

PENGARUH KONSENTRASI, WAKTU, DAN PENGUNAAN SURFAKTAN PADA PRESIPITASI AMMONIUM MOLIBDAT DARI LARUTAN EKSTRAK *SPENT CATALYST*

CHE 183640-02 LAPORAN PENELITIAN

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

Oleh:

Michael Prajana (6141801004)

Pembimbing:

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

Ratna Frida Susanti, Ph.D.



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

2022

EFFECT OF CONCENTRATION, TIME, AND USE OF SURFACTANTS ON AMMONIUM MOLYBDATE PRECIPITATION USING SPENT CATALYST LEACHATE

CHE 183640-02 RESEARCH REPORT

Compiled to fulfill the final task in order to achieve Bachelor's degree
in Chemical Engineering

By:

Michael Prajana (6141801004)

Advisor:

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

Ratna Frida Susanti, Ph.D.



UNDERGRADUATE PROGRAM OF CHEMICAL ENGINEERING

FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY

PARAHYANGAN CATHOLIC UNIVERSITY

2022

LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL : PENGARUHH KONSENTRASI, WAKTU, DAN PENGGUNAAN SURFAKTAN PADA PRESIPITASI AMMONIUM MOLIBDAT DARI LARUTAN EKSTRAK *SPENT CATALYST*

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui

Bandung,

Pembimbing 1

Pembimbing 2


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


Ratna Frida Susanti, Ph.D.



PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Michael Prajana

NPM : 6141801004

dengan ini menyatakan bahwa laporan kerja praktek dengan judul :

**PENGARUH KONSENTRASI, WAKTU, DAN PENGGUNAAN
SURFAKTAN PADA PRESIPITASI AMMONIUM MOLIBDAT DARI LARUTAN
EKSTRAK *SPENT CATALYST***

adalah hasil pekerjaan saya dan seluruh ide, pendapat atau materi dari 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,

Michael Prajana
(6141801004)

LEMBAR REVISI

JUDUL : PENGARUHH KONSENTRASI, WAKTU, DAN PENGGUNAAN SURFAKTAN PADA PRESIPITASI AMMONIUM MOLIBDAT DARI LARUTAN EKSTRAK *SPENT CATALYST*

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui
Bandung,

Penguji 1

Penguji 2


Anastasia Prima Kristijarti, S.Si., M.T.


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

INTISARI

Ammonium molibdat merupakan produk *intermediate* yang memiliki beragam aplikasi. Ammonium molibdat yang dikalsinasi lebih lanjut akan menghasilkan molibdenum trioksida (MoO_3). Nanopartikel MoO_3 ini kemudian dapat dimanfaatkan sebagai pelumas untuk peralatan mekanik. Selain itu, ammonium molibdat dapat digunakan langsung sebagai sumber molibdenum dalam cairan, direduksi menjadi *molibdenum metal powder*, menghasilkan katalis berbasis molibdenum, *smoke suppressor*, *corrosion inhibitor*, cat dan *surface coatings*. Penelitian ini akan memanfaatkan larutan ekstrak *spent catalyst* yang mengandung molibdenum untuk menghasilkan presipitat ammonium molibdat dengan ukuran nanopartikel. Metode presipitasi digunakan karena proses yang lebih sederhana, beroperasi pada temperature rendah, serta memiliki efisiensi yang cukup baik.

Pada penelitian ini, dilakukan presipitasi ammonium molibdat dengan tujuan menghasilkan presipitat ammonium molibdat dengan ukuran nanopartikel dan memiliki kemurnian yang tinggi. Presipitasi dilakukan dengan menurunkan pH larutan ekstrak Na_2MoO_4 menggunakan HCl hingga pH 1, kemudian menambahkan surfaktan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) pada konsentrasi CMC sebelum menambahkan agen presipitasi NH_4Cl . Variasi percobaan yang digunakan yaitu waktu presipitasi dari 0 sampai 180 menit dengan $\Delta t = 20$ menit dan variasi konsentrasi NH_4Cl (1, 5, dan 8 gram). Penelitian ini juga melakukan variasi penambahan surfaktan dan non-surfaktan. Analisa dilakukan pada larutan presipitasi dengan pengujian spektrofotometri UV-Vis untuk menguji kadar molibdenum dalam fasa cair. Uji padatan dilakukan pada presipitat dengan menggunakan XRD, XRF, dan TEM untuk mengetahui karakteristik presipitat yang dihasilkan.

