

## PENGARUH KADAR Ni TERHADAP SIFAT PERMUKAAN KATALIS Ni BERBAHAN BAKU LIMBAH ELEKTROPLATING

Athiek Sri Redjeki  
[athieksri@yahoo.com](mailto:athieksri@yahoo.com)  
Universitas Muhammadiyah  
Jakarta

Nurul Hidayati Fithriyah  
[nurul.fithriyah@gmail.com](mailto:nurul.fithriyah@gmail.com)  
Universitas Muhammadiyah  
Jakarta

Alvika Meta Sari  
[phika\\_80@yahoo.com](mailto:phika_80@yahoo.com)  
Universitas Muhammadiyah  
Jakarta

### ABSTRAK

Pada proses elektroplating dihasilkan limbah yang mengancam bahan beracun berbahaya (B3) seperti ion-ion kromat, sianida, nikel, asam sulfat, natrium hidroksida dan pelarut organik. Logam berat dalam limbah B3 ini, khususnya nikel (Ni), dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku katalis. *Recovery* semacam ini mewujudkan konsep produksi bersih sekaligus meningkatkan nilai ekonomis limbah. Kandungan Ni dalam limbah elektroplating di wilayah Jabodetabek sebesar rata-rata 19% dapat menjadi bahan baku sintesa katalis  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ . Katalis ini dapat digunakan dalam reaksi oksidasi CO menjadi  $\text{CO}_2$ . Dalam studi ini pengaruh kadar Ni (1,81 – 2,65%) terhadap sifat permukaan katalis dipelajari untuk menentukan kadar optimal katalis Ni yang disintesis. Peningkatan kadar logam Ni dapat meningkatkan keasaman katalis. Luas permukaan, diameter dan volum pori katalis juga meningkat dengan peningkatan kadar Ni. Peningkatan keasaman dan luas permukaan katalis akan meningkatkan reaktivitas dan aktivitas katalisisnya. Morfologi permukaan katalis menunjukkan peningkatan ukuran gumpalan dan penurunan derajat kristalinitas dengan peningkatan kadar Ni. Hal ini dapat menurunkan selektivitas katalis terhadap reaksi oksidasi.

**Kata Kunci:** limbah elektroplating, katalis Ni, hidrotermal

### I. PENDAHULUAN

Pertumbuhan Industri di Jakarta dan sekitarnya telah meningkatkan nilai ekspor baik untuk komoditi migas maupun non migas. Potensi ekspor yang merupakan sumber devisa negara jelas mempunyai arti positif bagi terwujudnya tujuan pembangunan itu sendiri yaitu meningkatkan kesejahteraan masyarakat. Di lain pihak pembangunan itu juga mempunyai dampak negatif, karena menghasilkan limbah, baik limbah padat, limbah cair, dan limbah gas.

Salah satu industri yang berkembang di Indonesia adalah industri elektroplating. Pada industri elektroplating terjadi proses pelapisan logam maupun pelapisan untuk non logam. Pada proses elektroplating selain menghasilkan limbah cair, juga menghasilkan limbah padat termasuk dalam limbah B3 yang berbahaya bagi pekerja, lingkungan dan masyarakat sekitar. Limbah padat atau sludge mengandung ion ion logam transisi seperti ion Cr, ion Ni, ion Fe yang konsentrasinya berkisar 30-50%. Sebagai contoh hasil analisa terhadap kandungan ion-ion pada sludge dari industri electroplating menunjukkan besarnya kandungan ion  $\text{Ni}^{+2}$  350-400 ppm,  $\text{Cr}^{+3}$  200-250 ppm dan  $\text{Fe}^{+3}$  800-900 ppm.

Biaya pengolahan limbah B3 yang cukup besar merupakan masalah yang belum dapat diatasi oleh pihak industri. Sehingga perlu ada pengolahan industri elektroplating. Penelitian dan pengembangan teknologi pemanfaatan limbah padat industri elektroplating sudah banyak dilakukan. Beberapa metode pemanfaatan limbah padat industri elektroplating yang sudah dikembangkan di antaranya adalah dengan metode pemisahan untuk mengambil ion-ion yang ada dalam limbah tersebut. Metode pemisahan ini tidak menyelesaikan masalah pencemaran karena pada proses pemisahan dihasilkan limbah-limbah baru sebagai hasil dari proses pemisahan.

