dengan ekstraksi secara konvensional (Wanta dan Susanti, 2019; Wibisono dan Evan, 2019).

1.2 Tema Sentral Masalah

Penelitian ini akan difokuskan pada pengaruh penambahan zat aditif pada proses ekstraksi ion nikel (II) dan ion aluminium (III) menggunakan air subkritik dan perbandingan metode ekstraksi yang dilakukan. Variabel yang akan divariasikan berupa jenis zat aditif yang digunakan dan metode ekstraksi.

1.3 Identifikasi Masalah

Pada penelitian ini, masalah yang dapat teridentifikasi adalah :

1. Bagaimana pengaruh dari penambahan zat aditif terhadap persen *recovery* nikel dan aluminium dalam proses ekstraksi *spent catalyst* menggunakan pelarut air subkritik?
2. Bagaimana hasil *recovery* nikel dan aluminium yang didapat saat menggunakan metode *SWE* jika dibandingkan dengan ekstraksi secara konvensional?

1.4 Premis

Berdasarkan beberapa penelitian yang ada dalam tabel 1.1, dapat dilihat bahwa penggunaan zat aditif dapat mempengaruhi jumlah ion logam yang terekstraksi. Nilai persentase *recovery* ion logam juga dipengaruhi oleh temperatur dan lamanya waktu ekstraksi. Temperatur yang tinggi dan waktu ekstraksi yang lama dapat menghasilkan persen *recovery* yang lebih tinggi.

1.5 Hipotesis

Hipotesis yang diusulkan pada penelitian ini adalah :

1. Penambahan zat aditif dapat meningkatkan persentase *recovery* nikel dan aluminium.
2. Ekstraksi menggunakan metode *SWE* dengan bantuan zat aditif lebih baik dibandingkan dengan metode konvensional.

1.6 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh penambahan zat aditif yang ditambahkan terhadap nilai persen *recovery* nikel dan aluminium pada proses ekstraksi *spent catalyst* menggunakan pelarut air subkritik.
2. Mempelajari zat aditif terbaik untuk ekstraksi nikel dan aluminium pada proses ekstraksi *spent catalyst* menggunakan pelarut air subkritik.
3. Membandingkan metode *SWE* dengan metode konvensional yang digunakan untuk mengekstraksi nikel dan aluminium.

1.7 Manfaat Penelitian

1. Bagi dunia pendidikan

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan wawasan tambahan untuk kemajuan dalam dunia pendidikan terutama dalam bidang pengolahan limbah *spent catalyst*.

2. Bagi dunia industri

Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan dalam skala industri untuk menjadi salah satu solusi terhadap permasalahan lingkungan, kesehatan, dan biaya yang diakibatkan oleh penggunaan asam sebagai pelarut.

Tabel 1.1 Premis ekstraksi ion logam menggunakan fluida air subkritis

Peneliti (Tahun)	Sampel	Komposisi sampel	Zat aditif	Variasi percobaan	Kondisi optimal	Recovery logam pada kondisi optimal
Nshizirungu dkk.(2020)	Baterai Litium - ion	Li = 4,9%	Chlorinated polyvinyl chloride (CPVC)	T = 250 - 350 °C	T = 250 °C	Li = 98,71%
		Co = 54,9%		P = -	P = -	Co = 97,69 %
Lie, Tanda, dan Liu(2020)	Baterai Litium - ion	Co = 51,34%	HCl atau asam askorbat	T = 100-150 °C	T = 100 °C	Asam askorbat
		Mn = 28,12%		P = 10 bar	P = 10 bar	Co = 98,55%
		Li = 7,69%		t = 30 menit	t = 30 menit	Li = 100,8%
		Ni = 4,83%		Rasio L/S = 10 g/L	Rasio L/S = 10 g/L	Mn - 101,19%
		Al = 3,28%				HCl
		Fe = 2,52%				Co = 64,3%
		Cu = 2,21%				Li = 101,34%
						Mn - 70,53%
Faisal, Daimon, dan Fujie(2012)	Ni-based alloy reactors [Inconel 625]	Ni = 60%	-	T = 250-400 °C	T = 300 °C	Ni = 0,07 x 10 ⁻³ mgL ⁻¹ cm ⁻²
		Cr = 20%		P = 25 Mpa	P = 25 Mpa	Cr = 0,0001 x 10 ⁻³ mgL ⁻¹ cm ⁻²
		Mo = 9%		t = 30-600 detik	t = 120 detik	Mo = 0,02 x 10 ⁻³ mgL ⁻¹ cm ⁻²
		Fe = 5%		Rasio L/S = -	Rasio L/S = -	Fe = 0,018 10 ⁻³ mgL ⁻¹ cm ⁻²
Wanta dkk.(2019)	Reforming spent catalyst	Ni = 16,67%wt	-	T = 100-250 °C	T = 250 °C	Ni = 35,03 ppm
		Al = 6,5%wt		P = 70 bar	P = 70 bar	Al = 623,39 ppm
				t = 15-45 menit	t = 45 menit	
				Rasio L/S = -	Rasio L/S = -	