Presipitasi ammonium molibdat diketahui memiliki waktu optimum pada 60 menit dan konsentrasi optimum pada 5 gram dengan persentase penurunan Mo sebesar $71,24 \pm 1,82\%$ untuk non-surfaktan dan $68,81 \pm 1,64\%$ untuk run dengan surfaktan. Hasil analisa XRF menunjukkan presipitat yang memiliki Mo dengan kemurnian 43,66% untuk non-surfaktan dan 38,6% untuk run dengan surfaktan. Analisa XRD menunjukkan bahwa terdapat kristal ammonium molibdat yang dominan, namun masih terdapat pengotor Na_2SO_4 yang menurunkan kemurnian presipitat. Hasil TEM menunjukkan partikel memiliki panjang 278,2 nm dan lebar 190,8 nm dan terdapat struktur *lamellar* yang menunjukkan keberadaan MoO_3 dalam sampel.

Kata kunci : ammonium molibdat, presipitasi, *spent catalyst*, nanopartikel, surfaktan

ABSTRACT

Ammonium molybdate is an intermediate product that has wide range of application. Further calcination of ammonium molybdate will produce molybdenum trioxide (MoO_3). These MoO_3 nanoparticles can be used as lubricants for mechanical equipment. In addition, ammonium molybdate can also be used directly as a source of molybdenum in liquid form, can be reduced into molybdenum metal powder, producing molybdenum-based catalysts, smoke suppressors, corrosion inhibitors, paints and surface coatings. In this research, spent catalyst extract solution that contains molybdenum was utilized to produce ammonium molybdate precipitate with nanoparticle size. Precipitation method was used because the process is simpler, operates at low temperatures, and has good efficiency.

In this research, ammonium molybdate precipitation was carried out with the aim of producing ammonium molybdate precipitates with nanoparticle size and high purity. Precipitation was carried out by lowering the pH of the Na_2MoO_4 extract solution using HCl to pH 1, then adding the surfactant of cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) at the CMC concentration before adding NH_4Cl as precipitation agent. The experimental variations used were precipitation time from 0 to 180 minutes with $\Delta t = 20$ minutes and variations of NH_4Cl concentration (1, 5, and 8 grams). This study also varied the addition of surfactants and non-surfactants. The analysis was carried out on the precipitation solution using UV-Vis spectrophotometry in order to test the molybdenum content in the liquid phase. The solids test were also carried out on the precipitates using XRD, XRF, and TEM to determine the characteristics of the resulting precipitates.

Ammonium molybdate precipitation was known to have the optimum time at 60 minutes and the optimum concentration at 5 grams with a percentage reduction in Mo of $71.24 \pm 1.82\%$ for non-surfactant and $68.81 \pm 1.64\%$ for run with surfactant. The results of XRF analysis showed that the precipitate had Mo with a purity of 43.66% for non-surfactant and 38.6% for run with surfactant. XRD analysis showed that there was a dominant ammonium molybdate crystal, but there was still Na_2SO_4 impurity which decreased the purity of the precipitate. The TEM result show that the particles have a length of 278.2 nm and a width of 190.8 nm. There is also a lamellar structure, indicating the presence of MoO_3 in the sample.

