



Valuable Metals Extraction From Hydrocracking Spent Catalyst Using Citric Acid

Dewi Purnama Sari^{1*}, Ahmad Tawfiequrahman¹, Himawan Tri Bayu Murti Petrus^{1*},
Fika Rofiek Mufakir², Widi Astuti², Y Iskandar³, dan D Bratakusuma³

¹Sustainable Mineral Processing Riset Group, Departmen Teknik Kimia,
Universitas Gadjah Mada Jl. Grafika No. 2, Yogyakarta, Indonesia

²Balai Pengolahan Teknologi Mineral, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Jl. Ir. Sutami Km. 15, Tanjung Bintang, Lampung Selatan, Indonesia

³PT. Pertamina Tbk, UP Balongan, Jawa Barat, Indonesia

Email : dwprnmsr1@gmail.com bayupetrus@ugm.ac.id

Abstract

Hydrocracking spent catalyst is a hazardous residue produced in large quantities in petroleum refining industries, it contains non metals or metals which are important components for advanced material. Leaching is a hydrometallurgical process which is an effective technology for metal extraction from low grade metal sources with appropriate solvent, low processing cost and relatively low pollutant. The valuable metals extraction was conducted using both organic and anorganic acids. Temperature (90°C) and pH (1,5, 2) were varied to observed the performance of both acid with solid ratio of 1:20 in the atmosphere condition. Sample were analice using x-ray flourescence (XRF) before extraction and after extraction. From the result, it can be conducted which citric acid process ability to extract valuable metals as high as organic acid.

Keywords: hydrocracking spent catalyst, valuable metals, extraction metals, metal recovery

Pendahuluan

Valuable metals merupakan logam yang banyak berperan dalam berbagai sektor industri, seperti industri baja, petrokimia dan petroleum (Zeng L dan Cheng C Y, 2009). Valuable metals banyak didapatkan dari industri pertambangan mineral melalui eksplorasi. Indonesia memiliki potensi cadangan mineral yang cukup besar, tetapi mineral merupakan sumber daya alam tidak terbarukan, sedangkan permintaan akan valuable metal akan terus meningkat setiap tahunnya. Solusi alternatif dari penanggulangan permintaan valuable metals yang tinggi, yaitu salah satunya pengolahan logam dari proses siklus ulang (end of life products) atau lebih dikenal dengan urban mining (Barakos G, dkk, 2016).

Hydrocracking spent catalyst merupakan limbah dari industri petroleum. Hydrocracking catalyst digunakan secara ekstensif pada industri minyak bumi untuk produksi bahan bakar bersih dari sulingan minyak bumi dan residu (Marafi, 2008). Hydrocracking catalyst terdiri dari material non logam maupun logam dengan kandungan rata-rata logam tanah jarang (kebanyakan lanthanum) sebanyak 2% (Matsul dan Kozlowskaya, 2015). Kandungan logam berat yang masih terdapat pada hydrocracking spent catalyst membuatnya diklasifikasikan sebagai limbah padat yang berbahaya menurut United States Environment Protection Agency (USEPA) sehingga pengolahan spent catalyst menjadi sesuatu yang dianjurkan (Oza R dan Patel S, 2012).

Metode ekstraksi merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk recovery valuable metals. Metode ini termasuk dalam proses hydrometalurgy yang memiliki keunggulan seperti kemudahan operasi berkelanjutan, kondisi operasi rendah, lebih ekonomis untuk penanganan logam dari berbagai sumber (Zeng, L dan Cheng, C, Y., 2009). Ekstraksi valuable metals merupakan hal yang dipengaruhi oleh berbagai parameter diantaranya jenis reagen yang digunakan, konsentrasi larutan, pH larutan, suhu ekstraksi, waktu ekstraksi dan kecepatan pengadukan. Hal itu mendorong dilakukannya beberapa macam penelitian untuk mengetahui pengaruh dari setiap parameter terhadap efisiensi ekstraksi (Baral, dkk., 2014).

