

## Pengambilan Kembali Vanadium Pentaoksida dari Katalis Vanadium Bekas

Lienda Aliwarga\*<sup>1)</sup>, Tatang Hernas Soerawidjaja<sup>1)</sup>, Agnes Veronica Victoria<sup>1)</sup>, Reynard<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Program Studi Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung, Jl. Ganesha no.10, Bandung 40132

[lienda@che.itb.ac.id](mailto:lienda@che.itb.ac.id), [tatanghs@che.itb.ac.id](mailto:tatanghs@che.itb.ac.id), [agnesveronica908@gmail.com](mailto:agnesveronica908@gmail.com), [reyfasio@gmail.com](mailto:reyfasio@gmail.com)

### Abstrak

Katalis vanadium bekas diperkirakan akan menjadi salah satu sumber utama persediaan vanadium di masa mendatang. Hasil analisis vanadium dalam katalis vanadium bekas menunjukkan bahwa kadar  $V_2O_5$  nyamasih cukup banyak untuk diambil dan diolah kembali. Dalam penelitian ini, suatu prosedur telah dikembangkan untuk mengeskraksi vanadium dari katalis vanadium bekas berdasarkan prosedur yang dikembangkan oleh peneliti terdahulu. Katalis vanadium bekas uji coba prosedur menunjukkan bahwa metode gabungan ekstraksi vanadium dari katalis vanadium bekas menggunakan pelarut basa  $Na_2CO_3$  dan  $H_2O_2$  pada umpan (tahap ekstraksi pertama) dan  $NaOH$  (tahap ekstraksi kedua) yang diikuti dengan netralisasi filtrat dengan asam  $H_2SO_4$  merupakan prosedur terbaik. Lebih lanjut, terdapat tiga variabel yang sangat berpengaruh dalam pengambilan kembali vanadium dari katalis vanadium bekas, yang ditandai dengan nilai *probability of being active* di atas 50%. Ketiga variabel tersebut adalah temperatur pengadukan pada tahap ekstraksi II, penambahan larutan  $H_2O_2$  di umpan dan waktu pengadukan pada tahap ekstraksi I dengan nilai *probability of being active* secara berturut-turut sebesar 100%, 86%, dan 56%. Untuk mendapatkan perolehan vanadium yang lebih tinggi perlu diadakan penelitian lanjutan yang mengoptimalkan variabel-variabel tersebut.

Kata kunci: vanadium, oksida, ekstraksi, katalis

### 1. Pendahuluan

Vanadium merupakan logam lunak dengan struktur yang kuat dan tahan terhadap korosi (Mohanty, Rath, Bhattacharya, & Paramguru, 2011). Senyawa-senyawa vanadium memiliki banyak manfaat di berbagai industri metalurgi, material, dan kimia (R & Alfanzam, 2003; Mase, et al., 2013; Liu, et al., 2016), namun hampir 85% penggunaan vanadium adalah sebagai zat aditif baja (Erust, et al., 2016). Di sisi lain, senyawa oksida vanadium juga banyak didayagunakan, sebagai contoh vanadium pentaoksida ( $V_2O_5$ ) yang dijadikan bahan katalis dalam berbagai proses kimia di industri, terutama dalam proses kontak di industri asam sulfat (Douglas & Louie, 2005).

Karena kebutuhan vanadium semakin meningkat sedangkan ketersediaannya kian menyusut, diperlukan sumber alternatif untuk memperoleh vanadium (Shao, et al., 2009). Dengan mempertimbangkan pemanfaatan utama vanadium sebagai katalis industrial, maka katalis vanadium bekas merupakan salah satu sumber vanadium yang paling potensial (Erust, et al., 2016). Menariknya, katalis vanadium bekas masih mengandung vanadium sebanyak 1-12%-massa (Zeng & Cheng, 2009). Katalis vanadium sebenarnya dapat mencapai umur efektif sampai 20 tahun, namun berbagai masalah proses atau kesalahan operasional dapat menyebabkan katalis tidak lagi reaktif sehingga harus diganti. Limbah katalis vanadium termasuk ke dalam limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) menurut Undang-Undang Nomor 32 tahun 2009 sehingga dapat menimbulkan masalah lingkungan (Ifa & Nurjannah, 2017). Dengan demikian, pemanfaatan vanadium dari katalis vanadium bekas tidak hanya menguntungkan secara ekonomi namun juga bermanfaat sebagai pencegahan masalah lingkungan (Zeng & Cheng, 2009).

Beberapa tahun terakhir, berbagai proses hidrometalurgi dan pirometalurgi dikembangkan untuk memperoleh kembali logam-logam yang memiliki nilai ekonomis seperti vanadium dari katalis vanadium bekas (Nguyen & Lee, 2014; Erust, et al., 2016; Nagib & Abdel Hameed, 2017; da Cruz Deniz, Valt, Kaminari, de Santana Ponte, & de Araújo Ponte, 2018; Kim, Moon, Choi, Lee, & Jyothi, 2018). Proses-proses tersebut umumnya meliputi pembakaran, ekstraksi padat-cair dengan larutan asam basa, peleburan, klorinasi anhidrat, *bioleaching*, dan pembakaran garam diikuti dengan pencucian dengan air. Untuk ekstraksi vanadium, pembakaran yang diiringi penambahan  $Na_2CO_3$  dilanjutkan dengan pencucian dengan air. Hal ini merupakan salah satu pilihan yang tepat karena vanadium dapat terekstrak secara selektif dari aluminium. Setelah ekstraksi padat-cair, pemurnian logam dapat dilakukan dengan pemisahan konvensional seperti presipitasi, ekstraksi pelarut, penukar ion, dan adsorpsi (Zeng & Cheng, 2009).

Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi danmendapatkan tata cara yang lebih efektif dan efisien dalam mengekstraksi vanadium pentaoksida dari katalis vanadium bekas. Lebih lanjut, eksperimen meliputi perbandingan hasil uji coba berbagai metode ekstraksi vanadium dan kemudian dipilih satu prosedur yang memberikan hasil paling baik. Setelah itu, kami melakukan penyidikan variabel-variabel yang paling berpengaruh terhadap perolehan vanadium pentaoksida di dalam prosedur ekstraksi terpilih.

#### Info Makalah:

Dikirim : 11-25-2018;

Revisi 1 : 12-06-2018;

Revisi 2 : 12-18-2018;

Diterima : 12-21-2018.

#### Penulis Korespondensi:

Telp : +6222-2500-989

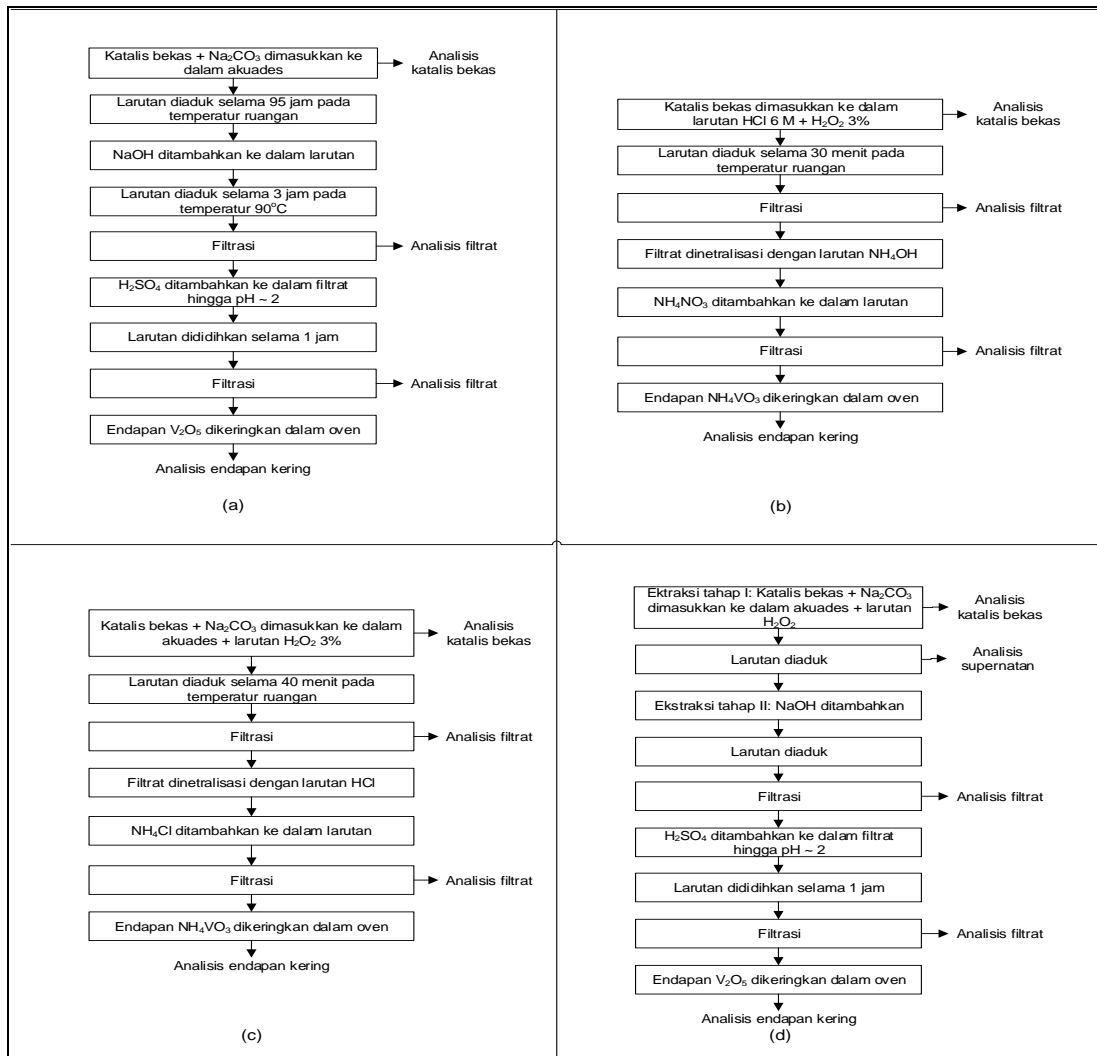
e-mail : [lienda@che.itb.ac.id](mailto:lienda@che.itb.ac.id)