Keywords: ammonium molybdate, precipitation, spent catalyst, nanoparticles, surfactant

PRAKATA

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa oleh karena rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan judul “Pengaruh Konsentrasi, Waktu, dan Penggunaan Surfaktan Pada Presipitasi Ammonium Molbdat dari Larutan Ekstrak *Spent Catalyst*” dengan baik dan tepat waktu. Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam proses penyusunan penelitian ini, terutama kepada:

1. Kevin Cleary Wanta, S.T., M.Eng. dan 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. Orang tua dan keluarga penulis atas doa dan dukungan secara moril maupun materiil.
3. Teman-teman penulis yang telah memberikan dukungan dan saran.
4. Semua pihak yang telah turut berkontribusi dalam penyusunan proposal penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa terdapat banyak kekurangan dalam proposal penelitian ini akibat keterbatasan kemampuan dan wawasan penulis. Oleh karena itu, penulis berharap adanya kritik, masukan, dan saran yang membangun sebagai bahan perbaikan bagi penulis kedepannya. Akhir kata, penulis mengucapkan terimakasih atas perhatian pembaca dan diharapkan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung,

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	ii
SURAT PERNYATAAN.....	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
INTISARI.....	xiii
<i>ABSTRACT</i>	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN.....	15
1.1 Latar Belakang	15
1.2 Tema Sentral Masalah	16
1.3 Identifikasi Masalah.....	17
1.4 Premis	17
1.5 Hipotesis.....	17
1.6 Tujuan Penelitian.....	18
1.7 Manfaat Penelitian.....	18
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	20
2.1 Presipitasi	20
2.1.1 Kelarutan	20
2.1.2 Mekanisme Presipitasi	22
2.1.2.1 Nukleasi.....	22
2.1.2.2 Pertumbuhan Kristal	23
2.1.2.3 Aglomerasi	23
2.1.3 Faktor-Faktor yang mempengaruhi Presipitasi	24
2.1.3.1 Aktivitas dan Kekuatan Ion.....	24
2.1.3.2 Pengaruh Ion Sejenis.....	25
2.1.3.3 Pembentukan Kompleks.....	25
2.1.3.4 Pengaruh pada pH.....	25
2.1.3.5 Temperatur	27
2.1.3.6 Konsentrasi.....	27

2.1.3.7 Waktu Presipitasi	28
2.1.4 Jenis-Jenis Presipitasi	28
2.1.4.1 Presipitasi Ammonia	28
2.1.4.2 Presipitasi Hidroksida	29
2.1.4.3 Presipitasi Sulfida	29
2.1.4.4 Presipitasi Sianida.....	30
2.1.4.5 Presipitasi Karbonat	30
2.2 Spent Catalyst.....	31
2.3 Leaching	31
2.3.1 Mekanisme Leaching	32
2.3.2 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Leaching	32
2.3.2.1 Temperatur	33
2.3.2.2 Ukuran Partikel.....	33
2.3.2.3 Jenis Reagen dan Konsentrasi	33
2.3.2.4 Penambahan Zat Aditif	34
2.3.2.5 Pulp Density	34
2.3.2.6 Waktu	34
2.3.2.7 Laju Pengadukan	34
2.3.3 Proses Pembuatan MoO_2SO_4	35
2.3.4 Proses Pembuatan Na_2MoO_4	35
2.4 Ammonium Molibdat	36
2.5 Surfaktan	37
2.5.1 Jenis Surfaktan	38
2.5.1.1 Surfaktan Anionik.....	38
2.5.1.2 Surfaktan Kationik.....	39
2.5.1.3 Surfaktan Non-Ionik	39
2.5.2 Penggunaan Surfaktan pada Penelitian Nanopartikel Molibdenum	39
2.6 Instrumen Analisis	40
2.6.1 Spektrofotometer UV-Vis	40
2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD).....	43
2.6.3 X-Ray Fluorescence (XRF).....	44
2.6.4 Scanning Electron Microscope (SEM).....	45

