

**PENGARUH JENIS SURFAKTAN DAN
PENGUNAAN SONIKASI TERHADAP PROSES
PRESIPITASI NIKEL HIDROKSIDA DARI
LARUTAN EKSTRAK *SPENT CATALYST***

CHE 184650-04 LAPORAN PENELITIAN

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

oleh:

Yohana Oktaviani

(6141901102)

Pembimbing:

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

Ratna Frida Susanti, Ph.D



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

2023



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

LEMBAR PENGESAHAN

Nama : Yohana Oktaviani

NPM : 6141901102

Judul : Pengaruh Jenis Surfaktan dan Penggunaan Sonikasi Terhadap Proses Presipitasi
Nikel Hidroksida dari Larutan Ekstrak *Spent Catalyst*

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,
Bandung, 13 Februari 2023

Pembimbing 1

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

Pembimbing 2

Ratna Frida Susanti, Ph.D



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

LEMBAR REVISI

Nama : Yohana Oktaviani

NPM : 6141901102

Judul : Pengaruh Jenis Surfaktan dan Penggunaan Sonikasi Terhadap Proses Presipitasi
Nikel Hidroksida dari Larutan Ekstrak *Spent Catalyst*

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,
Bandung, 13 Februari 2023

Penguji 1

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

Penguji 2

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



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

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Yohana Oktaviani

NPM : 6141901102

dengan ini menyatakan bahwa proposal penelitian dengan judul

**PENGARUH JENIS SURFAKTAN DAN PENGGUNAAN SONIKASI TERHADAP
PROSES PRESIPITASI NIKEL HIDROKSIDA 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, 8 Februari 2023



Yohana Oktaviani

(6141901102)

INTISARI

Nikel merupakan sumber daya mineral yang bersumber dari bijih nikel sulfida dan nikel laterit. Nikel umum dijumpai dalam bentuk senyawa seperti nikel hidroksida yang dapat diaplikasikan secara luas salah satunya dalam pembuatan baterai. Pengaplikasian nikel yang cukup luas membuat persediaan nikel menurun, oleh karena itu diperlukannya pemanfaatan sumber mineral sekunder seperti katalis bekas (*spent catalyst*) yang mengandung unsur nikel dalam jumlah yang banyak. Perolehan kembali nikel yang terkandung dalam katalis bekas dapat dilakukan dengan metode presipitasi. Presipitasi merupakan suatu proses pemisahan dengan prinsip perbedaan kelarutan. Metode presipitasi umum digunakan karena memiliki keuntungan seperti proses yang dilakukan mudah, ramah lingkungan, mudah dikendalikan dan ekonomis.

Pada penelitian ini akan dilakukan proses perolehan kembali nikel dari *spent catalyst* menggunakan metode ekstraksi-presipitasi. Sampel *spent catalyst* terlebih dahulu diekstrak menggunakan larutan asam sulfat 2,5 M, larutan hasil ekstrak tersebut adalah larutan yang akan digunakan untuk proses presipitasi. Proses presipitasi dilakukan secara bertahap dengan penambahan natrium hidroksida 5 M hingga mencapai pH optimum untuk presipitasi. Berdasarkan hasil penelitian pendahulu, diperoleh logam nikel dengan tingkat kemurnian yang cukup tinggi (88,35 %), namun masih ditemukan partikel yang saling beraglomerasi. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan dengan memvariasikan jenis surfaktan seperti *sodium dodecyl sulphate* (SDS), *cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB), *polyethylene glycol* 6000 (PEG 6000), dan pengaplikasian sonikasi untuk mencegah aglomerasi antar partikel. Analisa yang dilakukan adalah uji kadar nikel dalam fasa cair menggunakan spektrofotometer Uv-Vis dan uji padatan untuk mengetahui karakteristik presipitat yang dihasilkan menggunakan XRF, dan PSA.

Penambahan surfaktan CTAB (1%-b), PEG 6000 (1%-b), dan SDS (0,02%-b) dengan dan tanpa sonikator pada proses presipitasi dapat mengurangi konsentrasi logam nikel dalam larutan sebesar $\pm 98-99\%$. Proses presipitasi tersebut menghasilkan kemurnian nikel hidroksida yang lebih kecil ($\pm 1-2\%$), dibandingkan kemurnian nikel hidroksida tanpa menggunakan surfaktan yang bernilai 91,138%. Selain itu, presipitat nikel hidroksida yang disintesis dengan penambahan surfaktan dan perlakuan sonikator dapat mengurangi distribusi ukuran partikel. Dalam penelitian, penambahan surfaktan SDS pada konsentrasi CMC dengan adanya perlakuan sonikator terlihat signifikan pada pengurangan distribusi ukuran partikel serta menghasilkan ukuran partikel rata-rata yang paling kecil yaitu sebesar 281,2 nm.