2. Metode

Percobaan yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi uji coba ekstraksi vanadium pentaoksida dari katalis vanadium bekas dengan menggunakan prosedur-prosedur dari Budiu dkk. (1982), Kurozawa dkk. (1980) dan Rokukawa dkk. (1983) yang ditunjukkan secara berturut-turut pada Gambar 1a, 1b, dan 1c. Berdasarkan prosedur-prosedur tersebut, prosedur baru dikembangkan untuk menghasilkan konsentrasi vanadium yang lebih tinggi (Gambar 1d). Selain itu, percobaan dilakukan untuk menyelidiki variabel-variabel yang paling berpengaruh terhadap perolehan vanadium pentaoksida di dalam prosedur ekstraksi yang dianggap paling baik .

a. Uji coba prosedur

Pada tahap ini, percobaan-percobaan ekstraksi vanadium pentaoksida dari katalis vanadium bekas untuk proses kontak di PT. Petrokimia Gresik dilakukan dengan menggunakan tiga prosedur yang telah disebutkan sebelumnya. Hasil yang diperoleh dari setiap percobaan dibandingkan dan kemudian dikembangkan menjadi suatu prosedur baru seperti yang tertera pada Gambar 1d. Prosedur dalam Gambar 1d inilah yang kemudian ditelaah secara eksperimental di dalam penelitian berikutnya.



Gambar 1. Prosedur ekstraksi vanadium yang (a) diusulkan Budiu dkk. (1982), (b) diusulkan Kurozawa dkk. (1980), (c) diusulkan Rokukawa dkk. (1983), dan (d) terpilih

b. Percobaan penyaringan variabel

Berdasarkan prosedur pada Gambar 1d, variabel-variabel yang mungkin berpengaruh terhadap perolehan vanadium pentaoksida adalah (1) pada tahap ekstraksi I: konsentrasi larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dalam umpan, penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, waktu dan temperatur pengadukan, dan (2) pada tahap ekstraksi II: jumlah NaOH yang ditambahkan, serta waktu dan temperatur pengadukan.

Untuk menyelidiki variabel-variabel mana yang sebetulnya berpengaruh terhadap perolehan, percobaan dilakukan dengan metode *Plackett-Burman* (Halland, 1989). Percobaan ini dirancang untuk menguji efek 7 variabel hanya dengan 8 tempuhan seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 2.

Tabel 2. Level Nilai-Nilai Variabel Dalam Rancangan Percobaan Penyaringan Variabel Menurut Plackett-Burman

Variabel	Tempuhan							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
1	-	-	-	+	-	+	+	+
2	-	-	+	-	+	+	+	-
3	-	+	-	+	+	+	-	-
4	+	-	+	+	+	-	-	-
5	-	+	+	+	-	-	-	+
6	+	+	+	-	-	-	+	-
7	-	-	+	+	+	-	+	-
Identifikasi Variabel								
Variabel					+	-		
1	Konsentrasi larutan Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> di umpan				25 g	5 g		
2	Penambahan larutan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> di umpan				+	-		
3	Waktu pengadukan tahap ekstraksi I				3 jam	1 jam		
4	Temperatur tahap ekstraksi I				t = 60°C	t = 25°C		
5	Jumlah NaOH yang ditambahkan				10 g	2 g		
6	Waktu Pengadukan tahap ekstraksi II				3 jam	1 jam		
7	Temperatur Pengadukan tahap ekstraksi II				t = 90°C	t = 60°C		

**c. Prosedur analisis dan pengolahan data**

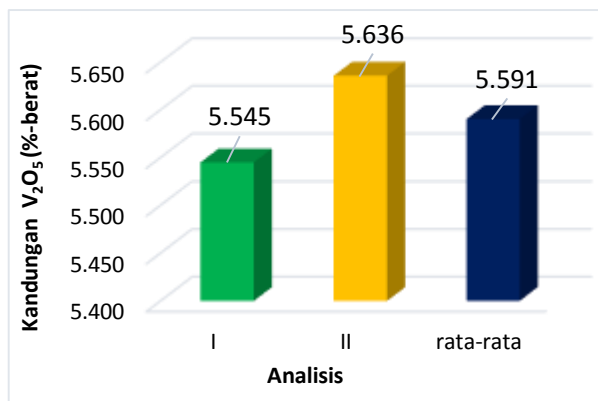
Pengamatan selama percobaan dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Pengamatan kualitatif dilakukan untuk mengetahui jumlah vanadium dalam aliran proses. Hasil pengamatan menunjukkan data warna, baik untuk larutan filtrat maupun produk. Hal ini penting karena warna endapan berkaitan dengan mutu produk.

Kadar vanadium ditentukan melalui metode volumetrik dengan titrasi redoks dalam asam nitrat panas. Data kuantitatif ini berisi informasi jumlah vanadium sebagai V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dalam tiap alur aliran proses yang selanjutnya digunakan untuk menghitung persentase (derajat) perolehan kembali vanadium, yang merupakan tolok ukur keberhasilan proses pengambilan kembali vanadium dari katalis vanadium bekas. Pada percobaan penyaringan variabel diperoleh data persentase perolehan vanadium untuk tiap-tiap tempuhan. Kemudian, harga persentase perolehan vanadium ini akan menjadi respons terpilih untuk menghitung efek rata-rata tiap variabel.