2.6.5 Transmission Electron Microscope (TEM)	46
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	47
3.1 Gambaran Umum Penelitian	48
3.2 Alat dan Bahan	48
3.3 Prosedur Penelitian	50
3.3.1 Pre-treatment Spent Catalyst	50
3.3.2 Proses Ekstraksi Sampel Spent Catalyst	50
3.3.3 Proses Presipitasi	51
3.4 Analisis Hasil Presipitasi	57
3.5 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian.....	57
BAB 4 PEMBAHASAN	59
4.1 Karakterisasi <i>Spent Catalyst</i>	59
4.2 Proses Presipitasi Ammonium Molibdat menggunakan Larutan Ekstrak <i>Spent Catalyst</i>	59
4.2.1 Pengaruh Waktu Presipitasi Terhadap Persentase Penurunan Molibdenum dalam Larutan	60
4.2.2 Pengaruh Konsentrasi NH_4Cl terhadap Molibdenum dalam Larutan.....	61
4.2.3 Penentuan Titik <i>Critical Micelle Concentration</i> (CMC)	62
4.2 Proses Presipitasi Ammonium Molibdat menggunakan Larutan Ekstrak <i>Spent Catalyst</i>	63
4.3 Karakterisasi Nanopartikel Ammonium Molibdat	64
4.3.1 Komposisi Presipitat Ammonium Molibdat.....	64
4.3.2 Identifikasi Kristal Pada Presipitat Ammonium Molibdat	66
4.3.3 Analisis Permukaan Presipitat Ammonium Molibdat Menggunakan TEM	68
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	71
5.1 Kesimpulan	71
5.2 Saran	71
DAFTAR PUSTAKA	72
LAMPIRAN A : METODE ANALISIS	76
A.1 Analisis Kadar Molibdenum	76
A.1.1 Persiapan Bahan Analisis Spektrofotometer UV-Vis	76
A.1.2 Pembuatan Kurva Standar	77
A.1.3 Analisa Kadar Molibdenum dengan Spektrofotometer UV-Vis	78
A.2 Penentuan Titik CMC untuk CTAB	79
A.2.1 Pengujian <i>Surface Tension</i>	79

A.2.2 Pengujian <i>Conductivity</i>	81
A.2.3 Pengujian Turbiditas	82
LAMPIRAN B : <i>MATERIAL SAFETY DATA SHEET</i>	83
B.1 Ammonium Molibdat Tetrahidrat ((NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O).....	83
B.2 Natrium Karbonat (Na ₂ CO ₃)	84
B.3 Hidrogen Peroksida (H ₂ O ₂)	85
B.4 Hidrogen Klorida (HCl)	86
B.5 Ammonium Klorida (NH ₄ Cl)	87
B.6 Kalium Tiosianat (KSCN).....	88
B.7 Asam Tioglikolat (TGA).....	90
B.8 <i>Cetyl Trimethylammonium Bromide</i> (CTAB)	91
LAMPIRAN C : GRAFIK	93
C.1 Pengaruh Waktu terhadap Persentase Penurunan Mo.....	93
C.2 Pengaruh Konsentrasi NH ₄ Cl terhadap Persentase Penurunan Mo dan pH	93
C.3 Penentuan Titik CMC pada Prekursor Na ₂ MoO ₄	94
LAMPIRAN D : HASIL PERCOBAAN.....	95
D.1 Kurva Standar Penentuan Kadar Logam Molibdenum.....	95
D.2 Perhitungan Persentase Penurunan Mo.....	95
D.2.1 Run Waktu	95
D.2.2 Run Konsentrasi.....	96
D.3 Hasil Analisa XRF	96
LAMPIRAN E : CONTOH PERHITUNGAN.....	97
E.1 Penentuan Konsentrasi Logam Mo	97
E.2 Perhitungan Persentase Penurunan Mo	97

