

**PENGARUH TEMPERATUR PADA PROSES  
*LEACHING* ION LOGAM DARI *SPENT CATALYST*  
Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DALAM MEDIA PELARUT ASAM  
SULFAT (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) DAN AIR SUBKRITIK**

**Laporan Penelitian**

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

oleh :

**Nico Nathaniel**

(6141801119)

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 TEMPERATURE ON METAL ION LEACHING PROCESS FROM SPENT CATALYST CO-MO/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> IN SULFURIC ACID (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) AND SUBCRITICAL WATER SOLVENT MEDIA**

## **Research Report**

Submitted in partial fulfillment of the requirements for the  
Bachelor degree of Chemical Engineering

by:

**Nico Nathaniel**

(6141801119)

Supervisor:

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

**Ratna Frida Susanti, Ph.D.**



**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
PARAHYANGAN CATHOLIC UNIVERSITY**

**2022**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**JUDUL : PENGARUH TEMPERATUR PADA PROSES LEACHING ION LOGAM  
DARI *SPENT CATALYST* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DALAM MEDIA PELARUT  
ASAM SULFAT (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) DAN AIR SUBKRITIK**

**CATATAN :**

Telah diperiksa dan disetujui,  
Bandung, 29 Agustus 2022

Pembimbing 1

Pembimbing 2

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

  
Ratna Frida Susanti, Ph.D.



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

### **SURAT PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Nico Nathaniel

NPM : 6141801119

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul :

**PENGARUH TEMPERATUR PADA PROSES *LEACHING* ION LOGAM DARI  
*SPENT CATALYST* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DALAM MEDIA PELARUT ASAM SULFAT  
(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) DAN AIR SUBKRITIK**

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, 22 Agustus 2022



Nico Nathaniel

(6141801119)

**LEMBAR REVISI**

**JUDUL : PENGARUH TEMPERATUR PADA PROSES LEACHING ION LOGAM  
DARI *SPENT CATALYST* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DALAM MEDIA PELARUT  
ASAM SULFAT (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) DAN AIR SUBKRITIK**

**CATATAN :**

Telah diperiksa dan disetujui,  
Bandung, 24 Agustus 2022

Penguji 1



**Dr. Jenny Novianti M. Soetedjo, ST, M.Sc**

Penguji 2



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

## INTISARI

Seiring dengan adanya interaksi antara katalis dengan reaktan mengakibatkan kejenuhan pada katalis. Katalis yang sudah kehilangan aktivitas katalitiknya disebut dengan *spent catalyst*. *Spent catalyst* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tergolong sebagai limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun) karena masih mengandung kandungan senyawa logam berat dan berbahaya seperti molibdenum (Mo), kobalt (Co), vanadium (V), nikel (Ni), aluminium (Al) dan lain-lain yang dapat mencemari lingkungan apabila dibuang langsung ke lingkungan tanpa ada pengolahan terlebih dahulu. Limbah katalis ini perlu dilakukan pengolahan terlebih dahulu dengan cara *recovery* kandungan ion logam yang terkandung di dalamnya agar dapat dimanfaatkan kembali. Terdapat 3 unsur yang cukup tinggi yang terkandung dalam *spent catalyst* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co). Maka dari itu, penelitian ini akan difokuskan untuk *recovery* ion aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dari *spent catalyst* dengan proses *leaching* ion logam.

*Spent catalyst* yang akan digunakan pada penelitian ini berasal dari PT Pertamina yang diayak dengan ayakan -200 mesh. Penelitian ini akan menggunakan metode *leaching* ion logam. Proses *leaching* dilakukan dengan menggunakan asam sulfat 1M dan air subkritik dengan variasi temperatur yakni 30, 50, 70, dan 90°C. Pada temperatur 90°C akan dilakukan perubahan konsentrasi asam sulfat dengan kondisi pH mendekati air subkritik yaitu pH 5. Lama waktu *leaching* untuk metode konvensional adalah 240 menit dan metode *subcritical water extraction* adalah 55 menit, *pulp density* sebesar 10% (b/v). Sampel penelitian akan dianalisis kadar Aluminium (Al), Molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dan atomic absorption spectroscopy.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa *leaching spent catalyst* Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan menggunakan pelarut asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) sebesar 1 M selama 240 menit dengan variasi temperatur operasi 30, 50, 70, dan 90°C akan menghasilkan persentase *recovery* ion logam aluminium, molibdenum, dan kobalt secara berturut-turut sebesar 18,67%; 37,43%; dan 11,58% pada temperatur 30°C; 35,34%; 21,94%; dan 12,19% pada temperatur 50°C; 66,15%; 12,91%; dan 13,31% pada temperatur 70°C; dan 71,84%; 7,78%; dan 15,55% pada temperatur 90°C. Persentase *recovery* ion logam aluminium, molibdenum, dan kobalt optimum (50 bar; 250°C; 55 menit) yang diperoleh dengan menggunakan metode SWE lebih rendah dibandingkan dengan menggunakan metode konvensional, yaitu sebesar 5,03%; 1,23%; dan 1,61%. Berdasarkan persentase *recovery* ion logam yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa penggunaan pelarut asam anorganik seperti asam sulfat akan menghasilkan perolehan ion logam yang lebih besar daripada penggunaan pelarut air subkritik, serta seiring dengan meningkatnya temperatur perolehan ion logam aluminium dan kobalt akan meningkat, sedangkan molibdenum akan menurun.