Mengingat limbah padat mengandung ion ion Ni, Cr dan Fe, yang merupakan unsur utama dari senyawa  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ , maka pemanfaatan limbah padat menjadi  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  merupakan alternatif yang paling efektif dalam mengolah limbah padat. Teknologi untuk pembuatan  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ , sebaiknya di desain dengan sederhana, mudah menggunakannya, efisien dan efektif, serta harganya murah, sehingga dapat dijangkau oleh industri skala kecil.

Salah satu metode pembuatan katalis  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  yang ramah lingkungan dan

berkembang dengan cepat adalah teknologi hidrotermal, yang dapat mengubah struktur kristal dan membentuk material nanostruktur pada suhu rendah (100-2500) dalam waktu yang singkat (3 jam). Kelebihan dari metode hidrotermal adalah menghasilkan produk kristal yang homogen dengan ukuran yang seragam dengan kemurnian yang tinggi

## II. METODOLOGI

Penerapan produksi bersih telah diimplementasikan pada berbagai industri dengan berbagai tujuan. Beberapa contoh industri yang telah menggunakan konsep produksi bersih di antaranya adalah: (i) pada industri pertambangan yang bertujuan untuk menurunkan kandungan SO<sub>2</sub> di udara dengan menggunakan wet scrubber, mengolah air limbah dengan metode adsorpsi secara anaerobik, dan untuk menurunkan kandungan logam berat di lingkungan dengan metode fotokatalitik [1], sementara pada industri alkohol konsep produksi bersih bertujuan untuk mengolah air limbah menjadi pupuk organik dan biogas dengan menggunakan digester sistem anaerobik. [2]. Dalam satu penelitian [3], diolah air limbah industri tapioka dengan menggunakan separator dilanjutkan dengan sentrifugasi. Air olahan ini digunakan untuk membersihkan lantai. Pada industri perikanan konsep produksi bersih lebih ditujukan untuk memanfaatkan air limbah untuk keperluan irigasi. Untuk itu air limbah diolah dengan metode anaerob, koagulasi dan adsorpsi. Pada industri otomotif penerapan produksi bersih lebih dikembangkan kepada penggunaan biofuel dan sel hidrogen.

Pelapisan logam merupakan pengendapan satu lapisan logam tipis pada suatu permukaan logam atau plastik yang biasanya dilakukan secara elektrolitik, tetapi kadang-kadang hanya dengan menggunakan reaksi kimia [4]. Logam yang sering digunakan adalah tembaga, krom, nikel dan seng yang dilarutkan dengan sianida, asam, alkali dan fosfat. Larutan elektrolit yang digunakan untuk penyepuhan logam berupa bahan-bahan kimia yang berupa asam (HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), basa (KOH, NaOH, NH<sub>4</sub>OH), dan garam (sianida, garam sulfat, dan garam karbonat). Bahan-bahan yang digunakan adalah bahan beracun sehingga limbah yang dihasilkan berbahaya bagi kesehatan, misalnya limbah padat (*sludge*) yang berupa lumpur.

Reaksi Hidrotermal dapat menghasilkan partikel berukuran nanometer yang dapat membentuk nanopartikel setelah didinginkan atau reaksi lintasan untuk menghasilkan

struktur nanokristalin. Kondisi Hidrotermal memungkinkan untuk mengurangi kelarutan bahan ionik, sehingga pembentuk inti dan mobilitas ion menjadi meningkat dan pertumbuhannya cepat. Pada kondisi Hidrotermal, kontrol ukuran dapat diberikan dari ukuran dan morfologi bahan. Viskositas dan kekuatan ionik pelarut merupakan fungsi dari suhu dan tekanan pada hasil reaksi. Parameter lainnya, seperti bahan prekursor dan pH memiliki efek terhadap kemurnian fase nanopartikel tersebut. Terdapat 2 rute utama dalam pembentukan nanopartikel, yaitu hidrolisis atau oksidasi dan netralisasi hidroksida [5].