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Hubungan antara tingkat kejenuhan dan jenis pertumbuhan	23
Gambar 2.2 Hubungan antara tingkat kejenuhan, ukuran kristal, dan laju dari ketiga proses utama presipitasi	24
Gambar 2.3 Kelarutan logam hidroksida dan sulfida dalam fungsi pH.....	26
Gambar 2.4 Efek temperatur dan pH terhadap persentase presipitasi Mo	26
Gambar 2.5 Kurva hubungan temperatur terhadap pembentukan kristal	27
Gambar 2.6 Tahap-tahap dalam proses leaching	32
Gambar 2.7 Pengaruh konsentrasi terhadap perubahan sifat-sifat fisika-kimia	38
Gambar 2.8 Rangkaian alat Spektrofotometer UV-Vis	41
Gambar 2.9 Skema alat XRD	44
Gambar 2.10 Skema Spektrometer XRF DX-95	45
Gambar 2.11 Skema alat SEM	45
Gambar 2.12 Skema alat TEM	46
Gambar 3.1 Gambaran umum penelitian	48
Gambar 3.2 Rangkaian alat ekstraksi.....	49
Gambar 3.3 Rangkaian alat presipitasi	49
Gambar 3.4 Proses <i>pre-treatment Spent Catalyst</i>	50
Gambar 3.5 Proses ekstraksi sampel <i>Spent Catalyst</i>	51
Gambar 3.6 Proses presipitasi penentuan waktu optimum	52
Gambar 3.7 Proses presipitasi penentuan konsentrasi optimum	53
Gambar 3.8 Proses presipitasi dengan <i>scale-up</i>	55
Gambar 4.1 Hasil analisa XRD pada spent catalyst	59
Gambar 4.2 Profil persentase penurunan Mo dari larutan presipitasi (Konsentrasi NH_4Cl = 1 g)	60
Gambar 4.3 Perbandingan persentase penurunan Mo tiap variasi konsentrasi NH_4Cl (t = 60 min)	61
Gambar 4.4 Diagram distribusi spesies molibdenum dalam larutan cair (Lee, dkk., 2011).	62
Gambar 4.5 Pengaruh variasi konsentrasi terhadap pH dalam larutan (t = 60 min)	62
Gambar 4.6 Grafik penentuan titik CMC pada prekursor ammonium molibdat.....	64

Gambar 4.7 Hasil analisa XRD pada (A) Nanopartikel ammonium molibdat (B) Nanopartikel ammonium molibdat dengan CTAB	67
Gambar 4.8 Hasil analisa XRD pada (A) Nanopartikel ammonium molibdat (B) Nanopartikel ammonium molibdat dengan CTAB	67
Gambar 4.9 Perbandingan Hasil XRD berdasarkan pencucian menggunakan methanol (A & B) dan air demin (C)	67
Gambar 4.10 Template misel yang menyelimuti nanopartikel ammonium molibdat	68
Gambar 4.11 Ukuran nanopartikel ammonium molibdat dari hasil TEM	68
Gambar 4.12 Struktur <i>lamellar</i> pada sampel nanopartikel ammonium molibdat	69
Gambar 4.13 Hasil pengukuran <i>fringe width</i> dari literatur menggunakan HRTEM (Shukoor, dkk., 2006)	70
Gambar A.1 Persiapan bahan analisis	76
Gambar A.2 Penentuan kurva standar molibdenum	77
Gambar A.3 Analisa kadar molibdenum	78
Gambar A.4 Proses penentuan titik CMC untuk CTAB	79
Gambar A.5 Kalibrasi Tensiometer <i>Du-Nouy</i>	79
Gambar A.6 Pengujian <i>Surface Tension</i>	80
Gambar A.7 Kalibrasi <i>conductivity meter</i>	81
Gambar A.8 Pengujian <i>conductivity</i>	81
Gambar A.9 Kalibrasi <i>turbidity meter</i>	82
Gambar A.10 Pengujian turbiditas.....	82
Gambar C.1 Grafik waktu terhadap persentase penurunan Mo	93
Gambar C.2 Grafik batang persentase penurunan Mo tiap variasi konsentrasi NH_4Cl	93
Gambar C.3 Grafik batang variasi konsentrasi terhadap pH dalam larutan.....	94
Gambar C.4 Grafik penentuan titik CMC surfaktan CTAB.....	94