Kata kunci : *leaching*, *spent catalyst*, *recovery ion*, spektrofotometri UV-Vis, *subcritical water extraction*

## ABSTRACT

*The interaction between the catalyst and reactants resulted in the saturation of the catalyst. A catalyst that has lost its catalytic activity is called a spent catalyst. Spent catalyst Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is classified as B3 waste (Hazardous and Toxic Materials). Because it still contains heavy and dangerous metal compounds such as molybdenum (Mo), cobalt (Co), vanadium (V), nickel (Ni), aluminium (Al), and others that can pollute the environment if disposed of directly into the environment without any prior processing. This catalyst waste needs to be processed first by recovering its metal ion content so it can be reused. Three elements are high in the spent catalyst Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, namely aluminium (Al), molybdenum (Mo), and cobalt (Co). Therefore, this research will focus on recovering aluminium (Al), molybdenum (Mo), and cobalt (Co) ions from the spent catalyst by the metal ion leaching process.*

*The spent catalyst that will be used in this research comes from PT Pertamina, which is sifted with a -200 mesh sieve. This research will use the metal ion leaching method. The leaching process was carried out using 1 M sulfuric acid and subcritical water with temperature variations of 30, 50, 70, and 90°C. At a temperature of 90°C, a change in the sulfuric acid concentration will be made with a pH close to subcritical water, namely pH 5. The leaching time for both methods is 240 minutes, and with subcritical water extraction is 55 minutes. A pulp density ratio of 10% (w/v) will be used. The research sample will be analysed for levels of aluminium (Al), molybdenum (Mo), and cobalt (Co) using UV-Vis spectrophotometry.*

*The results showed that leaching spent catalyst Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> using sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) solvent of 1 M for 240 minutes with various operating temperatures of 30, 50, 70, and 90°C would result in the percentage recovery of metal ions aluminium, molybdenum, and cobalt by 18.67%, respectively; 37.43%; and 11.58% at a temperature of 30°C; 35.34%; 21.94%; and 12.19% at a temperature of 50°C; 66.15%; 12.91%; and 13.31% at a temperature of 70°C; and 71.84%; 7.78%; and 15.55% at 90°C. The percentage of optimum recovery of aluminium, molybdenum, and cobalt metal ions (50 bar; 250°C; 55 minutes) obtained using the SWE method was lower than that of the conventional method, which was 5.03%; 1.23%; and 1.61%. Based on the percentage of metal ion recovery obtained, it can be concluded that using inorganic acid solvents such as sulfuric acid will result in a higher metal ion recovery than using a subcritical water solvent. As the temperature increases, the recovery of aluminium and cobalt metal ions will increase while molybdenum will decrease.*

*Keywords: leaching, spent catalyst, recovery ion, spectrofotometer UV-Vis, subcritical water extraction*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena rahmat dan karunia-Nya penulis dapat diberi kesempatan untuk menyelesaikan laporan penelitian dengan judul **“Pengaruh Temperatur pada Proses *Leaching* Ion Logam dari *Spent Catalyst* Co-Mo/ $\gamma$ - $Al_2O_3$  dalam Media Pelarut Asam Sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan Air Subkritis”** tepat pada waktunya. Tidak lupa juga penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyusun laporan penelitian ini, terutama kepada :

1. 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 berjalan.
2. 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 berjalan.
3. Orang tua dan keluarga penulis atas doa serta dukungan yang telah diberikan.
4. Teman-teman penulis yang telah memberikan dukungan dan saran selama penyusunan laporan penelitian ini.
5. Semua pihak lainnya yang 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 terima kasih atas perhatian pembaca dan berharap agar laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 24 Agustus 2022

Penulis



## DAFTAR ISI

|                                  |      |
|----------------------------------|------|
| HALAMAN MUKA.....                | i    |
| LEMBAR PENGESAHAN.....           | ii   |
| SURAT PERNYATAAN.....            | iii  |
| LEMBAR REVISI.....               | iv   |
| KATA PENGANTAR.....              | v    |
| DAFTAR ISI.....                  | vi   |
| DAFTAR GAMBAR.....               | xi   |
| DAFTAR TABEL.....                | xiii |
| INTISARI.....                    | xiv  |
| <i>ABSTRACT</i> .....            | xv   |
| BAB I PENDAHULUAN.....           | 1    |
| 1.1. Latar Belakang.....         | 1    |
| 1.2. Tema Sentral Masalah.....   | 3    |
| 1.3. Identifikasi Masalah.....   | 4    |
| 1.4. Premis.....                 | 4    |
| 1.5. Hipotesis.....              | 4    |
| 1.6. Tujuan Penelitian.....      | 5    |
| 1.7. Manfaat Penelitian.....     | 5    |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....     | 10   |
| 2.1. <i>Spent Catalyst</i> ..... | 10   |
| 2.1.1. Aluminium.....            | 11   |
| 2.1.2. Molibdenum.....           | 12   |
| 2.1.3. Kobalt.....               | 13   |
| 2.2. Ekstraksi.....              | 13   |
| 2.2.1. Ekstraksi Cair-cair.....  | 14   |