Pemilihan jenis asam sangat mempengaruhi hasil ekstraksi. Kebanyakan ekstraksi spent catalyst menggunakan asam anorganik yaitu asam sulfat dan asam klorida dengan hasil recovery Ni 19 % dan Fe 33% (Astuti W, dkk,



2017). Penelitian yang dilakukan oleh Yan, Y., dkk. (2014) menyimpulkan pada pH yang sama, *recovery* asam organik lebih tinggi

Penelitian ini menggunakan metode *hydrometallurgy* untuk mengekstrak *valuable metals* dari *hydrocracking spent catalyst* yang berasal dari PT Pertamina Tbk. Ekstraksi menggunakan asam organik (asam sitrat dan asam asetat) dan asam anorganik (asam sulfat dan asam klorida) dengan beberapa parameter untuk mempelajari proses ekstraksi.

Metode Penelitian

Hydrocracking spent catalyst yang digunakan berasal dari PT Pertamina Tbk. Balongan berbentuk serbuk halus . Analisis awal sampel menggunakan X-ray florescence (PANalytical Epsilon3rd) . Tabel 1 menunjukkan komposisi awal sampel.

Tabel 1. Komposisi awal sampel *hydrocracking spent catalyst* dengan XRF

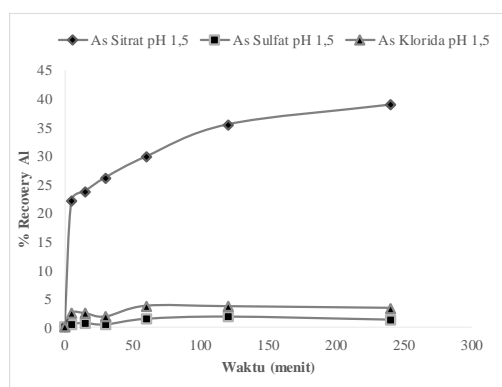
Komponen	Al	Si	La	Ni	Fe	Ti	Mn	Ca	Co	Zn
% Berat	33,514	43,331	9,178	6,155	2,789	1,387	1,220	0,550	0,307	0,085

Ekstraksi di lakukan dalam labu leher tiga yang dipanaskan menggunakan *waterbath* untuk mengontrol waktu reaksi. Labu leher tiga dilengkapi dengan pengaduk dan pendingin balik untuk mengurangi kehilangan larutan karena penguapan. Larutan asam dimasukkan kedalam labu leher tiga dan dipanaskan hingga mencapai suhu yang diinginkan dengan kecepatan pengadukan yang ditentukan. Setelah suhu operasi tercapai, sampel dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Waktu pemasukkan sampel *hydrocracking spent catalyst* ini akan tercatat sebagai waktu ke-0. Sampel yang diambil kemudian dipisahkan antara fase padat dengan fase cair dengan menggunakan *centrifuge*. Filtrat yang terbentuk kemudian diambil dengan menggunakan *syringe filter* untuk memastikan tidak ada residu padatan yang terbawa kedalam filtrat, selanjutnya sampel yang tersaring kemudian disimpan untuk diuji menggunakan X-ray florescence (PANalytical Epsilon3rd) untuk mengetahui konsentrasi dari *valuable metals*.