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Premis persentase molibdenum yang terpresipitasi.....	19
Tabel 1.2 Premis penggunaan surfaktan pada nanopartikel molibdenum	19
Tabel 2.1 Tetapan Ksp logam ion dan anion.....	21
Tabel 2.2 Komposisi dari <i>spent catalyst</i>	31
Tabel 2.3 Panjang gelombang warna dalam daerah cahaya tampak	42
Tabel 2.4 Posisi peak kristal $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $(\text{NH}_4)_4\text{Mo}_8\text{O}_{26}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$	44
Tabel 3.1 Tabel data percobaan	57
Tabel 3.2 Jadwal kerja penelitian	58
Tabel 4.1 Hasil analisa XRF unsur sampel ammonium molibdat non-surfaktan dan dengan surfaktan	65
Tabel 4.2 Hasil analisa XRF oksida sampel ammonium molibdat non-surfaktan dan dengan surfaktan	66
Tabel D.1 Kurva standar penentuan kadar logam molibdenum	95
Tabel D.2 Tabel perhitungan run waktu	95
Tabel D.3 Tabel perbandingan variasi konsentrasi terhadap % penurunan Mo.....	96
Tabel D.4 Tabel perbandingan variasi konsentrasi terhadap pH.....	96
Tabel D.5 Hasil analisa XRF oksida	96

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan katalis pada industri modern telah meningkat seiring berjalannya waktu, terutama dalam industri petrokimia. Katalis akan mengalami kondisi jenuh dan terdeaktivasi setelah digunakan sehingga akan menjadi *spent catalyst*. Hal ini mengakibatkan banyaknya limbah *spent catalyst* yang menjadi masalah pada lingkungan karena kandungan logam seperti molibdenum (Mo), kobalt (Co), aluminium (Al), vanadium (V), dan lain-lain. Adapun logam yang terkandung merupakan logam yang berharga dan bermanfaat bagi kehidupan manusia terutama pada industri. Salah satu logam yang berharga adalah molibdenum, dimana molibdenum digunakan sebagai katalis pada proses hidrodessulfurisasi pada industri petrokimia, komponen penguat baja (Dawood, 2012), sebagai pelumas untuk peralatan mekanik (Hou, dkk., 2018), dan lain-lain. Molibdenum secara alami dapat ditemukan pada *molybdenite ore* dan *wulfenite*. Oleh karena itu, *spent catalyst* juga menjadi sumber molibdenum sekunder yang dapat diambil kembali (*recovery*) molibdenum yang terkandung didalamnya. Proses *recovery* juga bertujuan untuk mengurangi kadar logam berbahaya yang terkandung dalam *spent catalyst* agar dapat memenuhi syarat pembuangan limbah B3 dan mengurangi biaya pengolahan limbah. Penelitian ini menggunakan *spent catalyst* yang berasal dari PT. Pertamina yang memiliki kandungan molibdenum yang cukup tinggi yaitu sebesar 48,3%.

Salah satu metode untuk *recovery* logam dari *spent catalyst* adalah ekstraksi--presipitasi. Presipitasi menjadi metode yang cukup diminati karena pengerjaan yang mudah dan ekonomis dibandingkan dengan metode *recovery* lainnya. Presipitasi molibdenum dapat dilakukan melalui presipitasi sulfida, presipitasi ammonia, ataupun presipitasi hidroksida. Fokus penelitian terletak pada presipitasi ammonia dikarenakan hasil *recovery* molibdenum dengan kemurnian tinggi menurut beberapa peneliti (Dash, dkk., 2011; Niinae, dkk., 2013; Park, dkk., 2006) dan presipitasi ammonium molibdat menggunakan ammonium klorida yang masih jarang dipelajari. Agen presipitasi yang ingin digunakan berupa ammonium klorida (NH_4Cl) yang dapat menghasilkan presipitat berupa ammonium molibdat. Presipitat ammonium molibdat merupakan produk *intermediate* yang dapat dijual langsung, dikalsinasi untuk memproduksi molibdenum

trioksida (MoO_3), atau direduksi menggunakan hidrogen pada 500-1150°C pada *boat* atau *tube furnace* untuk memproduksi *molybdenum metal powder* (EPA, 1998).