|   |  |    |
|---|--|----|
| 2.2.2.                                    | Ekstraksi Padat-cair .....   | 15 |
| 2.2.3.                                    | Mekanisme Ekstraksi Padat-cair Logam dengan Pelarut Asam .....   | 15 |
| 2.2.4.                                    | Faktor-faktor yang Mempengaruhi Ekstraksi .....  | 17 |
| 2.3.                                      | Air Subkritik sebagai <i>Leaching Agent</i> .....  | 20 |
| 2.4.                                      | Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) sebagai <i>Leaching Agent</i> .....                              | 24 |
| 2.4.1.                                    | Sifat Fisik Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) .....  | 24 |
| 2.4.2.                                    | Sifat Kimia Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) .....  | 25 |
| 2.5.                                      | Instrumen Analisis .....   | 25 |
| 2.5.1.                                    | Spektrofotometer UV-Vis .....  | 25 |
| 2.5.2.                                    | <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....   | 28 |
| 2.5.3.                                    | <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....  | 29 |
| BAB III BAHAN DAN METODE PENELITIAN ..... |  | 31 |
| 3.1.                                      | Gambaran Umum Penelitian .....   | 31 |
| 3.2.                                      | Alat dan Bahan .....   | 32 |
| 3.2.1.                                    | Alat Utama .....   | 32 |
| 3.2.2.                                    | Alat Pendukung .....   | 32 |
| 3.2.3.                                    | Rangkaian Alat .....   | 33 |
| 3.3.                                      | Bahan .....  | 34 |
| 3.4.                                      | Prosedur Penelitian .....  | 34 |
| 3.4.1.                                    | <i>Pre-treatment</i> Padatan <i>Spent Catalyst</i> .....   | 34 |
| 3.4.2.                                    | Pembuatan Larutan Asam Sulfat .....  | 35 |
| 3.4.3.                                    | Proses <i>Leaching</i> Bubuk <i>Spent Catalyst</i> dengan Asam Sulfat .....                                    | 35 |
| 3.4.4.                                    | Proses <i>Leaching</i> Bubuk <i>Spent Catalyst</i> dengan Air Subkritik .....                                  | 37 |
| 3.5.                                      | Analisis Sampel .....  | 38 |
| 3.6.                                      | Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian .....   | 38 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....         |  | 39 |
| 4.1.                                      | Spesifikasi Bahan Baku .....   | 39 |
| 4.2.                                      | Pengaruh Temperatur <i>Leaching</i> terhadap <i>Recovery</i> Ion Logam Aluminium, Molibdenum, dan Kobalt ..... | 40 |

|   |           |
|---|-----------|
| 4.3. Pengaruh Waktu <i>Leaching</i> terhadap <i>Recovery</i> Ion Logam Aluminium, Molibdenum, dan Kobalt .....          | 44        |
| 4.4. Studi Awal <i>Leaching</i> Ion Logam Aluminium, Molibdenum, dan Kobalt dalam Media Pelarut Air Subkritik .....     | 47        |
| 4.5. Identifikasi Senyawa pada Padatan <i>Spent Catalyst</i> Co-Mo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Hasil <i>Leaching</i> | 51        |
| <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>   | <b>53</b> |
| 5.1. Kesimpulan .....   | 53        |
| 5.2. Saran .....  | 53        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>  | <b>55</b> |
| <b>LAMPIRAN A PROSEDUR ANALISIS .....</b>   | <b>60</b> |
| A.1. Analisis Kadar Aluminium .....   | 60        |
| A.1.1. Pembuatan Larutan Pengompleks ECR.....   | 60        |
| A.1.2. Pembuatan Kurva Standar Larutan Aluminium .....  | 61        |
| A.1.3. Analisis Aluminium Hasil Ekstraksi .....   | 62        |
| A.2. Analisis Kadar Molibdenum.....   | 62        |
| A.2.1. Pembuatan Kurva Standar Larutan Molibdenum TGA.....  | 63        |
| A.2.2. Pembuatan Larutan Pengompleks TGA dan KSCN.....  | 64        |
| A.2.3. Analisis Molibdenum Hasil Ekstraksi .....  | 64        |
| A.3. Analisis Kadar Kobalt .....  | 65        |
| A.3.1. Pembuatan Kurva Standar Kobalt .....   | 65        |
| A.3.2. Analisis Kobalt Hasil Ekstraksi .....  | 67        |
| <b>LAMPIRAN B <i>MATERIAL SAFETY DATA SHEET</i>.....</b>  | <b>68</b> |
| B.1. Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....   | 68        |
| B.1.1. Data Fisik dan Kimia .....   | 68        |
| B.1.2. Identifikasi Bahaya .....  | 68        |
| B.1.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....  | 68        |
| B.1.4. Penyimpanan dan Penanganan .....   | 68        |
| B.2. Asam Sitrat (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> ) .....  | 69        |