**3. Hasil dan Pembahasan**

**a. Analisis kandungan vanadium dalam katalis vanadium bekas**

Hasil analisis kadar vanadium dari katalis vanadium bekas yang digunakan ditampilkan pada Gambar 2. Nilai kadar vanadium yang diperoleh dalam penelitian ini bersesuaian dengan hasil yang diperoleh dari percobaan terdahulu (Rokukawa, 1983). Secara umum, kadar V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dalam katalis vanadium bekas ini lebih besar daripada dalam pasir besi (0,5-2%) yang selama ini lazim dimanfaatkan sebagai sumber vanadium.



Gambar 2. Hasil Analisis Kadar Vanadium dalam Katalis vanadium bekas

**b. Uji coba prosedur**

Prosedur yang diuji merupakan metode yang diusulkan oleh Budi dkk. (1982), Kurozawa dkk. (1980) dan Rokukawa dkk. (1983). Kondisi yang perlu diperhartikan untuk tiap prosedur meliputi umpan, temperatur, dan waktu pengadukan yang disajikan pada Tabel 3, dan hasilnya disajikan pada Tabel 4.

Tabel 3. Kondisi Tiap Prosedur Ekstraksi

Prosedur	Umpan	Temperatur Pengadukan	Waktu Pengadukan
Budiu dkk. - Ekstraksi I - Ekstraksi II	Katalis : $\text{Na}_2\text{CO}_3$ : $\text{H}_2\text{O}$ = 10 : 1 : 50 Hasil Ekstraksi I + 2 g NaOH p.a	25°C 90°C	1 dan 18 jam 0,5 dan 3 jam
Kurozawa dkk.	Katalis : $\text{HCl}$ 6M = 1 : 2 + 10 mL $\text{H}_2\text{O}_2$ 3%	25°C	30 menit
Rokukawa dkk.	Katalis : $\text{Na}_2\text{CO}_3$ : $\text{H}_2\text{O}$ = 1 : 8 : 50 + 10 mL $\text{H}_2\text{O}_2$ 3%	25°C	40 menit dan 1 jam

Tabel 4. Hasil Uji Prosedur Ekstraksi

Indikator yang diukur	Prosedur yang digunakan					
	Budiu dkk.		Kurozawa dkk.		Rokukawa dkk.	
Jumlah $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam umpan (mg)	2795	2795	1118	1118	257,75	300,19
Jumlah $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam filtrat I prosedur Budiu dkk. (mg)	992,75	689,5583	-	-	-	-
Recovery $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam filtrat I terhadap umpan	35,52%	24,67%				
Jumlah $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam filtrat akhir (mg)	1985,491	2217,769	743,47	781,832	225,46	277,096
Recovery $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam filtrat terhadap umpan	71,04%	79,35%	66,50%	69,93%	87,47%	92,31%
Jumlah $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam produk (mg)	1185	932,30	237,17	252,14	tidak terbentuk endapan	
Kandungan $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam produk	74,04%	82,26%	48,50%	38,71%		
Recovery $\text{V}_2\text{O}_5$ dalam produk terhadap filtrat	59,67%	42,04%	31,90%	32,25%		
Recovery $\text{V}_2\text{O}_5$ total terhadap umpan	42,39%	33,36%	21,21%	22,55%		

Secara garis besar, semua prosedur di atas terdiri dari dua tahap, yaitu tahap ekstraksi vanadium dari katalis vanadium bekas dan tahap pengendapan hasil vanadium yang terekstrak. Pada tahap ekstraksi,  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang terdapat dalam katalis pindah-larut ke larutan pengekstraksi. Jumlah  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang dapat pindah-larut tergantung dari kelarutan  $\text{V}_2\text{O}_5$  dalam pelarut maupun laju pelarutannya. Prosedur Budiu dkk. menggunakan pelarut  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pada tahap ekstraksi I dan dilanjutkan ke tahap ekstraksi II dengan menambahkan NaOH ke dalam suspensi ekstraksi I tersebut. Prosedur Rokukawa dkk. juga menggunakan pelarut  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , sedangkan prosedur Kurozawa dkk. menggunakan larutan HCl pekat. Hasil analisis menunjukkan bahwa jumlah  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang paling banyak dapat diambil dari katalis adalah dengan menggunakan prosedur Rokukawa dkk., yaitu sebesar 92,31%.

Prosedur Budiu dkk. yang menggunakan pelarut yang sama ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) memberikan hasil yang lebih kecil, yaitu 35,52%. Konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang digunakan pada prosedur Budiu dkk. adalah 20g/L, sedangkan pada prosedur Rokukawa dkk. adalah sebesar 160 g/L. Konsentrasi pelarut yang lebih besar menghasilkan jumlah  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang lebih banyak. Di lain pihak, penambahan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  pada prosedur Rokukawa dkk. dapat mengoksidasi vanadium hingga valensinya +5 sehingga jumlah  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang dapat larut lebih besar.

