



## EKSTRAKSI VANADIUM PENTAOKSIDA ( $V_2O_5$ ) DARI KATALIS BEKAS

La Ifa<sup>1</sup>, N Nurjannah<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) Department of Chemical Engineering, Faculty of Industrial Technology, Universitas Muslim Indonesia, Kampus II UMI Makassar, Jln Urip Sumoharjo, Panakkukang Makassar 90232 South Sulawesi, Indonesia

\*)Corresponding author: [la.ifa@umi.ac.id](mailto:la.ifa@umi.ac.id)

### Abstrak

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari proses leaching katalis bekas yang mengandung vanadium pentoksida ( $V_2O_5$ ) dengan menggunakan pelarut larutan ammonia didalam tangki teraduk pada temperatur kamar. Variabel yang digunakan adalah perbedaan konsentrasi larutan ammonia 15%, 20%, 25%, 28%, 30% dan waktu leaching 12, 24 dan 36 jam. Dari hasil percobaan, menunjukkan bahwa proses leaching dengan kalsinasi, diperoleh % recovery  $V_2O_5$  yang terbaik adalah 82% pada konsentrasi larutan ammonia 25% dan waktu leaching 24 jam. Sedangkan proses leaching dengan tanpa kalsinasi menunjukkan % recovery  $V_2O_5$  yang terbaik adalah 50% pada konsentrasi larutan ammonia 28% dan waktu leaching 24 jam

**Kata kunci:** recovery, vanadium pentaoksida, leaching, katalis bekas

### 1. PENDAHULUAN

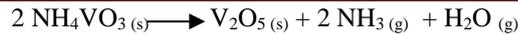
Vanadium pentaoksida merupakan bahan metal aktif katalis banyak digunakan dalam industri-industri kimia seperti: industri asam sulfat, industri *phthalic anhidride*, industri petroleos Mexicanos, ammoksidasi aromatik, hidrogenasi olefin menjadi diolefin, proses hidrokraking oksidasi aromatik menjadi phtalik anhidrida, oksidasi benzen menjadi malaec anhidrida dan lain-lain (Setting Park Ridge, 1978).

Pabrik-pabrik yang menggunakan katalis vanadium pentaoksida di Indonesia seperti industri asam sulfat PT.Petrokimia Gresik Jawa Timur menghadapi masalah dalam pengadaan katalis baru karena harganya relatif tinggi juga harus diimpor dari luar Negeri. Katalis vanadium pentaoksida yang digunakan pada industri asam sulfat PT.Petrokimia Gresik Jawa Timur, setelah mengalami *deaktivasi* langsung diganti dengan katalis baru sedangkan katalis bekasnya dibuang sebagai limbah B3.

Logam vanadium pentaoksida termasuk limbah bahan berbahaya dan beracun (B3), menurut Undang-Undang Nomor 32 tahun 2009 yang termasuk limbah B3 yakni limbah yang dalam keadaan tunggal maupun campuran bersifat memancarkan radiasi, mudah meledak, mudah menyala, racun, korosif, menimbulkan iritasi dan berbahaya.

Penggunaan katalis dalam waktu tertentu akan menyebabkan penurunan aktivitas. Penurunan aktivitas katalis terjadi karena katalis mengalami deaktivasi. Deaktivasi ini diakibatkan oleh pengotor (*fouling*), yaitu pembentukan karbon atau kokas dalam proses perengkahan (Trisunaryanti dkk., 2002). Kokas/residu karbon mendeaktivasi katalis dengan meracuni situs aktif dan/atau mem-block pori-pori katalis. Kokas yang terbentuk dapat dihilangkan dengan pembakaran pada 600 OC (Chen and Manos, 2004). Katalis yang telah terpakai beberapa lama, maka aktivitasnya akan berkurang, hal ini berarti bahwa kemampuan untuk mempercepat reaksi tertentu telah berkurang (*Van Bergeyk, 1981*). Gejala ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor antara lain: *sintering, poisonning, coking (fouling)*, penumpukan kotoran pada permukaan, katalisator bereaksi dengan produk reaksi atau dengan pengotor yang terdapat dalam bahan dasar sehingga aktivitas katalis berkurang.