|  |    |
|--|----|
| B.2.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 69 |
| B.2.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 69 |
| B.2.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 69 |
| B.2.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 69 |
| B.3. <i>Dithizone</i> ( $C_{13}H_{12}N_4S$ ).....                | 70 |
| B.3.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 70 |
| B.3.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 70 |
| B.3.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 70 |
| B.3.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 70 |
| B.4. <i>Eriochrome Cyanine R</i> ( $C_{23}H_{16}O_9SN_3$ ) ..... | 71 |
| B.4.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 71 |
| B.4.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 71 |
| B.4.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 71 |
| B.4.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 71 |
| B.5. Asam Tioglikolat (TGA) .....                                | 72 |
| B.5.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 72 |
| B.5.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 72 |
| B.5.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 72 |
| B.5.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 72 |
| B.6. Kalium Tiosianat (KSCN).....                                | 72 |
| B.6.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 72 |
| B.6.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 73 |
| B.6.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 73 |
| B.6.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 73 |
| B.7. Tetrahydrofuran ( $C_4H_8O$ ) .....                         | 73 |
| B.7.1. Data Fisik dan Kimia .....                                | 73 |
| B.7.2. Identifikasi Bahaya .....                                 | 74 |
| B.7.3. Tindakan Pertolongan Pertama.....                         | 74 |
| B.7.4. Penyimpanan dan Penanganan .....                          | 74 |
| LAMPIRAN C DATA PENELITIAN .....                                 | 75 |
| C.1. Kurva Standar Molibdenum .....                              | 75 |

|      |   |    |
|------|---|----|
| C.2. | Konsentrasi Molibdenum Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Asam Sulfat ....       | 76 |
| C.3. | Konsentrasi Molibdenum Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Air Subkritik...       | 79 |
| C.4. | Konsentrasi Kobalt Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Asam Sulfat.....           | 80 |
| C.5. | Konsentrasi <i>Kobalt</i> Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Air Subkritik ..... | 80 |
| C.6. | Konsentrasi Aluminium Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Asam Sulfat .....       | 81 |
| C.7. | Konsentrasi Aluminium Hasil <i>Leaching</i> dalam Media Pelarut Air Subkritik.....      | 82 |
| C.8. | Perhitungan <i>Recovery</i> Ion Logam .....   | 82 |
| C.9. | Lampiran Grafik .....   | 83 |

## DAFTAR GAMBAR

|  |    |
|--|----|
| <b>Gambar 2.1</b> Spent Catalyst.....  | 10 |
| <b>Gambar 2. 2</b> Mekanisme Proses Leaching .....   | 16 |
| <b>Gambar 2. 3</b> Diagram Fasa Air .....  | 21 |
| <b>Gambar 2. 4</b> Pengaruh Temperatur terhadap Sifat Fisik Air .....  | 23 |
| <b>Gambar 2. 5</b> Rangkaian Alat Spektrofotometer UV-Vis .....  | 26 |
| <b>Gambar 2. 6</b> Grafik Hasil Uji XRD Spent catalyst Co-Mo/g-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....                                  | 29 |
| <b>Gambar 2. 7</b> Skema Alat X-Ray Fluorescence .....   | 30 |
| <b>Gambar 3. 1</b> Skema Rangkaian Subcritical Water Extraction Set.....   | 33 |
| <b>Gambar 3. 2</b> <i>Subcritical Water Extraction Apparatus Set</i> .....   | 33 |
| <b>Gambar 3. 3</b> Rangkaian Alat Proses Leaching .....  | 34 |
| <b>Gambar 3. 4</b> Proses pre-treatment pada Spent Catalyst.....   | 35 |
| <b>Gambar 3. 5</b> Proses Pembuatan Larutan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 M .....   | 35 |
| <b>Gambar 3. 6</b> Tahapan Proses Leaching Spent Catalyst .....  | 36 |
| <b>Gambar 3. 7</b> Proses Leaching Spent Catalyst dengan Air Subkritik .....   | 37 |
| <b>Gambar 4. 1</b> Hasil analisis XRD pada spent catalyst Co-Mo/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> awal .....                 | 40 |
| <b>Gambar 4. 2</b> Pengaruh temperatur terhadap recovery ion logam .....   | 41 |
| <b>Gambar 4. 3</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion aluminium .....   | 45 |
| <b>Gambar 4. 4</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion kobalt .....  | 46 |
| <b>Gambar 4. 5</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion molibdenum .....  | 47 |
| <b>Gambar 4. 6</b> Pengaruh tekanan terhadap persentase recovery ion logam aluminium, kobalt, molibdenum .....                       | 48 |
| <b>Gambar 4. 7</b> Pengaruh temperatur terhadap persentase recovery ion logam aluminium, kobalt, molibdenum .....                    | 50 |
| <b>Gambar 4. 8</b> Hasil analisis XRD sampel awal spent catalyst Co-Mo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan sampel hasil leaching..... | 52 |
| <b>Gambar A.1. 1</b> Pembuatan Larutan Pengompleks ECR (eriochrome cyanine r).....   | 60 |
| <b>Gambar A.1. 2</b> Pembuatan Kurva Standar Larutan Aluminium .....   | 61 |
| <b>Gambar A.1. 3</b> Analisis Aluminium Hasil Ekstraksi dengan Spektrofotometer UV-Vis..   | 62 |
| <b>Gambar A.2. 1</b> Pembuatan Kurva Standar Larutan Molibdenum .....  | 63 |
| <b>Gambar A.2. 2</b> Pembuatan Larutan Pengompleks .....   | 64 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Gambar A.2. 3</b> Analisis Molibdenum Hasil Ekstraksi.....   | 64 |
| <b>Gambar A.3. 1</b> Pembuatan Kurva Standar Larutan Kobalt.....  | 66 |
| <b>Gambar A.3. 2</b> Analisis Molibdenum Hasil Ekstraksi.....   | 67 |
| <b>Gambar C. 1</b> Persamaan Kurva Standar Molibdenum.....  | 76 |
| <b>Gambar C. 2</b> Persentase Recovery Ion Logam terhadap Temperatur.....                                     | 83 |
| <b>Gambar C. 3</b> Pengaruh temperatur terhadap recovery ion logam.....                                       | 83 |
| <b>Gambar C. 4</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion aluminium .....                              | 84 |
| <b>Gambar C. 5</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion kobalt.....                                  | 84 |
| <b>Gambar C. 6</b> Pengaruh waktu leaching terhadap recovery ion molibdenum .....                             | 85 |
| <b>Gambar C. 7</b> Pengaruh tekanan terhadap persentase recovery ion logam aluminium, kobalt, molibdenum..... | 85 |