Tabel 1.1 Premis ekstraksi ion logam menggunakan fluida air subkritis [lanjutan]

Peneliti (Tahun)	Sampel	Komposisi sampel	Zat aditif	Variasi percobaan	Kondisi optimal	Recovery logam pada kondisi optimal
Akinlua dan Smith(2010)	Petroleum source rock	-	-	T = 100-300 °C P = - t = 10-50 menit Rasio L/S = -	T = 250 °C P = - t = 30 menit Rasio L/S = -	Ni = 90 mg/L Cr = 270 mg/L Mn = 280 mg/L Cd = 50 mg/L V = 30 mg/L
Rahmawati dkk.(2019)	Indium tin oxide scrap	In = 85,75% Sn = 12,04% Al = 1,62% Zn = 0,38% Cu = 0,2%	Asam asetat, asam sitrat, asam glukonat, asam etidronik	T = 100-150 °C P = - t = 30 menit Rasio L/S = 10 g/L	T = 150 °C P = - t = 30 menit Rasio L/S = 10 g/L	Asam etidronik In = 8103 mg/L (97,54%) Sn = 1122 mg/L Al = 133 mg/L Asam sitrat In = 6048 mg/L (81,97%) Sn = 941 mg/L Al = 80 mg/L
Yabalak dan Gizir(2013)	Pasir laut	Cr ³⁺ = 100ppm Cu ²⁺ = 100ppm Ni ²⁺ = 100ppm Pb ²⁺ = 100ppm Zn ²⁺ = 100ppm	HNO ₃ dan asetilaseton	T = 110-130 °C P = 70-90 bar t = - Rasio L/S = -	T = 130 °C P = 90 bar t = - Rasio L/S = -	Ni ²⁺ = 90.6% Cr ³⁺ = 83.6% Cu ²⁺ = 96.8% Pb ²⁺ = 96.6% Zn ²⁺ = 96.4%

Tabel 1.2 Premis ekstraksi ion logam secara konvensional

Peneliti (Tahun)	Sampel	Komposisi sampel	Zat aditif	Variasi Percobaan	Kondisi Optimum	Recovery logam pada kondisi optimum
Mousa dkk.(2012)	Fly ash of heavy oil	Ni = 1-2%	NH ₄ OH 1 M	V = 400 mL T = 50-80 °C m = 80 g pengadukan = 200-1000 RPM t = 1 jam	V = 400 mL T = 80 °C m = 80 g pengadukan = 600 RPM t = 1 jam	Ni = 94,7%
Oza dkk.(2011)	Primary steam reformer spent catalyst	Nickel oxide = 16% Alumina = 78% Calcium oxide < 6% Silicon < 0,1%	EDTA 1 M	S:L = 1:5 - 1:30 g/mL T = 30-90 °C pengadukan = 400 rpm t = 0-8 jam	S:L = 1:10 g/mL T = 90 °C pengadukan = 400 rpm t = 7 jam	Ni = 95%
Astuti dkk.(2015)	Indonesian saprolitic ore	SiO ₂ = 36,3%-w Fe = 21,64 %-w Ni = 1,76 %-w Co = 0,06 %-w Mg = 8,44 %-w Mn = 0,43 %-w Cr = 1,07 %-w Al = 2,04 %-w	Asam sitrat 1 M	densitas pulp = 5%-20% w/v T = 30-60 °C pengadukan = 200 rpm t = 0-15 hari	densitas pulp = 20% w/v T = 40 °C pengadukan = 200 rpm t = 15 hari	Ni = 95,6%
Yu dkk.(2011)	Heated kaolin	Al ₂ O ₃ = 34,7 %-w SiO ₂ = 40,3 %-w Fe ₂ O ₃ = 0,09 %-w CaO = 0,3 %-w TiO ₂ = 0,39 %-w LOI = 21,2 %-w	Asam sitrat 1 M	m = 10 g V = 100 mL T = 80-250 °C t = 0,5-2 jam	m = 10 g V = 100 mL T = 250 °C t = 1,5 jam	Al ₂ O ₃ = 34,8 g/L SiO ₂ = 0,02 g/L Fe ₂ O ₃ = 0,09 g/L CaO = 0,01 g/L