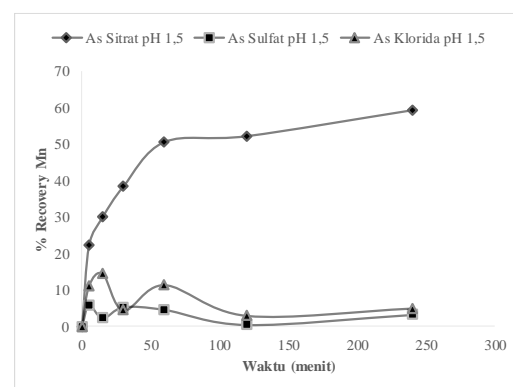
Hasil dan Pembahasan

Pengaruh Jenis Asam dan pH larutan

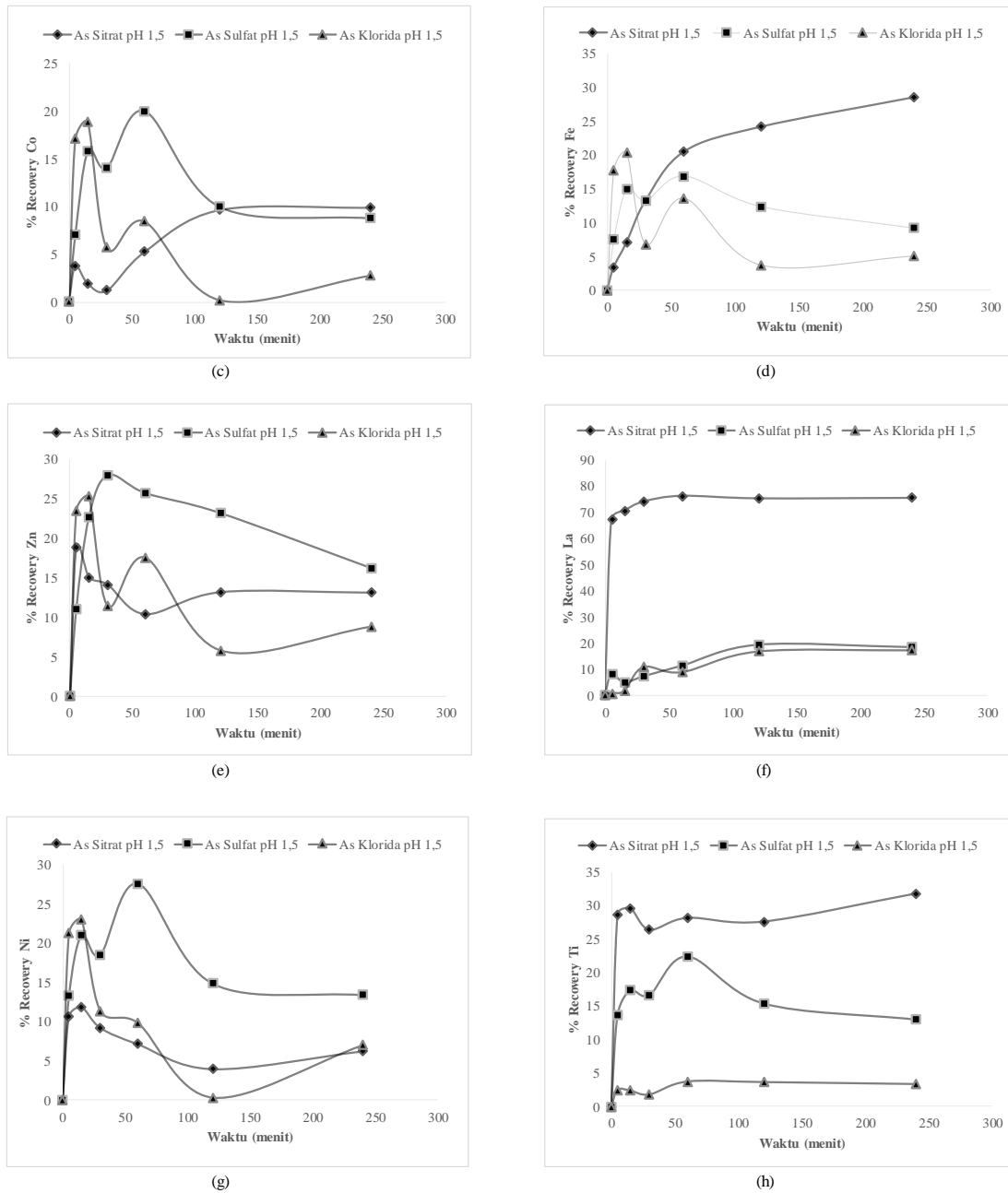
Pemilihan asam sangat berpengaruh pada hasil ekstraksi logam. Pengaruh jenis asam diamati dengan membandingkan asam organik (asam sitrat) dan asam anorganik (asam sulfat dan asam klorida) terhadap hasil *recovery*. Ekstraksi dilakukan pada suhu (90 C), periode ekstraksi (4 jam), kecepatan pengadukan (200 rpm), densitas pulp (20% w/v) dan ukuran partikel +200. Hasilnya terlihat pada Gambar 1. Pada pH yang sama (1,5), asam sitrat menghasilkan peningkatan jumlah *recovery* yang cukup signifikan dibandingkan dengan asam sulfat ataupun asam klorida pada beberapa logam tertentu seperti Al, Mn, Fe, Ti dan La, sedangkan untuk logam Co, Ni dan Zn mengasilkan nilai *recovery* yang lebih rendah dengan menggunakan asam sitrat. Hal ini disebabkan oleh selektivitas asam dalam merecovery logam tertentu. Pembentukan senyawa kompleks pada asam sitrat menghasilkan nilai *recovery* yang cenderung stabil dibandingkan dengan asam sulfat ataupun asam klorida.