Pertumbuhan kristal pada metode hidrotermal terjadi di dalam sebuah alat yang terbuat dari tabung baja yang dinamakan autoklaf. Umumnya alat ini berupa silinder berdinding tebal yang memiliki lapisan pelindung hermetik (*hermetic seal*) dengan tujuan agar tahan terhadap temperatur tinggi serta tekanan dalam periode waktu tertentu. Autoklaf harus bersifat inert terhadap larutan (*solvent*) untuk mencegah terjadinya reaksi antara dinding bagian dalam dengan zat yang dimasukkan. Selain itu, autoklaf juga diberi tambahan lapisan pelindung dalam (*protective-insert*) yang terbuat dari tembaga, perak, emas, titanium, platina, kaca, kuarsa, atau teflon, tergantung pada temperatur yang digunakan [6].

Reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub> secara keseluruhan dapat dituliskan sebagai berikut:



Walaupun eksoterm, reaksi ini berjalan lambat pada suhu di bawah 650°C jika tidak menggunakan katalis. Dengan menggunakan katalis, reaksi tersebut dapat berlangsung cepat pada suhu di bawah 650°C, bergantung pada jenis katalis yang digunakan.

Kualitas suatu katalis reaksi oksidasi CO dapat dilihat dari dua faktor, yaitu aktivitas dan reaktivitas. Aktivitas katalis merupakan fungsi dari jumlah pusat aktif per satuan berat atau luas permukaan. Katalis yang memiliki aktivitas tinggi dapat mengkatalisis reaksi yang lebih banyak per satuan beratnya, dan ini meningkatkan efisiensi jumlah katalis yang digunakan. Sedangkan reaktivitas berhubungan dengan suhu di mana katalis mulai memiliki aktivitas yang berarti. Katalis yang sudah diteliti untuk reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub> adalah Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiO, LaCoO<sub>3</sub>, LaFeO<sub>3</sub>, LaNiO<sub>3</sub>. Aktivitas katalis mengikuti

urutan  $\text{Co}_3\text{O}_4 > \text{CuO} > \text{Fe}_2\text{O}_3 > \text{NiO} > \text{LaCoO}_3 > \text{LaFeO}_3 > \text{LaNiO}_3$ . Sedangkan urutan reaktivitas katalis mulai dari yang tertinggi adalah  $\text{Co}_3\text{O}_4 > \text{CuO} > \text{NiO} > \text{Fe}_2\text{O}_3 > \text{LaCoO}_3 > \text{LaNiO}_3 > \text{LaFeO}_3$ . Dengan demikian katalis oksida logam dapat digunakan dalam reaksi ini [7]. Dalam penelitian ini akan disintesa senyawa katalis  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  yang akan digunakan sebagai katalis dalam reaksi oksidasi CO menjadi  $\text{CO}_2$ .

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian pendahuluan dilakukan dengan tujuan melakukan kalibrasi terhadap alat hidrotermal, untuk mengendalikan suhu sintesa katalis pada rentang 200 – 250°C. Metode yang digunakan adalah memanfaatkan persamaan Antoine untuk menghitung tekanan uap air murni dan persamaan Raoult-Dalton untuk menghitung fraksi uap air. Selanjutnya dilakukan trial menggunakan fasilitas Goal Seek pada aplikasi Excel untuk menentukan suhu operasi autoklaf pada tekanan yang telah ditentukan. Hasil kalibrasi dapat dilihat pada Tabel 1. Persamaan dan contoh perhitungan selengkapannya dapat dilihat pada Lampiran.

Tabel 1 Data Hasil Kalibrasi Autoklaf (Volum Awal Air,  $V_i = 2$  liter).