Kata kunci : nikel hidroksida, presipitasi, *spent catalyst*, sonikasi, surfaktan.

ABSTRACT

Nickel is a mineral resource sourced from nickel sulfide ore and laterite nickel. Nickel is commonly found in compounds such as nickel hydroxide, which can be widely applied in the manufacturing of batteries. The wide application of nickel causes the supply of nickel to decrease. As a result, secondary mineral sources such as spent catalysts containing nickel elements in large quantities are required. The re-acquisition of nickel contained in spent catalysts can be carried out by precipitation. Precipitation is a process of separation based on the principle of difference in solubility. The precipitation method is commonly used because it has advantages such as being easy, environmentally friendly, easy to control, and economical.

In this research, the process of recovering nickel from the spent catalyst was carried out using the extraction-precipitation method. The spent catalyst sample was extracted using 2.5 M sulfuric acid solution. Then the spent catalyst extract solution was used for the precipitation process. The precipitation process was carried out by adding 5 M sodium hydroxide until it reached the optimum pH for precipitation. Based on the results of previous studies, nickel metal was obtained with a relatively high level of purity (88.35%), but particles that agglomerated with each other were still found. Therefore, this research was carried out by varying the types of surfactants, such as sodium dodecyl sulfate (SDS), cetyltrimethylammonium bromide (CTAB), and polyethylene glycol 6000 (PEG 6000), and the application of sonication to prevent agglomeration between particles. The analysis was carried out on the precipitation solution using a Uv-Vis spectrophotometer to test the nickel content in the liquid phase and a solid test to determine the characteristics of the precipitate produced using XRF and PSA.

The addition of CTAB (1%-b), PEG 6000 (1%-b), and SDS (0.02%-b) surfactants with and without a sonicator in the precipitation process can reduce the concentration of nickel metal in solution by $\pm 98-99\%$. The precipitation process resulted in a minor purity of nickel hydroxide ($\pm 1-2\%$) compared to the purity of nickel hydroxide without surfactants, valued at 91.138%. Furthermore, nickel hydroxide precipitate synthesized with surfactants and sonicator treatment can reduce particle size distribution. In the study, the addition of SDS surfactants at CMC concentrations in the presence of sonicator treatment significantly reduced the particle size distribution. It resulted in the smallest average particle size of 281.2 nm.

Keywords: nickel hydroxide, precipitation, spent catalyst, sonication, surfactant.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa karena rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian dengan judul “Pengaruh Jenis Surfaktan dan Penggunaan Sonikasi terhadap Proses Presipitasi Nikel Hidroksida dari Larutan Ekstrak *Spent Catalyst*” tepat waktu. Proposal penelitian ini disusun untuk memenuhi salah satu tugas akhir guna mencapai gelar sarjana Strata-1 Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung penulis selama penyusunan proposal penelitian, yaitu :

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

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan yang terdapat dalam proposal penelitian ini. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak agar dapat menjadi sarana perbaikan penulis dalam penyusunan laporan penelitian berikutnya. Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih dan berharap agar laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 8 Februari 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
INTISARI	xv
ABSTRACT	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tema Sentral Masalah.....	2
1.3. Identifikasi Masalah.....	2
1.4. Premis	3
1.5. Hipotesis	3
1.6. Tujuan Penelitian	3
1.7. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Spent Catalyst	7
2.1.1. Ekstraksi Logam dengan Metode <i>Leaching</i>	9
2.2. Presipitasi.....	16
2.2.1. Kelarutan dalam Proses Presipitasi	17
2.2.2. Jenis-Jenis Presipitasi.....	18