Proses *leaching* merupakan proses pemisahan padatan dari suatu campuran dengan menggunakan pelarut tapi karena  $V_2O_5$  sukar larut dalam air dingin yakni 0,8<sup>20</sup> gram per 100 cc dan tidak larut dalam air panas (*Weast, 1981*) sehingga harus diupayakan menggunakan pelarut lain atau menggunakan bahan kimia yang dapat bereaksi dengan vanadium pentaoksida ( $V_2O_5$ ) seperti larutan  $NH_3$  encer,  $Na_2CO_3$  dan  $NaOH$  (*Villareal et.al 1999*) membentuk senyawa yang mudah larut dalam air yakni larutan  $NH_4OH$ . Kemudian larutan  $NH_4OH$  digunakan sebagai pelarut untuk mengekstrak  $V_2O_5$  yang akan menghasilkan  $NH_4VO_3$  (*ammonium metavanadat*). Selanjutnya dengan pemanasan pada suhu 450 °C akan terdekomposisi membentuk  $V_2O_5$  seperti reaksi berikut:

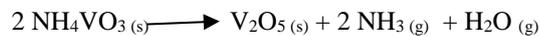


Penelitian tentang peningkatan aktivasi katalis telah banyak dilakukan dengan modifikasi suatu katalis dalam sistem pengembalian-logam (Tadeus dkk, 2013). Penelitian ini melakukan aktivasi katalis dengan metode recovery proses leaching katalis bekas yang mengandung vanadium pentoksida ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) dengan menggunakan pelarut larutan ammonia

## 2. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis bekas diperoleh dari industri asam sulfat Petrokimia Gresik Jawa Timur. Penelitian ini dimulai dengan melakukan persiapan bahan baku, pra-pengolahan katalis bekas, analisa  $\text{V}_2\text{O}_5$  menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Pelarut dengan volume tertentu dimasukkan dalam labu leher tiga, kemudian katalis dengan berat tertentu ditambahkan dan pengaduk di hidupkan. Setelah waktu yang diinginkan tercapai pengaduk dihentikan, dan cairan dikeluarkan untuk disaring. Solidnya dicuci dengan air selanjutnya cairan hasil pencucian dievaporasi. Kemudian dimasukkan kedalam furnace selama 12 jam sebagai hasil dan dianalisa kadar vanadium pentaoksidanya dengan AAS.

Dalam larutan  $\text{NH}_3$  dengan konsentrasi tertentu kemudian dimasukkan  $\text{V}_2\text{O}_5$  dalam katalis bekas.  $\text{V}_2\text{O}_5$  dapat bereaksi dengan larutan  $\text{NH}_3$ , akan menghasilkan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  (*ammonium metavanadat*). Selanjutnya dengan pemanasan pada suhu  $450^\circ\text{C}$  akan terdekomposisi membentuk  $\text{V}_2\text{O}_5$  seperti reaksi berikut:

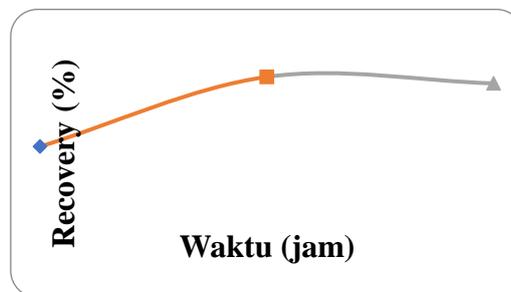


Penelitian yang dilakukan menggunakan katalis bekas dari industri asam sulfat Petrokimia Gresik Jawa Timur dengan proses *leaching single step* menggunakan larutan  $\text{NH}_3$  dan basis katalis bekas 40 g ( $\text{V}_2\text{O}_5$  5,89%) dengan *pretreatment* dan tanpa *pretreatment* dalam tangki teraduk. Proses kalsinasi dilakukan dengan memasukkan katalis bekas ke dalam cawan porselen. Kemudian dipanaskan di dalam tanur pada suhu  $450^\circ\text{C}$ . Waktu kalsinasi dihitung setelah mencapai suhu konstan.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Pengaruh Waktu terhadap % Recovery $\text{V}_2\text{O}_5$

Pengaruh waktu leaching terhadap % recovery  $\text{V}_2\text{O}_5$  disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 1. Pengaruh waktu terhadap % recovery  $\text{V}_2\text{O}_5$