No.	$P_t$	$V_f$	y	$P^o$	T
1	1	1,00	0,50	1,00	100
2	1,5	0,77	0,62	2,42	127
3	2	0,53	0,73	5,51	156
4	2,5	0,30	0,85	14,13	196
5	3	0,07	0,97	84,75	299

Keterangan:

$P_t$  : tekanan total (bar)

$V_f$  : volum akhir air (l)

y : fraksi uap

$P^o$  : tekanan uap murni (bar)

T : suhu operasi autoklaf (°C)

Hasil pada Tabel 1 diperoleh melalui prosedur perhitungan sebagai berikut:

1. Fraksi cair dihitung sebagai berikut:

$$x = V_f / V_i \quad (2)$$

2. Fraksi uap dihitung sebagai berikut:

$$y = 1 - x \quad (3)$$

3. Tekanan uap murni dihitung menggunakan persamaan Raoult-Dalton:

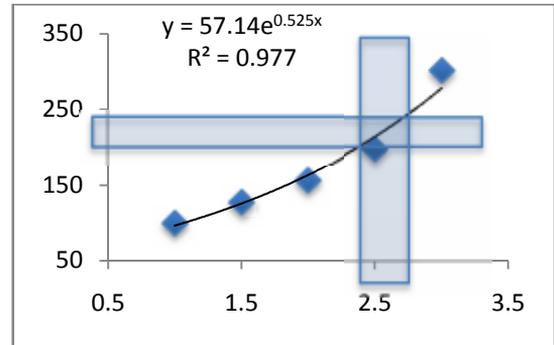
$$P^o = y \cdot P_t / x \quad (4)$$

4. Perhitungan tekanan uap murni dengan persamaan Antoine untuk air:

$$\log(P^o) = 8,14019 - (1810,94 / (T + 244,485)) \quad (5)$$

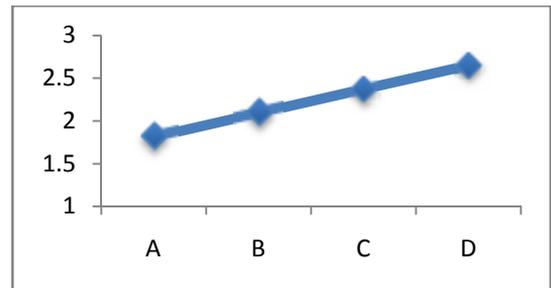
- $P^o$  dihitung dengan metode uji coba (*trial*) nilai suhu sedemikian rupa sehingga didapatkan nilai  $P^o_{\text{Antoine}} = P^o_{\text{Raoult-Dalton}}$ .
5. Nilai suhu T (°C) yang diperoleh dari langkah ke-4 adalah suhu operasi autoklaf.

Plot dari data pada Tabel 1 dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Grafik Hasil Kalibrasi Autoklaf

Berdasarkan hasil kalibrasi tersebut, operasi sintesa katalis pada rentang suhu 200 – 250 °C akan dilakukan pada tekanan autoclave 2,4 – 2,8 bar.



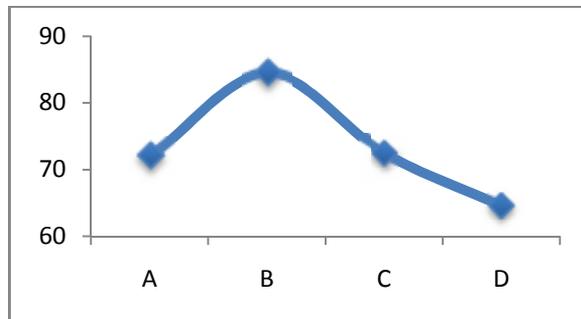
Gambar 2. Konsentrasi Ni (% berat)

Gambar 2 menunjukkan konsentrasi Ni dalam sampel dalam persen berat, yang berkisar antara 1,81 - 2,65%. Konsentrasi logam lain (Mn & Fe) tetap.