2.2.3. Mekanisme Presipitasi.....	20
2.2.3.1. Nukleasi.....	20
2.2.3.2. Pertumbuhan (<i>Growth</i>).....	21
2.2.3.3. Aglomerasi.....	23
2.2.4. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Presipitasi	24
2.2.4.1. Konsentrasi Agen Presipitasi.....	24
2.2.4.2. Pembentukan Kompleks.....	24
2.2.4.3. Derajat Keasaman (pH).....	26
2.2.4.4. Temperatur.....	27
2.2.4.5. Waktu Presipitasi.....	28
2.3. Nikel Hidroksida (Ni(OH) ₂)	29
2.4. Sonikasi.....	31
2.5. Surfaktan.....	33
2.5.1. Jenis - Jenis Surfaktan.....	34
2.5.1.1 Surfaktan Anionik.....	34
2.5.1.2. Surfaktan Kationik.....	35
2.5.1.3. Surfaktan Non-Ionik.....	36
2.6. Pengaplikasian Surfaktan pada Presipitasi Nanopartikel Nikel Hidroksida.....	36
2.7. Karakterisasi Nikel Hidroksida (Ni(OH) ₂).....	39
2.7.1. Spektrofotometer Uv-Vis	39
2.7.2. X-Ray <i>Diffraction</i> (XRD)	40
2.7.3. X-Ray Fluorescence (XRF)	42
2.7.4. Transmission Electron Microscope (TEM).....	45
2.7.5. Scanning Electron Microscopy (SEM)	46
2.7.6. Eh/ ORP Meter.....	47
2.7.7 Particle Size Analyzer (PSA).....	48
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	50

3.1. Gambaran Umum Penelitian.....	50
3.2. Alat dan Bahan.....	51
3.2.1. Bahan.....	51
3.2.2. Alat.....	51
3.3. Prosedur Penelitian	53
3.3.1. Pre-treatment <i>Spent Catalyst</i>	54
3.3.2. Proses Ekstraksi Sampel <i>Spent Catalyst</i>	55
3.3.3. Penentuan Titik CMC Surfaktan	56
3.3.4. Presipitasi Nikel Hidroksida.....	57
3.4. Analisis Hasil Presipitasi	63
3.5. Variasi Percobaan	63
3.6. Lokasi dan Jadwal Rencana Kerja Penelitian	64
BAB IV PEMBAHASAN	65
4.1. Proses Presipitasi Hidroksida pada Larutan Ekstrak <i>Spent Catalyst</i>	65
4.2. Pengaruh Variasi Percobaan Terhadap Presipitasi Nikel Hidroksida.....	69
4.2.1 Penentuan Titik <i>Critical Micelle Concentration</i> (CMC) pada Surfaktan	70
4.2.2 Pengaruh Pengaplikasian Surfaktan dan Sonikator pada Presipitasi Nikel Hidroksida	72
4.3. Karakterisasi Nikel Hidroksida.....	75
4.3.1. Komposisi Presipitat Nikel Hidroksida.....	75
4.3.2. Distribusi Partikel Presipitat Nikel Hidroksida.....	80
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	86
5.1. Kesimpulan	86
5.2. Saran	86
DAFTAR PUSTAKA.....	87
LAMPIRAN A METODE ANALISIS.....	92
A.1. Analisis Kadar Nikel.....	92

A.1.1. Pembuatan Larutan Pengompleks <i>Dimethylglyoxime</i>	92
A.1.2. Pembuatan Kurva Standar Larutan Nikel.....	94
A.1.3. Analisis Kadar Ion Nikel dengan Spektrofotometer UV-Vis.....	96
A.2. Analisis Kadar Aluminium	97
A.2.1. Pembuatan Larutan Pengompleks <i>eriochrome cyanine r</i> (ECR)	97
A.2.2. Pembuatan Kurva Standar Aluminium.....	98
A.2.3. Analisis Kadar Ion Aluminium dengan Spektrofotometer UV-Vis	100
A.3. Pengujian Tegangan Permukaan (<i>Surface Tension</i>)	101
A.3.1. Kalibrasi Tensiometer Du-Nouy	101
A.4. Pengujian Turbiditas	102
A.4.1. Kalibrasi <i>Turbidity Meter</i>	102
A.4.2. Pengujian Turbiditas dengan <i>Turbidity Meter</i>	103
A.5. Pengujian Konduktivitas	104
A.5.1 Kalibrasi Conductivity Meter	105
A.5.2. Kalibrasi <i>Conductivity Meter</i>	105
LAMPIRAN B MATERIAL SAFETY DATA SHEET	107
B.1. Nikel Sulfat (Ni(SO ₄))	107
B.2. Aluminium Sulfat (Al ₂ (SO ₄) ₃)	108
B.3. Natrium Hidroksida (NaOH).....	109
B.4. Asam Sulfat (H ₂ SO ₄).....	110
B.5. Dimethylglyoxime (DMG).....	112
B.6. Kalium Persulfat (K ₂ S ₂ O ₈)	113
B.7. Natrium Tartat (C ₄ H ₄ Na ₂ O ₆ .2H ₂ O)	114
B.8. Eriochrome Cyanine R (ECR).....	115
B.9. Asam Askorbat.....	116
B.10. Buffer Asetat	118
B.11. Sodium Dodecyl Ssulphate (SDS)	119