Tahap pengendapan  $\text{V}_2\text{O}_5$  dari larutan ekstrak pada ketiga prosedur dilakukan dengan cara yang berbeda, yaitu:

- Prosedur Budiu dkk. menggunakan sifat  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang diendapkan pada kondisi asam (pH = 2 – 3)
- Prosedur Kurozawa menggunakan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk menghasilkan padatan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$
- Prosedur Rokukawa menggunakan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  untuk menghasilkan padatan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$

Hasil percobaan menunjukkan bahwa prosedur Budiu dkk. dapat mengendapkan  $\text{V}_2\text{O}_5$  paling banyak, yaitu 59,67% dari jumlah  $\text{V}_2\text{O}_5$  dalam larutan ekstrak. Sementara itu, prosedur Kurozawa dkk. hanya memberikan hasil 31,9%. Meskipun pada uji coba prosedur Rokukawa dkk.,  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang dapat larut adalah terbanyak, senyawa ini tidak membentuk endapan walaupun jumlah  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang ditambahkan sangat berlebih. Kegagalan pengendapan ini mungkin disebabkan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  yang masih di bawah batas kelarutan jenuhnya, akibat perbandingan jumlah pelarut terhadap katalis yang terlalu besar pada tahap ekstraksi.

### c. Pemilihan prosedur

Pemilihan prosedur didasarkan pada tingkat unjuk kerja prosedur dan konsekuensi biaya dan kemudahan penanganan pelarut yang digunakan. Berdasarkan kriteria di atas maka dapat disimpulkan bahwa:

- Prosedur Rokukawa dkk. berunjuk kerja paling baik pada tahap ekstraksi. Meskipun demikian, vanadium yang terekstrak tidak dapat diendapkan. Prosedur ini juga kurang ekonomis karena menggunakan pelarut  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang sangat banyak dibandingkan dengan prosedur Budiu dkk.
- Prosedur Kurozawa dkk. menghasilkan perolehan ekstraksi sebesar 69,9%. Namun, hasil ini paling kecil jika dibandingkan dengan prosedur lainnya. Selain itu, pelarut yang digunakan (HCl 6N) bersifat sangat korosif.

- Prosedur Budi dkk. secara keseluruhan menunjukkan unjuk kerja yang baik. Tahap ekstraksi menghasilkan perolehan  $V_2O_5$  yang cukup tinggi dan sebagian besar  $V_2O_5$  yang terekstrak dapat diendapkan. Jumlah pelarut yang diumpankan relatif lebih sedikit dibandingkan dengan prosedur Rokukawa dkk.

Uji coba prosedur di atas menunjukkan bahwa prosedur Budi dkk. dengan modifikasi penambahan larutan  $H_2O_2$  di umpan akan menjadi prosedur terbaik untuk mengambil vanadium dari katalis vanadium bekas. Gagasan penambahan  $H_2O_2$  didasarkan pada hasil uji coba prosedur Rokukawa dkk. yang memberikan perolehan vanadium yang tinggi. Prosedur yang dikembangkan ditampilkan Gambar 2 dan dikaji lebih lanjut secara eksperimental dalam studi penyingkapan variabel.

**d. Hasil penyingkapan variabel**

Telaah eksperimental penyingkapan variabel difokuskan pada tahap ekstraksi. Hal ini dikarenakan perolehan vanadium pada tahap ini akan menentukan jumlah maksimum vanadium yang dapat diproduksi dalam tahap pengendapan. Lebih lanjut, semakin tinggi perolehan pada tahap ekstraksi maka potensi produksi dalam tahap pengendapan akan semakin besar. Hasil percobaan penyingkapan variabel berdasarkan rancangan percobaan pada Tabel 1 disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil Penyingkapan Variabel

Data	Tempuhan							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
<b>Umpan</b>								
$\sum V_2O_5$	2795	2795	2795	2795	2795	2795	2795	2795
<b>Filtrat I</b>								
Warna	Kuning kehijauan	Bening	Kuning	Kuning muda	Jingga terang	Kuning pucat	Jingga terang	Jingga
$\sum V_2O_5$	992,75	971,11	1153,2	1837,31	1798,22	1740,03	1563,67	1533,71
%-recovery	35,52	34,74	41,26	65,74	64,34	62,26	55,95	54,87
<b>Filtrat II</b>								
Warna	Bening	Bening	Kuning muda	Bening	Kuning muda	Kuning muda	Kuning muda	Bening
$\sum V_2O_5$	1355,48	1962,04	2071,86	1915,49	1993,67	1840,03	1974,13	1674,85
%-recovery	48,5	70,2	74,13	68,53	71,33	65,83	70,63	59,92
<b>Endapan</b>								
Warna	Coklat	Coklat	Coklat	Coklat kemerahan	Coklat	Coklat	Coklat kemerahan	Coklat
berat	4055,69	1793,6	2249,4	3097,95	1423,2	378,3	1601,8	3420,35
$\sum V_2O_5$	1162,86	849,91	1492,26	1507,46	1061,05	202,47	1047,75	828,87
%-b $V_2O_5$	28,67	47,39	66,34	48,66	74,55	53,52	65,61	24,23
%-rec terhadap filtrat II	85,79	43,32	72,03	78,7	53,22	11	53,07	49,4
%-recovery	41,61	30,41	53,39	53,93	37,96	7,24	37,49	29,66
<b>Filtrat III</b>								
Warna	Coklat kemerahan	Kuning	Kuning	Kuning muda	Jingga muda	Hijau	Coklat kemerahan	Kuning muda
$\sum V_2O_5$	73,64	380,19	30,91	28,36	31,27	1047,29	237,82	376,37