## DAFTAR TABEL

|  |    |
|--|----|
| <b>Tabel 1. 1</b> Premis Recovery Proses Leaching Spent Catalyst dengan Asam Sulfat .....  | 6  |
| <b>Tabel 1. 2</b> Premis Recovery Proses Leaching Spent Catalyst dengan Air Subkritis.....   | 8  |
| <b>Tabel 2. 1</b> Komposisi Spent Catalyst Co-Mo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....  | 11 |
| <b>Tabel 2. 2</b> Perbandingan Sifat Fisik Air pada Berbagai Kondisi .....   | 22 |
| <b>Tabel 2. 3</b> Sifat Fisik Asam Sulfat .....  | 24 |
| <b>Tabel 2. 4</b> Warna Terabsorpsi dan Warna Komplementer Diberbagai Panjang Gelombang  | 28 |
| <b>Tabel 3. 1</b> Variasi Percobaan Media Pelarut Asam Sulfat.....   | 31 |
| <b>Tabel 3. 2</b> Variasi Percobaan dengan Subcritical Water Extraction .....  | 32 |
| <b>Tabel 3. 3</b> Rencana Kerja Penelitian .....   | 38 |
| <b>Tabel 4. 1</b> Komposisi Ion Logam dalam Spent Catalyst Co-Mo/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....                         | 39 |
| <b>Tabel 4. 2</b> Perbandingan luas permukaan spent catalyst sebelum dan sesudah dilakukan<br>roasting (Arslanoğlu dan Yaraş, 2019)..... | 43 |
| <b>Tabel 4. 3</b> Perbandingan Recovery Ion Logam antar Media Pelarut .....  | 50 |
| <b>Tabel C. 1</b> Absorbansi Kurva Standar Molibdenum .....  | 75 |
| <b>Tabel C. 2</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Asam Sulfat Temperatur 30°C .....   | 77 |
| <b>Tabel C. 3</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Asam Sulfat Temperatur 50°C .....   | 77 |
| <b>Tabel C. 4</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Asam Sulfat Temperatur 70°C .....   | 78 |
| <b>Tabel C. 5</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Asam Sulfat Temperatur 90°C .....   | 78 |
| <b>Tabel C. 6</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Asam Sulfat pH 5 Temperatur 90°C.....   | 79 |
| <b>Tabel C. 7</b> Hasil Leaching Molibdenum dengan Air Subkritis.....  | 79 |
| <b>Tabel C. 8</b> Hasil Leaching Kobalt dengan Asam Sulfat diberbagai Variasi Temperatur...  | 80 |
| <b>Tabel C. 9</b> Hasil Leaching Kobalt dengan Air Subkritis.....  | 81 |
| <b>Tabel C. 10</b> Hasil Leaching Aluminium dengan Asam Sulfat diberbagai Variasi Temperatur<br>.....                                    | 81 |
| <b>Tabel C. 11</b> Hasil Leaching Aluminium dengan Air Subkritis .....   | 82 |



# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam. Sumber daya alam yang dimaksud bukan hanya dibidang pertanian dan peternakan saja, melainkan dibidang pertambangan seperti contohnya mineral logam, mineral non-logam maupun energi. Mineral logam dapat diperoleh bukan hanya dari hasil pertambangan saja, melainkan dapat diperoleh dari hasil pengambilan kembali senyawa penting yang terkandung dalam suatu padatan. Padatan yang dimaksud dapat berupa barang yang berada di sekitar rumah tangga seperti batu baterai atau dapat diperoleh dari limbah dari industri kimia. Limbah industri kimia yang dimaksud adalah katalis bekas penggunaan reaktor. Beberapa contoh mineral logam yang banyak dimanfaatkan dalam industri kimia serta terkandung dalam katalis bekas penggunaan reaktor tersebut antara lain adalah aluminium, molibdenum, dan kobalt. Ketiga mineral logam tersebut dapat diperoleh dengan proses hidrometalurgi ataupun pirometalurgi dari hasil penambangan maupun dari pengolahan katalis bekas penggunaan reaktor tersebut yang sering dikenal dengan sebutan *spent catalyst*.