B.12. Cetyl Trimethylammonium Bromide (CTAB).....	120
B.13. <i>Polyethylene Glycol</i> 6000 (PEG 6000)	121
LAMPIRAN C HASIL PERCOBAAN.....	123
C.1. Kurva Standar Penentuan Kadar Ion Logam.....	123
C.2. Persentase <i>Removal</i> Logam Nikel dan Alumunium.....	123
C.3. Perubahan Temperatur pada Proses Presipitasi Tahap 2 dalam Sonikator	124
C.4. Hasil Analisa Uji Padatan XRF	125
LAMPIRAN D CONTOH PERHITUNGAN	126
D.1. Penentuan Konsentrasi Logam.....	126
D.2. Penentuan Persentase <i>Removal</i> Logam Nikel	126

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Hasil Analisis XRD <i>Spent Catalyst</i>	8
Gambar 2.2. Tahapan Mekanisme <i>Leaching</i>	10
Gambar 2.3. Diagram Pourbaix Nikel dalam Air	16
Gambar 2.4. Hubungan antara Tingkat Kejenuhan, Ukuran Kristal, dan Laju Dari Nukelasi, Pertumbuhan, dan Aglomerasi	21
Gambar 2.5. Pengaruh Tingkat Kejenuhan Larutan terhadap Jenis Pertumbuhan	22
Gambar 2.6. Ilustrasi Terperangkapnya Pengotor pada Tahap Aglomerasi	23
Gambar 2.7. Analogi Proses Aglomerasi pada Partikel	24
Gambar 2.8. Pengaruh pH terhadap Kelarutan Logam Hidroksida.....	27
Gambar 2.9. Kelarutan fungsi temperatur : (a) $\text{Al}(\text{OH})_3$, (b) $\text{Ni}(\text{OH})_2$	29
Gambar 2.10. Struktur $\text{Ni}(\text{OH})_2$: (a) Kristal $\beta - \text{Ni}(\text{OH})_2$; (b) $\alpha - \text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$	31
Gambar 2.11. Ilustrasi Pembentukan Gelembung oleh Gelombang Ultrasonik	32
Gambar 2.12. Struktur Molekul Sederhana Surfaktan	33
Gambar 2.13. Hubungan Konsentrasi Surfaktan terhadap Tegangan Permukaan	34
Gambar 2.14. Reaksi Sintesis <i>Sodium Dodecyl Sulphate</i> (SDS)	35
Gambar 2.15. Morfologi Dan Ukuran Nanopartikel Nikel Hidroksida Dengan Surfaktan ABS	37
Gambar 2.16. Komponen Utama pada X-Ray <i>Diffraction</i> (XRD).....	43
Gambar 2.17. Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) $\text{Ni}(\text{OH})_2$	43
Gambar 2.18. Instrumen XRF dan Bagian-Bagiannya.....	45
Gambar 2.19. Skema Spektrometer XRF DX-95	45
Gambar 2.20. Skema Prinsip Kerja <i>Transmission Electron Microscope</i> (TEM)	46
Gambar 2.21. Skema Prinsip Kerja <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	48
Gambar 3.1. Rangkaian Alat Ekstraksi	52
Gambar 3.2. Rangkaian Alat Presipitasi : (a) Tanpa Sonikasi ; (b) Sonikasi.....	53
Gambar 3.3. Gambaran Umum Penelitian.....	54
Gambar 3.4. Diagram Alir Proses Pre-treatment <i>Spent Catalyst</i>	55
Gambar 3.5. Diagram Alir Proses Ekstraksi <i>Spent Catalyst</i>	56
Gambar 3.6. Diagram Alir Proses Penentuan Titik CMC Surfaktan.....	57