Respons yang dipilih untuk melihat pengaruh tiap variabel adalah perolehan vanadium pada filtrat akhir ekstraksi (filtrat II). Selain itu juga dilihat pengaruh variabel 1,2,3 dan 4 terhadap perolehan vanadium pada cairan supernatan ekstraksi I. Hasil perhitungan efek variabel 1,2,3 dan 4 dapat dilihat pada Tabel 6. Variabel 1, 2 3 dan 4 merupakan variabel pada tahap ekstraksi I. Hasil perhitungan efek variabel tersebut dari perolehan vanadium di cairan supernatan ekstraksi I menunjukkan variabel I mempunyai efek yang paling besar disusul variabel 3, 2 dan 4.

Tabel 6. Efek Variabel 1, 2, 3, dan 4 terhadap Perolehan Vanadium di Supernatan Ekstraksi I

Variabel	E+	E-	En
1. Konsentrasi larutan $Na_2CO_3$ di umpan [20-100 g/L]	238,81	175,86	15,74
2. Penambahan larutan $H_2O_2$ di umpan [0-2 %-v]	223,80	190,87	8,23
3. Waktu pengadukan tahap ekstraksi I [1-3 jam]	227,07	187,60	9,87
4. Temperatur pengadukan tahap ekstraksi I [60-90°C]	206,85	207,82	-0,24

Konsentrasi larutan  $Na_2CO_3$  berpengaruh pada jumlah  $V_2O_5$  yang terekstrak karena daya melarutkan vanadium dari fase cair akan membesar dengan makin banyaknya  $Na_2CO_3$  terlarut. Selain itu, waktu pengadukan berhubungan

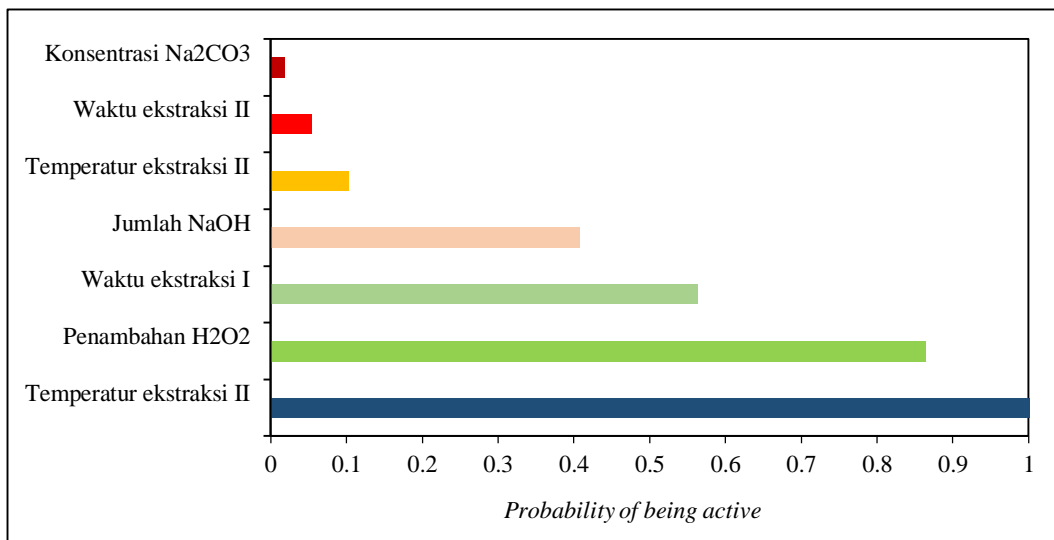
erat dengan laju pemindah-larutan dari fase padat (katalis) ke fase cair. Prosedur Budiudkk. menyebutkan waktu pengadukan untuk tahap ekstraksi ini adalah 95 jam. Halini berarti bahwa laju pemindah-larutan vanadium relatif lambat. Hasil di atas menunjukkan bahwa semakin besar waktu pengadukan, maka vanadium yang dapat diambil akan lebih banyak; ini berarti usulan waktu pengadukan dari Budiud tersebut memang benar. Namun tentu saja, masih perlu dicari waktu optimum pengadukan untuk tahap ekstraksi ini, karena waktu ekstraksi 95 jam dirasakan terlalu lama. Penambahan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ke pelarut ekstraksi I juga mempunyai pengaruh yang cukup besar. Tampaknya, sebagian vanadium di dalam katalis memang memiliki tingkat oksidasi kurang dari lima, sehingga penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> akan membantu proses ekstraksi dengan cara peningkatan bilangan oksidasi vanadium ke tingkat oksidasi yang lebih mudah larut (+5).

Pengaruh temperatur pengadukan pada tahap ekstraksi ini sangat kecil, dan dikombinasikan dengan kenyataan bahwa waktu pengadukan memiliki pengaruh yang sedang-sedang saja, telah memberikan petunjuk bahwa tahap pengendali pemindah-larutan vanadium dari katalis ke pelarut adalah difusi vanadium di dalam fase padat katalis. Efek tiap variabel terhadap perolehan vanadium pada akhir ekstraksi (I + II) disajikan pada Tabel 7 berikut.