Dari Gambar 1. menunjukkan kecenderungan % recovery  $\text{V}_2\text{O}_5$  semakin naik pada waktu *leaching* 12 dan 24 jam dengan % recovery  $\text{V}_2\text{O}_5$  terbaik yakni 48,4%. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu *leaching* maka semakin lama pula kontak yang terjadi antara larutan  $\text{NH}_3$  dengan  $\text{V}_2\text{O}_5$  ini mengakibatkan semakin banyak  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang terlarut dalam larutan  $\text{NH}_3$  sehingga % recovery  $\text{V}_2\text{O}_5$  semakin besar. Waktu kontak antara padatan dengan pelarut semakin lama dan laju perpindahan massa  $\text{V}_2\text{O}_5$  dari permukaan padatan ke pelarut semakin besar ditandai dengan besarnya persentase kadar  $\text{V}_2\text{O}_5$  terambil. Akan tetapi pada saat waktu 36 jam justru mulai menunjukkan penurunan. Ini menunjukkan bahwa pada waktu 36 jam, vanadium pentaoksida yang sebelumnya larut dalam  $\text{NH}_3$  kemungkinan akan terdesorpsi. Laju pertambahan kadar  $\text{V}_2\text{O}_5$  terambil untuk setiap interval waktu pengambilan sampel semakin lama semakin kecil, dan pada saat tertentu pertambahan kadar  $\text{V}_2\text{O}_5$  terambil tidak lagi signifikan. Hal ini secara tidak langsung menunjukkan gradien konsentrasi zat terlarut pada badan cairan atau pelarut hampir hilang atau dengan kata lain sudah mencapai kesetimbangan. Secara makroskopis, peristiwa perpindahan massa zat terlarut dari permukaan padatan ke badan cairan tidak signifikan lagi meskipun waktu ekstraksi ditambah. Menurut Laksmono (2002) bahwa kejenuhan pelarut

disebabkan daya larut terhadap solute berkurang semakin bertambahnya waktu, yang ditandai dengan menurunnya solute yang terambil oleh pelarut. Selain itu, lamanya waktu operasi memungkinkan  $V_2O_5$  yang terbentuk terdegradasi sehingga  $V_2O_5$  dalam ekstrak mengalami penurunan.

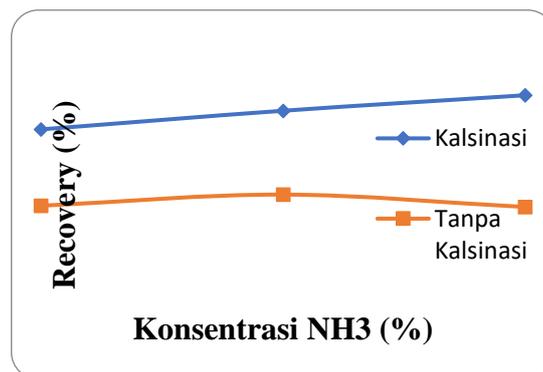
### 3.2 Pengaruh konsentrasi larutan $NH_3$ terhadap % recovery $V_2O_5$

#### 3.2.1 Leaching Tanpa Kalsinasi

Pengaruh konsentrasi larutan  $NH_3$  terhadap % recovery  $V_2O_5$  untuk leaching tanpa kalsinasi dan dengan kalsinasi disajikan pada Gambar 2.. Dari Gambar 2., menunjukkan kecenderungan kenaikan % recovery  $V_2O_5$ . Persen recovery terbaik untuk tanpa kalsinasi adalah 50,0%. Semakin besar konsentrasi solven ( $NH_3$ ) yang ditambahkan maka luas permukaan kontak antara molekul-molekul solut dan solven makin besar sehingga molekul-molekul solute lebih mudah larut dalam solven. Pada konsentrasi  $NH_3$  28% merupakan titik optimum. Kemudian pada konsentrasi  $NH_3$  30 % mulai menunjukkan penurunan % recovery  $V_2O_5$ . Ini disebabkan kemungkinan kemampuan larutan  $NH_3$  untuk melarutkan  $V_2O_5$  sudah jenuh sehingga dengan penambahan solven lebih besar tidak efektif lagi.