Ammonium molibdat dapat diaplikasikan dalam berbagai macam bidang. Pada bidang nanomaterial, ammonium molibdat dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel nikel molibdat (Oudghiri-Hassani, dkk., 2018). Ammonium molibdat juga dapat digunakan untuk impregnasi *catalyst carriers* dan menghasilkan katalis molibdenum (Tsigdinos, 1981), sebagai pelumas dalam bentuk MoO_3 pipih (Tang, dkk., 2018), dan aplikasi lainnya seperti *corrosion inhibitor*, *smoke suppressor*, cat dan *surface coatings* (IMOA, n.d.). Selain itu juga, ammonium molibdat dapat diaplikasikan pada analisa kandungan fosfat, arsenat, dan timbal (Tyner, 2017).

Penelitian presipitasi menggunakan ammonium klorida pernah dilakukan oleh Dash, dkk (2011) dengan persen *recovery* molibdenum dalam 8 gram ammonium klorida sebesar 94.24%. Namun penelitian dari Dash, dkk (2011) tidak mempelajari penambahan surfaktan pada ammonium molibdat. Sehingga pada percobaan ini, diharapkan dengan adanya penambahan surfaktan dapat memperkecil ukuran ammonium molibdat sehingga akan menghasilkan presipitat yang lebih kecil. Penelitian ini juga memvariasikan waktu presipitasi yang dimulai dari 0, 20, 40, 60, dan 80 menit. Variasi konsentrasi juga dipelajari pada percobaan ini, dimana sebelumnya Dash, dkk (2011) telah melakukan variasi konsentrasi NH_4Cl pada pH 1. Akan tetapi, percobaan dash dilakukan dengan menambahkan NH_4Cl langsung dalam bentuk padatan, sedangkan penelitian dari Niinae, dkk (2013) menambahkan NH_4Cl dalam larutan, meskipun tidak memvariasikan konsentrasi. Penggunaan NH_4Cl yang dilarutkan terlebih dahulu sebelum dimasukkan kedalam alat presipitasi diharapkan dapat meminimalisir adanya padatan NH_4Cl yang masih belum larut. Variasi konsentrasi yang akan dilakukan adalah 53,5, 107, 160,5, 214, dan 267,5 g/L.

1.2 Tema Sentra Masalah

Penelitian ini akan difokuskan pada pengaruh variasi waktu presipitasi untuk mempelajari waktu optimal presipitasi serta variasi konsentrasi agen presipitasi NH_4Cl terhadap proses presipitasi ammonium molibdat dari larutan ekstrak *spent catalyst*. Penambahan surfaktan juga dilakukan dengan tujuan mencegah pembentukan aglomerat dan membentuk partikel ammonium molibdat yang lebih kecil. Dilakukan juga

perbandingan antara hasil presipitat yang ditambahkan surfaktan terhadap hasil presipitat tanpa surfaktan.

1.3 Identifikasi Masalah

Berdasarkan tema sentra masalah, identifikasi masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh waktu presipitasi terhadap penurunan ion molibdenum dalam fasa cair pada proses presipitasi ammonium molibdat?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi NH_4Cl terhadap penurunan ion molibdenum dalam fasa cair pada proses presipitasi ammonium molibdat?
3. Bagaimana karakteristik presipitat ammonium molibdat saat kondisi optimal?
4. Bagaimana pengaruh penambahan surfaktan terhadap hasil presipitasi ammonium molibdat?

1.4 Premis

Penelitian ini didasarkan pada penelitian sebelumnya seperti yang tercantum pada **Tabel 1.1**. Premis tersebut menjadi dasar untuk menentukan variasi penelitian, bahan dan alat yang digunakan, dan variabel proses pada penelitian ini.