Tabel 7. Efek Tiap Variabel terhadap Perolehan Vanadium di Filtrat Akhir Ekstraksi

Variabel	E+	E-	En
Konsentrasi larutan Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> di umpan [20-100 g/L]	264,92	264,15	0,19
Penambahan larutan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> di umpan [0-2%-v]	281,92	247,15	8,69
Waktu pengadukan tahap ekstraksi I [1-3 jam]	275,89	253,18	5,68
Temperatur pengadukan tahap ekstraksi I [60-90°C]	262,49	266,58	-1,02
Jumlah NaOH yang ditambahkan [8-40 g/L]	272,78	256,29	4,12
Waktu Pengadukan tahap ekstraksi II [1-3 jam]	263,45	265,62	-0,54
Temperatur pengadukan ekstraksi II [60-90 °C]	284,62	244,45	10,04

Hasil perhitungan efek tiap variabel yang tertera pada Tabel 7 tersebut menunjukkan bahwa variabel 7 mempunyai efek yang paling besar disusul oleh variabel 2,3, dan 5, sedangkan 4,6, dan 1 yang memberikan efek terkecil. Besar pengaruh tiap variabel secara jelas dapat ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Grafik beda pengaruh (*probability of being active*) tiap variabel yang diuji

Menurut Bayes (Haaland, 1989), suatu variabel dinyatakan besar pengaruhnya jika *probability of being active* ≥ 50%. Dengan demikian, dari ketujuh variabel yang diuji telah diperoleh tiga variabel yang berpengaruh, yaitu (1) temperatur pengadukan pada tahap ekstraksi II, (2) penambahan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> di umpan, dan (3) waktu pengadukan pada tahap ekstraksi I. Temperatur pengadukan pada tahap ekstraksi II sangat mempengaruhi hasil perolehan vanadium. Pada tahap ini, vanadium yang belum terekstrak di tahap ekstraksi I diekstraksi dengan menggunakan NaOH. Jumlah Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yang sebelumnya sangat mempengaruhi perolehan vanadium tahap ekstraksi I ternyata juga sangat kecil pengaruhnya terhadap perolehan vanadium pada tahap ekstraksi II. Hal ini menunjukkan bahwa kemampuan NaOH untuk mengekstraksi vanadium dari katalis jauh lebih besar dibandingkan dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Kemampuan NaOH untuk mengekstraksi vanadium tidak dipengaruhi oleh jumlah NaOH, dan hal ini dikonfirmasi oleh efek variabel ke-5, yang manakeefektifan NaOH untuk mengekstraksi vanadium lebih dipengaruhi oleh temperatur. Makin tinggi temperatur, kelarutan vanadium dalam pelarut akan meningkat sehingga vanadium yang terambil makin banyak.

Pengaruh penambahan larutan  $H_2O_2$  tetap terlihat pada tahap ekstraksi II. Hal ini memberikan gambaran bahwa penambahan larutan ini merupakan variabel penting dalam proses ekstraksi karena adanya kandungan vanadium dengan tingkat oksidasi +4 yang tidak larut dalam pelarut yang digunakan. Waktu pengadukan tahap ekstraksi I juga mempunyai pengaruh yang cukup besar, yaitu makin besar waktu pengadukan, makin banyak vanadium yang dapat pindah larut ke larutan pengestrak.

### Kesimpulan

Kadar  $V_2O_5$  dalam katalis vanadium bekas masih cukup banyak untuk diambil dan selanjutnya diolah kembali. Jika pengolahan dan pemanfaatan tersebut berhasil dikembangkan maka cara ini dapat menjadi alternatif ketersediaan vanadium di masa mendatang. Asam kuat (misalnya HCl) sangat efektif dalam melarutkan vanadium, disusul oleh pelarut hidroksida (NaOH) dan karbonat ( $Na_2CO_3$ ). Uji coba prosedur menunjukkan bahwa metode gabungan ekstraksi vanadium dari katalis vanadium bekas menggunakan pelarut basa  $Na_2CO_3$  dan  $H_2O_2$  pada umpan (tahap ekstraksi pertama) dan NaOH (tahap ekstraksi kedua) yang diikuti dengan netralisasi filtrat dengan asam  $H_2SO_4$  merupakan prosedur terbaik. Melalui prosedur baru yang dikembangkan ini, didapatkan tiga variabel yang sangat berpengaruh dalam pengambilan kembali vanadium dari katalis vanadium bekas, yang ditandai dengan nilai *probability of being active* di atas 50%. Ketiga variabel tersebut adalah temperatur pengadukan pada tahap ekstraksi II, penambahan larutan  $H_2O_2$  di umpan dan waktu pengadukan pada tahap ekstraksi I dengan nilai *probability of being active* secara berturut-turut sebesar 100%, 86%, dan 56%. Untuk mendapatkan perolehan vanadium yang lebih tinggi perlu diadakan penelitian lanjutan yang mengoptimalkan variabel-variabel tersebut.