#### 3.2.2 Leaching Dengan Kalsinasi

Pengaruh *pretreatment* dengan kalsinasi pada suhu 450 °C yakni untuk membebaskan impuritis yang menempel pada katalis bekas sehingga kontak antara  $V_2O_5$  dengan pelarut akan lebih baik dan pada akhirnya % recovery  $V_2O_5$  akan lebih besar. Untuk melengkapi penelitian ini, telah dicoba melakukan percobaan ulang katalis bekas yang telah dikalsinasi, dan dicuci serta dikeringkan kembali. 40 g katalis bekas yang telah dikalsinasi *dileaching* dengan larutan amonia dengan konsentrasi berbeda dan *waktu leaching* 12 dan 24 jam. Sedang perbandingan jumlah katalis / larutan  $NH_3$  adalah tetap. Konsentrasi  $V_2O_5$  dalam *feed* sebelum *leaching* dan dalam residu setelah *leaching*, dianalisa.



**Gambar 2.** Pengaruh konsentrasi larutan  $NH_3$  terhadap % recovery  $V_2O_5$  tanpa kalsinasi dan dengan kalsinasi

Pengaruh konsentrasi larutan  $NH_3$  terhadap % recovery  $V_2O_5$  dengan kalsinasi disajikan pada Gambar 2. Dari Gambar 2, nampak bahwa % recovery  $V_2O_5$  terjadi fluktuasi kenaikan % recovery  $V_2O_5$ . Pada konsentrasi 20 % terjadi penurunan % recovery  $V_2O_5$ . Besarnya konsentrasi pelarut akan mempengaruhi daya untuk melarutkan solute. Konsentrasi yang besar mempengaruhi kelarutan dari pelarut, sehingga  $V_2O_5$  yang terkandung dalam katalis bekas sulit terekstrakl. Recovery  $V_2O_5$  terbesar yang dihasilkan adalah 50% pada konsentrasi pelarut  $NH_3$  20 % KOH

## 4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Larutan ammonia dapat digunakan untuk merecovery vanadium pentaoksida baik dengan kalsinasi maupun tanpa kalsinasi. Leaching dengan menggunakan kalsinasi dapat menurunkan kadar  $V_2O_5$  dalam residu
2. Proses leaching dengan menggunakan kalsinasi, memberikan hasil yang lebih tinggi (diperoleh % recovery vanadium pentaoksida adalah 82%) dibandingkan tanpa menggunakan kalsinasi (diperoleh % recovery vanadium pentaoksida adalah 50%)



3. Kondisi terbaik yang diperoleh untuk kalsinasi adalah waktu leaching 24 jam dan konsentrasi 25%. Leaching tanpa kalsinasi, untuk waktu leaching 24 jam pada konsentrasi  $\text{NH}_3$  28%

#### DAFTAR PUSTAKA

- Astro Tadeus, Imelda H. Silalahi, Endah Sayekti, Aladin Sianipar (2013) "Karakterisasi Katalis Zeolit-Ni Regenerasi Dan Tanpa Regenerasi Dalam Raksi Perengkahan Katalitik", JKK, volume 2 (1), halaman 24-29
- CRC Handbook of Chemistry and Physics and the American Chemical Society, CST Information Services Team, 1997.
- Chen, S and Manos, G., 2004, Study of Coke and Coke Precursors During Catalytic Cracking of n-hexane and 1-hexene Over Ultrastable Y Zeolite, *Catalysis Letters*, 96:195.
- Septiansyah, I., 2011 Handbook of Catalyst Manufacture, Setting Park Ridge, New Jersey, Usa, 1978.
- K. Van Bergeyk, "Procestecnologie" Twede druk Stam Tachnische Boeken, 1975.
- Marin S. Villarreal, B.I Kharisov, L.M. Torres-Martinez, and V.N. Elizondo et.al "Recovery of Vanadium and Molybdenum from spent Petroleum Catalyst of PEMEX", *Jurnal Industrial Engineering Chemical Research*. 1999, vol 38 hal 4624 - 4628
- Trisunaryanti, W., Triyono., dan Taufiyanti, F., 2002, Deaktivasi dan Regenerasi Katalis Cr/Zeorlit Alam Aktif untuk Proses Konversi Metil Isobutil Keton, *Gama Sains IV*