1.5 Hipotesis

Berdasarkan literatur yang telah dipelajari, dapat ditentukan beberapa hipotesis untuk penelitian ini, yaitu:

1. Semakin lama waktu presipitasi, maka semakin besar penurunan kadar ion molibdenum (V) hingga mencapai waktu optimumnya.
2. Semakin tinggi konsentrasi agen presipitasi, maka semakin besar penurunan kadar ion molibdenum (V) hingga mencapai konsentrasi optimumnya.
3. Presipitat yang terbentuk dapat menghasilkan ammonium heptamolibdat atau ammonium oktamolibdat.
4. Penambahan surfaktan dapat menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil dibanding presipitat tanpa surfaktan.

1.6 Tujuan Penelitian

Tujuan umum dari penelitian adalah melakukan *recovery* molibdenum dari *spent catalyst* sebagai presipitat ammonium molibdat. Adapun tujuan khusus dari penelitian ini, yaitu:

1. Mempelajari pengaruh waktu presipitasi terhadap kinerja presipitasi ammonium molibdat.
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi terhadap kinerja presipitasi ammonium molibdat.
3. Mempelajari karakteristik presipitat ammonium molibdat saat kondisi optimal
4. Mempelajari pengaruh penambahan surfaktan terhadap hasil presipitasi ammonium molibdat.

1.7 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagi Pendidikan di Indonesia

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

2. Bagi bangsa dan negara

Hasil penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan pemanfaatan limbah industri, khususnya *recovery spent catalyst* untuk diolah menjadi bahan yang lebih bernilai. Selain itu, penelitian ini diharapkan dapat dikembangkan lagi sehingga dapat diaplikasikan dalam skala industri, sehingga dapat terasa manfaatnya bagi masyarakat Indonesia serta meningkatkan kesejahteraan industri di Indonesia.

Tabel 1.1 Premis persentase molibdenum yang terpresipitasi

Peneliti	Prekursor	Proses Ekstraksi	Agen Presipitasi	Bentuk Presipitat	pH	Temperatur (°C)	Waktu (jam)	Molibdenum terpresipitasi
(Juneja, dkk., 1996)	<i>low grade Indian molybdenite</i>	<i>soda roasting + leaching</i>	NH ₄ OH	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	2	90	2 jam	98%
(Kar, dkk., 2005)	<i>spent catalyst</i>	<i>soda roasting + leaching</i>	NH ₃	(NH ₃) ₆ [MoO ₄]	11	-	-	-
(Park, dkk., 2006)	<i>spent catalyst</i>	<i>oxidative soda ash leaching</i>	NH ₄ OH	(NH ₄) ₂ MoO ₄	2	90	-	97.30%
(Dash, dkk., 2011)	<i>spent catalyst</i>	<i>soda roasting + leaching</i>	NH ₄ Cl	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	1	-	-	94.24%
(Niinae, dkk., 2013)	<i>spent catalyst</i>	<i>soda roasting + leaching</i>	NH ₄ Cl	(NH ₄) ₄ (Mo ₈ O ₂₆)(H ₂ O) ₅	1.64	25	-	100%

Tabel 1.2 Premis penggunaan surfaktan pada nanopartikel molibdenum

Peneliti	Agen Presipitasi	Surfaktan	Temperatur (°C)	pH	Agen Pengasaman	Bentuk Presipitat	Diameter Partikel (nm)
(Panigrahi dan Pathak, 2012)	CH ₃ CSNH ₂	SDS	90	1	HCl	MoS ₃	299,3
(Hou, dkk., 2018)	CH ₃ CSNH ₃	PEG-20000	90	1	HCl, H ₂ SO ₄	MoS ₃	270
		CTAC					140
		Etil Alkohol Absolut					155
(Li, dkk., 2015)	-	CTAB	160	-	-	α-MoO ₃	400