Gambar 3.7. Diagram Alir Proses Presipitasi Tahap 1	58
Gambar 3.8. Diagram Alir Proses Presipitasi Tahap 2 tanpa Sonikasi	59
Gambar 3.9. Diagram Alir Proses Presipitasi Tahap 2 tanpa Sonikasi (Lanjutan)	60
Gambar 3.10. Diagram Alir Proses Presipitasi Tahap 2 dengan Sonikasi	61
Gambar 3.11. Diagram Alir Proses Presipitasi Tahap 2 dengan Sonikasi (Lanjutan).....	62
Gambar 4.1. Hasil Analisis XRD Presipitat Presipitasi Tahap 1	68
Gambar 4.2. <i>Pourbaix</i> Diagram Logam Nikel	69
Gambar 4.3. Grafik Penentuan Titik CMC Surfaktan CTAB	71
Gambar 4.4. Grafik Penentuan Titik CMC Surfaktan PEG 6000	71
Gambar 4.5. Grafik Penentuan Titik CMC Surfaktan SDS.....	72
Gambar4.6. Konsentrasi Akhir dan % Removal Logam Nikel : (a) Surfaktan Tanpa Sonikator, (b) Surfaktan dengan Sonikator.....	73
Gambar 4.7. Profil Kenaikan Temperatur pada Sonikator Terhadap Waktu	74
Gambar 4.8. <i>Template</i> Misel yang Terbentuk pada Permukaan Partikel Nikel Hidroksida : (a) Penelitian Hadden, dkk (2019); (b) Penelitian Lim (2021).....	78
Gambar 4.9. Ilustrasi Terperangkapnya Pengotor pada Nikel Hidroksida	78
Gambar 4.10. Hasil Karakterisasi PSA: (a) Non-Surfaktan tanpa Sonikator; (b) Non-Surfaktan dengan Sonikator; (c) Surfaktan CTAB tanpa sonikator; (d) Surfaktan CTAB dengan Sonikator; (e) Surfaktan PEG 6000 tanpa sonikator; (f) Surfaktan PEG 6000 dengan Sonikator; (g) Surfaktan SDS tanpa sonikator; (h) Surfaktan SDS dengan Sonikator.....	84
Gambar 4.11. Ilustrasi Proses Sintesis dengan; (a) Magnetic stirrer; (b) Sonikator; (c) Sonikator dan Surfaktan.....	85
Gambar A.1. Tahapan Pembuatan Larutan Pengkompleks DMG.....	93
Gambar A.2. Diagram Alir Tahapan Pembuatan Kurva Larutan	95
Gambar A.3. Diagram Alir Tahapan Analisis Kadar Ion Nikel dengan Spektrofotometri Uv-Vis.....	96
Gambar A.4. Diagram Alir Tahapan Pembuatan Larutan Pengkompleks ECR.....	98
Gambar A.5. Diagram Alir Tahapan Pembuatan Kurva Larutan Standar Aluminium	99
Gambar A.6. Diagram Alir Tahapan Analisis Kadar Ion Aluminium dengan Spektrofotometri Uv-Vis	100
Gambar A.7. Diagram Alir Tahapan Kalibrasi <i>Tensiometer</i> Du-Nouy.....	102
Gambar A.8. Diagram Alir Tahapan Pengujian <i>Surface Tension</i> dengan <i>Tensiometer Du-Nouy</i>	103

Gambar A.9. Diagram Alir Tahapan Kalibrasi <i>Turbidity Meter</i>	104
Gambar A.10. Diagram Alir Tahapan Pengujian Turbiditas dengan <i>Turbidity Meter</i>	104
Gambar A.11. Diagram Alir Tahapan Kalibrasi <i>Conductivity Meter</i>	105
Gambar A.12. Diagram Alir Tahapan Pengujian Konduktivitas dengan <i>Conductivity Meter</i>	106