### Daftar Pustaka

- Budiu T., Vatulescu, R., dan Pal, I. (1982). Recovery of vanadium from a spent catalyst. *Patente rumana* 78284.
- da Cruz Deniz, A. B., Valt, R. B., Kaminari, N. M., de Santana Ponte, M. J., dan de Araújo Ponte, H. (2018). Parameters of an electrokinetic reactor design for vanadium recovery from fluid catalytic cracking catalysts. *Separation and Purification Technology*, 193, 297-302.
- Douglas, K., dan Louie, P. (2005). *Handbook of sulfuric acid manufacturing*. Thornhill: DKL Engineering Inc.
- Emmet, P. (1960). *Catalyst Vol VII*. New York: Reinhold Publ. Co.
- Erust, C., Akcil, A., Bedelova, Z., Anarbekov, K., Baikonurova, A., dan Tancuk, A. (2016). Recovery of vanadium from spent catalysts of sulfuric acid plant by using inorganic and organic acids: laboratory and semi-pilot tests. *Waste Management*, 49, 455-461.
- Gerhartz, W. (1996). Vanadium and vanadium compounds. Dalam F. Ullmann, & J. F. Rounsaville, *Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry Vol. A27* (hal. 367). Weinheim: Wiley-VCH.
- Haaland, P. D. (1989). *Experimental Design in Biotechnology*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Hans, dan Reinhard. (1986). Der Vanadiumkatalysator. *Erzmetall*, 39.
- Ifa, L., dan Nurjannah, N. (2017). Ekstraksi Vanadium Pentaoksida ( $V_2O_5$ ) dari Katalis vanadium bekas. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi IV*. Samarinda.
- Kar, B., Murthy, B., dan Misra, V. (2005). Extraction of molybdenum from spent catalyst by salt-roasting. *International Journal of Mineral Processing*, 76, 143-147.
- Kim, H. I., Moon, G., Choi, I., Lee, J. Y., dan Jyothi, R. K. (2018). Hydrometallurgical process development for the extraction, separation and recovery of vanadium from spent desulfurization catalyst bio-leach liquors. *Journal of Cleaner Production*, 187, 449-458.
- Kleinberg, J., Argersinger, W. J., dan Griswold, E. (1960). *Inorganic Chemistry*. Boston: D.C Heat and Co.
- Mohanty, J., Rath, P. C., Bhattacharya, I. N., & Paramguru, R. K. (2011). The recovery of vanadium from spent catalyst: a case study. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Vol 120 (1)*, 56-60.
- Nagib, S., dan Abdel Hameed, R. S. (2017). Recovery of vanadium from hydrodesulfurization waste catalyst using calix [4] resorcinarenes. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 10 (4), 210-215.
- Nguyen, T. H., dan Lee, M. S. (2014). Recovery of molybdenum and vanadium with high purity from sulfuric acid leach solution of spent hydrodesulfurization catalysts by ion exchange. *Hydrometallurgy*, 147, 142-147.
- R, M. R., dan Alfanzim, A. M. (2003). Processing of vanadium: a review. *Mineral Engineering*, 16, 793-805.
- Rokukawa, N. (1983). Extraction of Molybdenum and Vanadium from spent Desulfurization Catalyst. *Journal of Mining and Metallurgical Institute of Japan*, 99(1145), 589-592.
- Shao, Y., Feng, Q., Chen, Y., Ou, L., Zhang, G., dan Lu, Y. (2009). Studies on recovery of vanadium from desilication residue obtained from processing of a spent catalyst. *Hydrometallurgy*, 96, 166-170.
- Snell, E. (1974). *Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis Vol. 19*. New York: Interscience Publisher Inc.
- Sun, D., Li, X., Brungs, M., dan Trimm, D. (1998). Encapsulation of heavy metals on spent fluid catalytic cracking catalyst. *Water Science and Technology*, 38, 211-217.
- Sun, D., Tay, J., Cheong, H., Leung, D., dan Qian, G. (2001). Recovery of heavy metals and stabilization of spent hydrotreating catalyst using a glass-ceramic matrix. *Journal of Hazardous Materials B*, 87, 213-223.
- Van den Berg, J., Yang, Y., Nauta, H., van Sandwijk, A., dan Reuter, M. (2002). Comprehensive processing of low grade sulphidic molybdenum ores. *Minerals Engineering*, 15, 879-883.

- Wang, X., Wang, H., Gao, D., Chen, B., Meng, Y., dan Wang, M. (2018). A clean technology to separate and recover vanadium and chromium from chromate solutions. . *Hydrometallurgy*, 177, 94-99.
- Zeng, L., dan Cheng, C. (2009). A literature review of the recovery of molybdenum dan vanadium from spent hydrodesulphurisation catalyst part 1: metallurgical processes. *Hydrometallurgy*, 98, 1-9.
- Zhang, P., Inoue, K., Yoshizuka, K., dan Tsuyama, H. (1995). Recovery of metal values from spent hydrodesulfurisation catalyst by solvent extraction with PIA-8. *Japan Chemistry* 5, 412.
- Zhang, P., Inoue, K., Yoshizuka, K., dan Tsuyama, H. (1996). Extraction and selective stripping of molybdenum (VI) and vanadium (IV) from sulphuric acid solution stripping of molybdenum (VI) and vanadium (IV) from sulphuric acid solution containing aluminium (III), cobalt (II), nickel (II) and iron (III) by LIX 63 . *Hydrometallurgy*, 41, 45-53.