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi tetapi tidak dikonsumsi oleh reaksi (Fogler 2006). Katalis digunakan secara luas baik di alam, laboratorium, maupun industri (Shriver dan Atkins, 2009). Katalis juga banyak digunakan pada berbagai industri karena dapat menurunkan energi aktivasi reaksi dan meningkatkan laju reaksi. Penurunan energi aktivasi terjadi sebagai akibat dari adanya interaksi antara reaktan dengan katalis. Seiring dengan adanya interaksi antara reaktan dengan katalis mengakibatkan lama kelamaan katalis mengalami penjenahan. Katalis yang sudah jenuh dapat digunakan kembali dengan cara diregenerasi untuk meningkatkan aktivasi dan selektivitas dari katalis seperti semula. Akan tetapi apabila katalis sudah tidak dapat diregenerasi kembali, maka katalis akan menjadi limbah. Katalis yang sudah tidak dapat diregenerasi tersebut dikenal dengan *spent catalyst*. *Spent catalyst* juga dikategorikan ke dalam limbah B3 karena masih mengandung kandungan senyawa logam berat dan berbahaya seperti molibdenum (Mo), kobalt (Co), vanadium (V), nikel (Ni), aluminium (Al) dan lain-lain (Barik dkk., 2012). Maka dari itu untuk meminimalisasi adanya

pencemaran lingkungan akibat *spent catalyst* yang semakin banyak, diperlukan pengolahan dan pemanfaatan kembali *spent catalyst* sebelum dibuang ke pembuangan. Berdasarkan data yang diperoleh dari PT Pertamina, *spent catalyst* mengandung komposisi ion logam, molibdenum, aluminium, kobalt, nikel, kalsium, kalium, dan natrium secara berurutan sebesar 48,3%; 36,8%; 7,06%; 0,181%; 0,0975%; 0,0919%; dan 0,0689%. Kandungan aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) memiliki kandungan yang cukup tinggi dibandingkan dengan logam mineral lainnya, sehingga pada penelitian ini akan memfokuskan untuk mendapatkan *recovery* ketiga logam mineral tersebut. *Spent catalyst* yang akan digunakan pada penelitian ini berasal dari PT Pertamina. Pengolahan *spent catalyst* atau pengambilan kembali ion-ion logam dalam suatu padatan dapat menggunakan proses hidrometalurgi. Proses hidrometalurgi dapat dilakukan dengan cara ekstraksi padat-cair atau sering disebut dengan *leaching*.

Ekstraksi padat-cair atau yang sering disebut dengan *leaching* merupakan proses pemisahan satu atau beberapa komponen (*solute*) dari suatu padatan (*inert*) melalui kontak dengan suatu pelarut (*solvent*) berupa cairan sebagai *separating agent* (Treyball, 1981). Barik. S.P., dkk (2012) adalah salah satu peneliti yang pernah melakukan penelitian *leaching* ion logam dari *spent catalyst* dengan menggunakan pelarut asam sulfat. Dalam penelitiannya Barik. S.P., dkk. (2012) menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 0,5 – 1 M pada temperatur operasi 50 – 80 °C selama 2 jam dan ukuran partikel sebesar 51 – 70  $\mu\text{m}$ . Hasil dari penelitiannya menunjukkan persentase *recovery* Mo, Co, dan Al secara berurutan adalah 99,87%; 96,25%; dan 11,03%. Selain itu, proses *leaching* yang dilakukan oleh Mohapatra dan Park (2007) menggunakan pelarut asam sulfat dengan konsentrasi 6 M pada temperatur operasi 90°C selama 1 jam dan ukuran partikel sebesar 4 mm x 2 mm. Hasil dari penelitiannya menunjukkan bahwa persentase *recovery* Mo, Co, Ni, dan Al secara berurutan adalah 98%; 93%; 90%; dan 21%. Penelitian lain dilakukan oleh Wanta, dkk. (2019) dengan menggunakan pelarut air subkritik dengan temperatur operasi 250°C selama 45 menit dan ukuran partikel sebesar -60+70 mesh. Hasil dari penelitiannya menunjukkan *recovery* Al sebesar 623,99 ppm.

Dari hasil penelitian tersebut, hasil *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dengan menggunakan asam sulfat menunjukkan *recovery* yang lebih besar dibandingkan dengan air subkritik, sehingga dapat dikatakan bahwa proses *leaching* ion logam dengan menggunakan pelarut asam sulfat lebih baik jika dibandingkan dengan menggunakan pelarut air subkritik, tetapi dampak yang

diberikan kepada lingkungan apabila masih menggunakan pelarut asam khususnya asam kuat dapat menjadi pencemaran lingkungan. Maka dari itu akan dipelajari dan diteliti apa yang menjadi kesamaan perilaku yang dimiliki antara asam sulfat dengan air subkritis sehingga air subkritis dapat digunakan dalam proses *leaching* ion logam. Air subkritis juga termasuk ke dalam green technology dan lebih ramah lingkungan apabila digunakan sebagai pelarut. Penelitian yang dilakukan oleh Gunawan (2018) menunjukkan bahwa *leaching* ion logam nikel dan aluminium dari *spent catalyst* Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan media pelarut air subkritis dapat dilakukan tetapi *recovery* ion logam yang terekstrak masih sangat kecil. Penelitian selanjutnya oleh Wibisono dan Evan (2019) menunjukkan bahwa dengan adanya penambahan zat aditif dapat meningkatkan *recovery* ion logam hingga dua kali lebih besar. Penelitian selanjutnya oleh Alexander (2020) menunjukkan bahwa pemberian zat aditif yang berbeda terhadap proses *leaching* ion logam memberikan pengaruh pada nilai persentase *recovery* nikel, sehingga *recovery* nikel menjadi lebih tinggi dibandingkan tanpa penambahan zat aditif dan tidak efektif untuk aluminium. Penelitian yang akan dilakukan saat ini akan mempelajari perbedaan penggunaan asam kuat dan air subkritis sebagai pelarut dalam proses *leaching* ion logam aluminium, molibdenum, dan kobalt serta meneliti apa yang menjadi kesamaan serta perbedaan perilaku yang diberikan oleh media pelarut air subkritis dan asam sulfat pada proses *leaching* ion aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) di berbagai variasi temperatur. *Spent catalyst* yang akan digunakan adalah Co-Mo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diperoleh dari PT Pertamina yang akan diayak dengan ayakan -200 mesh. *Spent catalyst* yang sudah diayak lalu diekstraksi dengan menggunakan pelarut asam sulfat 1 M dan dengan metode *subcritical water extraction*. Variasi temperatur operasi yang akan digunakan adalah 30, 50, 70, dan 90°C selama 240 menit.