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1. Premis Persentase Nikel Terpresipitasi, Kemurnian Nikel, dan Ukuran dengan Penambahan Surfaktan	5
Tabel 1.2. Premis Ukuran Partikel dengan Pengaplikasian Sonikasi	6
Tabel 2.1. Komposisi <i>Spent Catalyst</i>	7
Tabel 2.2. Nilai Log Ksp Logam-Anion	18
Tabel 2.3. Jenis - Jenis Presipitasi	19
Tabel 2.4. Sifat Fisik Nikel Hidroksida Ni(OH) ₂	30
Tabel 2.5. Hasil Karakteristik TEM Ni(OH) ₂	37
Tabel 2.6. Hasil Karakteristik SEM NiO	38
Tabel 2.7. Hasil Karakteristik Nano <i>powders</i>	38
Tabel 2.8. Panjang Gelombang Berbagai Spektrum Warna pada Cahaya Tampak	41
Tabel 2.9. Posisi Sudut Peak Kristal α – Ni(OH) ₂ dan β – Ni(OH) ₂	44
Tabel 3.1. Rentang Konsentrasi CMC	55
Tabel 3.2. Variasi Percobaan Penelitian	63
Tabel 3.3. Jadwal Kerja Penelitian	64
Tabel 4.1. Komposisi Unsur Spent Catalyst	65
Tabel 4.2. Konsentrasi dan %Removal pada Logam Nikel dan Alumunium	66
Tabel 4.3. Komposisi Unsur Presipitat Tahap 1	67
Tabel 4.4. Nilai Tegangan Potensial Hasil Penelitian	68
Tabel 4.5. Perbandingan Komposisi Presipitat Nikel Hidroksida	75
Tabel 4.6. Komposisi Presipitat Nikel Hidroksida Variasi Jenis Surfaktan	77
Tabel 4.7. Komposisi Presipitat Nikel Hidroksida Variasi Jenis Surfaktan dengan Penggunaan Sonikator	79
Tabel 4.8. Nilai Polydispersity Index Hasil Penelitian	81
Tabel 4.9. Nilai Rata-Rata Ukuran Partikel	82

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya mineral salah satunya adalah nikel yang sumber primernya berasal dari bijih nikel sulfida dan nikel laterit (Mudd, 2009). Berdasarkan data US *Geological Survey*, hampir 4 juta metric ton nikel tersimpan di Indonesia dari 80 juta metric ton cadangan nikel di dunia. Pengaplikasian nikel sangatlah luas dan umum dijumpai dalam bentuk senyawa, contohnya nikel hidroksida. Nikel hidroksida merupakan senyawa berbasis nikel yang memiliki peranan luas sebagai bahan elektroda positif dalam baterai isi ulang (baterai nikel-logam hidrida (Ni/MH)), *fuel cells*, kapasitor elektrokimia, alat elektromik, fotokatalisis, elektrokatalisis, sel elektrosintetik, dan sensor elektrokimia (Song, dkk., 2002; Hall, dkk., 2015).

Luasnya pengaplikasian nikel dapat memicu penurunan persediaan nikel di masa yang akan datang. Hal tersebut disebabkan oleh bijih nikel sulfida dan nikel laterit sebagai sumber primer nikel merupakan sumber daya mineral yang tidak terbarukan. Oleh karena itu, diperlukan pemanfaatan sumber sekunder seperti katalis bekas (*spent catalyst*) yang mengandung unsur nikel. Menurut PP No. 85 Tahun 1999 katalis bekas (*spent catalyst*) termasuk ke dalam kategori limbah B3 akibat terdapat komponen logam berat, sehingga membutuhkan pengolahan terlebih dahulu sebelum dibuang ke lingkungan (Wanta, dkk., 2019). Pemanfaatan sumber mineral sekunder dari katalis bekas (*spent catalyst*) umum dilakukan dengan metode presipitasi karena pengoperasiannya yang mudah, ramah lingkungan, dan ekonomis (Lewis, dkk., 2017).

Presipitasi merupakan proses pembentukan padatan dalam suatu larutan dengan prinsip beda kelarutan. Lyman (2020) melakukan penelitian mengenai presipitasi berbasis hidroksida dengan memvariasikan temperatur, waktu, dan jumlah tahapan presipitasi. Variasi temperatur dan waktu diamati untuk mengetahui temperatur dan waktu presipitasi yang optimum. Sedangkan variasi jumlah tahap pada proses presipitasi dilakukan untuk memperoleh kemurnian nikel hidroksida yang tinggi. Berdasarkan hasil penelitian Lyman (2020), presipitasi 2 tahap menghasilkan nikel hidroksida dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi yaitu 88,35% dibandingkan dengan presipitasi yang dilakukan hanya 1 tahap yang menghasilkan kemurnian nikel hidroksida sebesar 13,1% pada penelitian Putra (2019).