(a)

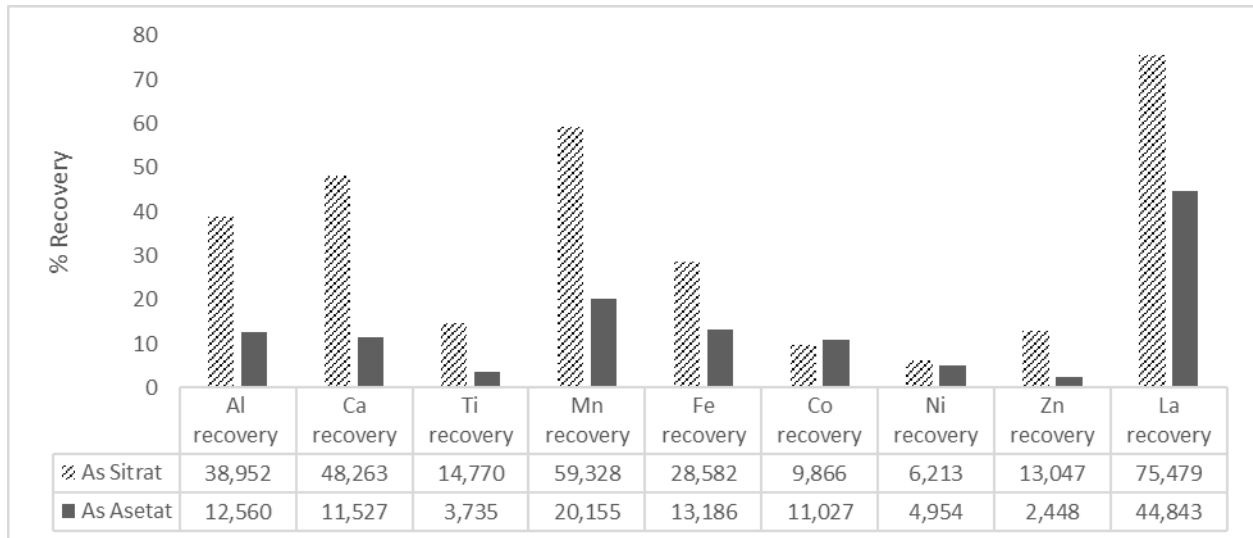


(b)



Gambar 1. Pengaruh jenis asam terhadap hasil recovery logam (a) Al, (b) Mn, (c) Co, (d) Fe, (e) Zn, (f) La, (g) Ni, (h) Ti (pH : 1,5 : T : 90 , t : 4jam)

Penelitian ini menggunakan asam sitrat dan asam asetat dengan pH asam 2, suhu ekstraksi (90 C), waktu ekstraksi (4 jam), kecepatan pengadukan (200 rpm), densitas pulp (20% w/v) dan ukuran partikel +200, untuk melihat apakah performance asam sitrat dalam mengestrak logam lebih baik dari pada asam asetat. Hasilnya terlihat pada Gambar 2. Pada kondisi operasi yang sama, asam sitrat menghasilkan jumlah recovery logam yang sangat baik dibandingkan dengan asam asetat. Hal ini disebabkan karena asam sitrat merupakan asam organik dengan jumlah pKa yang lebih tinggi, sehingga memiliki kemampuan disosiasi asam yang sangat baik dibandingkan dengan asam organik lainnya.