## 1.2. Tema Sentral Masalah

Penggunaan pelarut asam terlebi asam kuat dalam proses *leaching* dapat menimbulkan dampak yang cukup berbahaya seperti adanya korosi, masalah keselamatan kerja, pencemaran lingkungan, dan lain sebagainya, sehingga diperlukan pelarut lain yang lebih aman dan ramah lingkungan serta dapat digunakan dalam proses *leaching*. Salah satu pelarut yang lebih ramah lingkungan dan dapat digunakan dalam proses *leaching* tersebut adalah air pada fasa subkritis. *Leaching* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dari *spent catalyst* dengan media asam sudah cukup banyak

dilakukan, namun *leaching* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dengan air pada fasa subkritik masih sedikit yang melakukan dan sedang dikembangkan. Sehingga penelitian ini akan difokuskan untuk menganalisis *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) dengan metode *leaching spent catalyst* menggunakan media asam dan air subkritik pada berbagai variasi temperatur.

### 1.3. Identifikasi Masalah

Berdasarkan studi pustaka yang diperoleh dan tema sentral masalah yang dirumuskan sebelumnya, dapat diidentifikasi masalah yang akan dikaji pada penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh jenis pelarut (pelarut asam sulfat dan air subkritik) yang digunakan terhadap nilai persentase *recovery* ion logam aluminium (Al), molybdenum (Mo), dan kobalt (Co) pada proses *leaching spent catalyst*?
2. Bagaimana pengaruh temperatur operasi terhadap nilai persentase *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) pada proses *leaching spent catalyst* dengan menggunakan pelarut asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan air subkritik?

### 1.4. Premis

Berdasarkan studi pustaka yang telah dilakukan mengenai proses *leaching* ion dari *spent catalyst*, diperoleh premis-premis penelitian seperti yang tersaji pada **Tabel 1.1** dan **Tabel 1.2**.

### 1.5. Hipotesis

Hipotesis yang dapat disusun berdasarkan studi pustaka yang telah dilakukan, yaitu :

1. Jenis pelarut asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) akan memberikan nilai persentase *recovery* yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan pelarut air subkritik.
2. Semakin tinggi temperatur operasi yang digunakan pada proses *leaching*, maka akan menghasilkan persentase *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) yang semakin tinggi.

### 1.6. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah :

1. mempelajari pengaruh jenis pelarut yang digunakan terhadap nilai persentase *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) pada proses *leaching spent catalyst*.
2. mempelajari pengaruh temperatur operasi terhadap nilai persentase *recovery* ion logam aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co) pada proses *leaching spent catalyst* dengan menggunakan pelarut asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan air subkritis.

### 1.7. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat bagi beberapa pihak, antara lain :

1. Bagi dunia pendidikan, dapat memberikan informasi atau wawasan mengenai pengaruh temperatur operasi dan jenis pelarut pada proses *leaching* ion logam dari *spent catalyst* menggunakan pelarut asam sulfat dan air subkritis.
2. Bagi industri dan pemerintah Indonesia, dapat memberikan informasi atau wawasan tentang pemanfaatan dan pengolahan kembali limbah katalis (*spent catalyst*) dengan proses *leaching* menggunakan pelarut asam sulfat dan air subkritis agar pencemaran lingkungan di Indonesia dapat diminimalisasi. Selain itu juga dapat memanfaatkan kembali ion-ion logam yang ter-*recovery* dari *spent catalyst*.
3. Bagi peneliti, dapat memberikan informasi ilmiah mengenai metode *leaching* yang digunakan dalam pengolahan kembali atau pemanfaatan *spent catalyst* serta pengaruh dari temperatur operasi dan jenis pelarut terhadap *recovery* aluminium (Al), molibdenum (Mo), dan kobalt (Co).