Selain itu, bila ditinjau berdasarkan hasil analisa TEM presipitat nikel hidroksida pada presipitasi tahap 2 oleh Lyman (2020) menunjukkan terdapatnya gumpalan yang disebabkan

adanya partikel yang saling berikatan satu sama lainnya (aglomerasi) sehingga menyebabkan partikel nikel hidroksida yang terbentuk memiliki ukuran yang relatif lebih besar. Penyebab aglomerasi pada penelitian Lyman (2020) adalah penambahan agen presipitasi (NaOH) secara langsung pada proses presipitasi. Berdasarkan permasalahan tersebut, maka penelitian ini akan dilakukan dengan penambahan surfaktan dan pengaplikasian sonikasi pada presipitasi berbasis hidroksida. Penambahan surfaktan dan pengaplikasian sonikasi pada proses presipitasi dapat melindungi permukaan partikel dan memisahkan partikel yang semula bersatu dengan getaran yang dihasilkan dari gelombang ultrasonik (Dahman, 2017; Candani, dkk., 2018). Selain itu, pada penelitian ini juga memperbaiki teknik dalam penambahan NaOH pada proses presipitasi, dimana penambahan NaOH pada proses presipitasi akan dilakukan secara perlahan-lahan untuk mencegah terjadinya aglomerasi akibat reaksi yang sangat spontan (Ramesh, 2006 ; Kusumaningrum, dkk., 2020).

1.2. Tema Sentral Masalah

Spent catalyst merupakan limbah B3 yang berbahaya bagi lingkungan, tetapi pada limbah tersebut masih terkandung mineral berharga yang dapat dimanfaatkan kembali sebagai sumber mineral sekunder seperti logam nikel. Pengolahan limbah *spent catalyst* dapat dilakukan dengan metode ekstraksi-presipitasi. Metode tersebut umum dilakukan karena pengoperasiannya mudah dan ekonomis. Di samping kelebihanannya, metode presipitasi menghasilkan partikel yang berpotensi untuk teraglomerasi sehingga dapat menghambat pembentukan nanopartikel. Kendala tersebut dapat diatasi dengan penambahan surfaktan dan pengaplikasian sonikasi. Namun, penelitian mengenai penambahan surfaktan dan pengaplikasian sonikasi belum dilakukan. Oleh karena itu, fokus utama dari penelitian ini adalah penambahan surfaktan dan pengaplikasian sonikasi pada proses presipitasi larutan ekstrak *spent catalyst*.

1.3. Identifikasi Masalah

Beberapa masalah yang ingin diidentifikasi dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh penambahan jenis surfaktan terhadap komposisi (kemurnian) presipitat nikel hidroksida yang dihasilkan pada proses presipitasi?
2. Bagaimana pengaruh perubahan temperatur pada sonikator terhadap %penurunan konsentrasi logam nikel dalam larutan?
3. Bagaimana pengaruh penambahan surfaktan dengan dan tanpa pengaplikasian sonikator terhadap distribusi ukuran presipitat nikel hidroksida yang terbentuk pada proses presipitasi?

1.4. Premis

Penelitian ini didasarkan oleh penelitian sebelumnya yang dapat menjadi dasar dalam menentukan variasi penelitian, variabel proses, bahan, alat yang digunakan dalam penelitian, serta hasil yang diperoleh terkait sintesis nanonikel hidroksida dengan metode presipitasi dan pengaplikasian surfaktan pada proses presipitasi yang dapat diamati pada Tabel 1.1 dan Tabel 1.2.

1.5. Hipotesis

Berdasarkan studi literatur, hipotesis mengenai penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Penambahan jenis surfaktan dapat menghasilkan kemurnian presipitat nikel hidroksida yang lebih rendah.
2. Perubahan temperatur sonikator pada proses presipitasi dapat meningkatkan % penurunan konsentrasi logam nikel dalam larutan.
3. Penambahan jenis surfaktan dengan adanya pengaplikasian sonikator pada proses presipitasi dapat memperkecil distribusi ukuran partikel.

1.6. Tujuan Penelitian

Tujuan umum dari penelitian ini adalah untuk mempelajari sintesis nano nikel hidroksida dengan metode presipitasi dari larutan *spent catalyst*. Adapun tujuan khusus dari penelitian ini yaitu :

1. Mempelajari pengaruh penambahan jenis surfaktan terhadap kemurnian dan komposisi presipitat nikel hidroksida.
2. Mempelajari pengaruh perubahan temperatur sonikator terhadap proses presipitasi nikel hidroksida.
3. Mempelajari pengaruh penambahan jenis surfaktan dengan dan tanpa pengaplikasian sonikator terhadap distribusi ukuran nikel hidroksida yang terpresipitasi.