Gambar 2. Perbandingan asam sitrat dan asam asetat terhadap hasil *recovery* logam

Kesimpulan

Melihat dari hasil *recovery*, asam sitrat memiliki kemampuan mengekstrak logam lebih baik dari pada asam anorganik (asam sulfat dan asam klorida) dan asam organik lainnya. Hasil *recovery* logam dengan asam sitrat yaitu Al 38%, Ti 31%, Mn 59%, Fe 28%, Co 10%, Ni 12%, Zn 19% dan La 76%. Dari semua logam, La memiliki hasil *recovery* yang lebih tinggi sehingga ekstraksi La menarik untuk di pelajari lebih lanjut.

Ucapan Terima Kasih

Penulis sampaikan ucapan terima kasih sebesar-besarnya kepada Penelitian Kerja Sama Luar Negeri dan Publikasi Internasional (PKLN) atas pendanaannya yang sudah di berikan untuk penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Astuti W, Prilitasari N M, Iskandar Y, Brataksuma D, Petrus HTBM. Leaching behavior of lanthanum, nickel and iron from spent catalyst using inorganic acids. *Materials Science and Engineering* 2018 (285) 012007.
- Baral S S, Shekar K R, Sharma M, P.V. Rao. Optimization of Leaching Parameters for the Extraction of Rare Earth Metal Using Decision Making Method. *Journal of Hydrometallurgy* 2014 (143) 60-67.
- Barakos G, Gutzmer J, Mischo H. Strategic Evaluations and Mining Process Optimization Towards a Strong Global REE Supply. *Central Mining inst*, 2016 (15) 26-35.
- Marafi M, Stanislaus A. Spent hydroprocessing catalyst management: A review Part II. *Advances in metal recovery and safe disposal methods. Resources, Conservation and Recycling* 2008 (53) 1-26.
- Martsul V N, Kozlowskaya I Yu. Recovery of Lanthanum from Acid Leaching Solutions of Spent Cracking Catalyst. *Russian Journal of Applied Chemistry* 2015; 88 (10) 1589-1593.
- Oza R, Patel S. Recovery of Nickel from Spent Ni/Al₂O₃ Catalysts using Acid Leaching. *Chelation and Ultrasonication. Research Journal of Recent Sciences* 2012 (1) 434-443
- Yan Y, G. Jianlei W, Jianpin, L. Bei. Effect of Inorganic and Organic Acid on Heavy Metals Leaching in Contaminated Sediment, China University of Mining and technology Press 2014.
- Zeng L, Cheng, C.Y. A literature review of the recovery of molybdenum and vanadium from spent hydrodesulphurisation catalysts: Part II: Separation and purification. *Hydrometallurgy* 2009 (98) 10-20.



Lembar Tanya Jawab

Moderator : **Erlinda Ningsih (Teknik Kimia ITATS Surabaya)**
Notulen : **Briana Bellis Linardy (UPN "Veteran" Yogyakarta)**

- 1 Penanya : Andy Chandra (Universitas Parahyangan)
Pertanyaan :
 - Apakah sudah dilakukan analisis SEM untuk melihat posisi/kondisi logam yang terdapat pada spent catalyist?
 - Penggunaan panas apakah ada referensi untuk kandungan metalnya?
 - Apakah setelah diekstrak langsung berpisah?Jawaban :
 - Untuk SEM belum ada, tetapi ada hasil XRD yang menampilkan mineral oksida kemudian Ni tidak dapat recovery yang baik.
 - Untuk penelitian SRD sudah pernah dilakukan dan biasanya logam oksida. Untuk pH melihat dari grafik untuk setiap jenis logam.
 - Ekstraksi awal ini belum sampai proses separasi. Perlu tahap lebih lanjut.
- 2 Penanya : Vincensius Prasetyo Adi (UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan : Setelah kondisi operasi divariasikan, apakah recovery hasil dapat lebih tinggi?
Jawaban : Pengambilan variabel melihat dari referensi dan mengambil titik optimumnya.