**Tabel 1. 1** Premis *Recovery* Proses *Leaching Spent Catalyst* dengan Asam Sulfat

| Peneliti (Tahun)                         | Sampel   | Ukuran Partikel           | Jenis Pelarut                                 | Waktu Operasi | Temperatur Operasi | <i>Recovery</i> Logam Optimal   |
|--|--|---------------------------|---|---------------|--------------------|---|
| Barik, S.P. dkk (2012)                   | Co-Mo/Y-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dari GS Caltex Corporation Korea Selatan    | 51-70 $\mu\text{m}$       | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>0,5 M       | 120 menit     | 50-80 °C           | 21,3% Mo; 56,11% Co; dan 8,2% Al  |
| Mohapatra dan Park (2007)                | Co/Mo/Ni/Y-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dari GS Caltex Corporation Korea Selatan | -75 $\mu\text{m}$         | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>6 M         | 60 menit      | 90°C               | dengan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub><br>98% Mo; 93% Co; 90% Ni dan 21% Al |
| Mohammed, Ahmedzeki dan AbdulNabi (2011) | Co-Mo/Y-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dari Al-Daura                               | $\pm 75 \mu\text{m}$      | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>0 - 0,15 M  | 120 menit     | 30-90°C            | dengan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub><br>40,43% Co dan 8,84% Al            |
| Kim, dkk., (2009)                        | Co-Mo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> procured from a Korean refinery plant         | -100 mesh                 | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>5-20% (v/v) | 120 menit     | 95°C               | 78% Mo; 91% Co dan 62% Al,  |
| Valverde, dkk., (2008)                   | Spent NiMo and CoMo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> catalysts                       | Silinder 5 mm diekstrusi, | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>9 M         | 70-90 menit   | 90°C               | 99.99 wt.% Mo; 98.0 $\pm$ 0.3 wt.% Co/Ni; dan 99.60 $\pm$ 0.25 Al         |

**Tabel 1. 2** Premis *Recovery* Proses *Leaching Spent Catalyst* dengan Asam Sulfat (lanjutan)

| <b>Peneliti (Tahun)</b> | <b>Sampel</b>   | <b>Ukuran Partikel</b> | <b>Jenis Pelarut</b>                  | <b>Waktu Operasi</b> | <b>Temperatur Operasi</b> | <b><i>Recovery</i> Logam Optimal</b>  |
|-------------------------|---|------------------------|---------------------------------------|----------------------|---------------------------|---|
| Wiecka, dkk.,<br>(2020) | Spent Industrial Catalysts used in Process of Hydrodesulfurization        | Below 45 $\mu\text{m}$ | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub><br>1 M | 360 menit            | 55 °C                     | 35,3% Mo; 4,54% Co; dan 43,6% Al  |
| Andriani (2020)         | Spent catalyst Co-Mo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PT Pertamina Balongan | < 2,9 $\mu\text{m}$    | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1,5 M  | 120 menit            | 30, 50, 70, dan 90°C      | 24,66% Al pada 30°C,<br>39,01% Al pada 50°C,<br>44,84% Al pada 70°C,<br>78,42% Al pada 90°C |

**Tabel 1. 3** Premis *Recovery* Proses *Leaching Spent Catalyst* dengan Air Subkritis

| <b>Peneliti (Tahun)</b>     | <b>Sampel</b>                      | <b>Ukuran Partikel</b> | <b>Jenis Pelarut</b> | <b>Waktu Operasi</b> | <b>Temperatur Operasi</b> | <b>Recovery Logam Optimal</b>  |
|-----------------------------|------------------------------------|------------------------|----------------------|----------------------|---------------------------|--|
| Wanta, dkk. (2019)          | <i>Reforming Spent Catalyst</i>    | -60+70 mesh            | Air subkritis        | 15-45 menit          | 100-250°C                 | 35,03 ppm Ni ; 623,99 ppm Al   |
| Wibisono, dkk. (2019)       | <i>Reforming spent catalyst</i>    | -60+70 mesh            | Air subkritis        | 60-150 menit         | 100-250°C                 | Tanpa zat aditif (Asam sitrat, asam nitrat, EDTA)<br>1,2615% Al; 0,1209% Ni  |
| Lie, Tanda, dan Liu, (2020) | <i>Spent lithium-ion batteries</i> | -                      | Air subkritis        | 30 menit             | 100-150°C                 | Dengan zat aditif<br>0,2436% Ni<br><br>Asam askorbat<br>98,55% Co; 100,8% Li;<br>101,19% Mn<br>HCl<br>64,3% Co; 101,34% Li;<br>70,53% Mn |



**Tabel 1. 4** Premis *Recovery* Proses *Leaching Spent Catalyst* dengan Air Subkritis (lanjutan)

| Peneliti (Tahun)        | Sampel   | Ukuran Partikel    | Jenis Pelarut | Waktu Operasi | Temperatur Operasi | Recovery Logam Optimal   |
|-------------------------|--|--------------------|---------------|---------------|--------------------|--|
| Yabalak & Gizir, (2013) | Pasir Laut   | -                  | Air subkritis | -             | 110-130°C          | 90.6% Ni <sup>2+</sup> ; 83.6% Cr <sup>3+</sup> ;<br>96.8% Cu <sup>2+</sup> ; 96.6% Pb <sup>2+</sup> ;<br>96.4% Zn <sup>2+</sup> |
| Yabalak & Gizir, (2013) | <i>Sewage Sludges</i>                                      | -                  | Air subkritis | -             | 110-130°C          | 84.8% Ni <sup>2+</sup> ; 77.2% Cr <sup>3+</sup> ;<br>95.1% Cu <sup>2+</sup> ; 94.9% Pb <sup>2+</sup> ;<br>94.7% Zn <sup>2+</sup> |
| Kevin, A. (2021)        | <i>Spent catalyst</i><br>Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | -60+80 <i>mesh</i> | Air subkritis | 150 menit     | 250°C              | Zat aditif asam sitrat<br>9,56% Ni<br>EDTA<br>1,17% Ni<br>NH <sub>4</sub> OH<br>0,62% Ni<br>Tanpa zat aditif<br>1,53% Al         |