1.7. Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat memberikan manfaat untuk berbagai pihak seperti :

1. Bagi Pemerintah

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan solusi terakait pemanfaatan kembali limbah *spent catalyst* untuk dijadikan sebagai produk yang bernilai jual tinggi dan bermanfaat besar.

2. Bagi Industri

Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan kemajuan pada dunia industri dalam memperoleh logam berharga dengan pemanfaatan limbah *spent catalyst*, yang nantinya dapat diaplikasikan secara luas di segala bidang.

3. Bagi Masyarakat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan dan memperluas wawasan masyarakat dalam pemanfaatan limbah industri khususnya *spent catalyst* untuk diolah menjadi bahan yang bernilai tinggi.

4. Bagi Ilmu Pengetahuan

Penelitian ini diharapkan dapat memajukan ilmu pengetahuan melalui pembelajaran perolehan logam dari limbah *spent catalyst* dengan metode ekstraksi-presipitasi dan pengaplikasian surfaktan dan sonikasi dalam mencegah terjadinya proses aglomerasi pada presipitasi berlangsung.

Tabel 1.1. Premis Persentase Nikel Terpresipitasi, Kemurnian Nikel, dan Ukuran dengan Penambahan Surfaktan

Literatur	Jumlah Tahap Presipitasi	Urutan Tahap Presipitasi	Kondisi Operasi						Hasil Produk			
			Agen Presipitasi	Surfaktan	pH	Temperatur (°C)	Waktu (menit)	Presipitat	Presentase Nikel Terpresipitasi	Kemurnian Nikel	Ukuran Partikel (nm)	Luas Permukaan Partikel (m ² /g)
				Tanpa Surfaktan					99.92%	96.41%	23,18 - 27,2	
(Lim, dkk., 2021)	1	1	NaOH	ABS	10	50	60	Ni(OH) ₂	99.89%	94.85%	3,12 - 4,47	-
				SDS					99.90%	95.11%	13,9 - 19,8	
				CTAB					-	90.29%	15,37 - 22,94	
				PVP					99.89%	95.20%	8,41 - 21,05	
(Lyman, 2020)	2	1	NaOH	-	6	30	-	Ni(OH) ₂	80.84%	37.79%	-	-
		2			10	50	60		42.53%	88.35%	29,9 dan 21	
				Tanpa Surfaktan							89,453-99,278	15.582
(Kusumaningrum, dkk., 2022)	1	1	NaOH	PEG (6000)	-	Suhu Ruang	-	Ni(OH) ₂	-	-	44,060-66,046	24.023
				SDS							60,695-88,867	19.286
(Basturkcu & Acarkan, 2017)	1	1	Ca(OH) ₂	-	2,5-5	50-90	30-120	Ni(OH) ₂	27.80%	0.015%	-	-
(Mubarok & Liberto, 2013)	2	2	NaOH	-	7-9	25-75	60	Ni(OH) ₂	99.90%	35.20%	-	-
(Kiani, dkk., 2010)	1	1	NaOH	Tanpa Surfaktan	-	30	60	Ni(OH) ₂	-	-	-	-
				CTAB							100	
				PVP							D < 45	
(Mahaleh, dkk., 2008)	1	1	NaOH	PEG	-	Suhu Ruang	-	Ni(OH) ₂	-	-	35 < D < 45	-
				CTAB							D > 45	
(Tsai, dkk., 2020)	1	1	NaOH	-	12	50	50	Ni(OH) ₂	98,3%	-	-	-

Tabel 1.2. Premis Ukuran Partikel dengan Pengaplikasian Sonikasi

Literatur	Agen Presipitasi	Surfaktan	Sonikasi		Hasil Produk	
			Temperatur (°C)	Waktu (menit)	Presipitat	Ukuran Partikel (nm)
(Kiani,dkk.,2010)	NaOH	CTAB	30	45	Ni(OH) ₂	18 (<i>Average</i>)
		Tanpa Surfaktan	Tanpa Sonikasi			63,304
(Zurcher, 2018)	NH ₄ OH			15	Fe ₃ O ₄	59,063
		PEG-6000	-	30		47,988
				45		46,358
(Jeevanandam, dkk., 2002)	Urea	-	25	240	NiAl ₂ O ₄	13
(Paik, 2021)	(NH ₄) ₂ CO ₃	-	Tanpa Sonikasi			20,72
			60±3	-	(NH ₄)UO ₂ (CO ₃) ₃	14,40