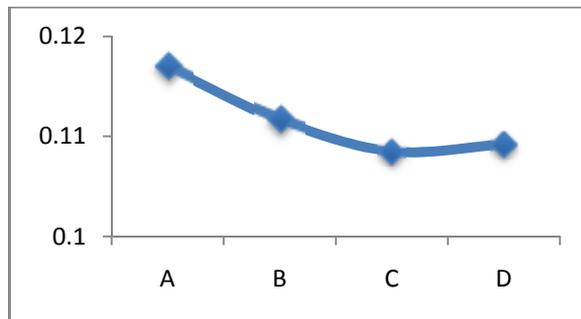
Peningkatan konsentrasi Ni mempengaruhi karakteristik katalis, seperti ditunjukkan pada Gambar 3 – 6. Pada Gambar 3, luas permukaan katalis ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) menunjukkan nilai maksimum pada konsentrasi Ni 2,09%, namun setelah itu menurun. Diperkirakan pada konsentrasi ini tercapai titik jenuh sehingga tidak terjadi lagi penambahan luas permukaan.

Pada Gambar 4, volum pori ( $\text{cc/g}$ ) mengalami penurunan dan stabil mulai pada konsentrasi Ni 2,37% berat. Hal ini mengindikasikan penambahan konsentrasi Ni justru menurunkan pembentukan pori hingga mencapai titik stabilnya.

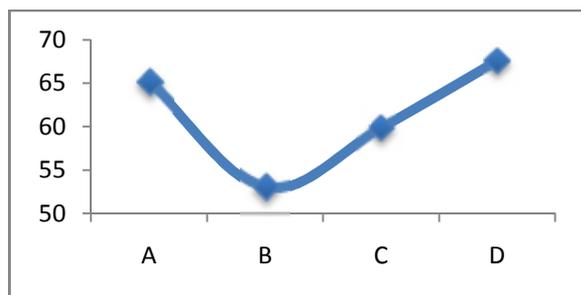
Gambar 5 menunjukkan diameter pori (A). Tampak bahwa diameter pori minimum tercapai pada kadar Ni 2,09%. Hal ini bersesuaian dengan luas maksimum permukaan katalis.



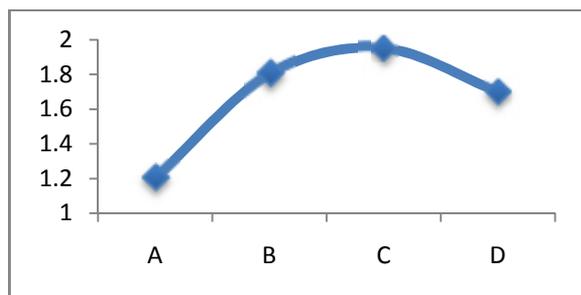
Gambar 3. Luas Permukaan (m<sup>2</sup>/g)



Gambar 4. Volum Pori (cc/g)



Gambar 5. Diameter Pori (Å)



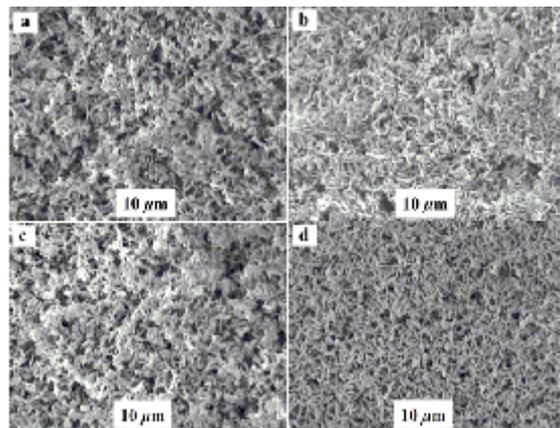
Gambar 6. Keasaman (mol NH<sub>3</sub>/g)

Gambar 6 menunjukkan keasaman katalis, yang ditunjukkan oleh jumlah mol basa NH<sub>3</sub> yang dapat netralkannya. Dari gambar ini tampak bahwa keasaman katalis meningkat dengan kenaikan kadar Ni hingga konsentrasi 2,37%, dan setelah itu sedikit menurun. Hasil ini konsisten dengan hasil pengukuran volum pori.

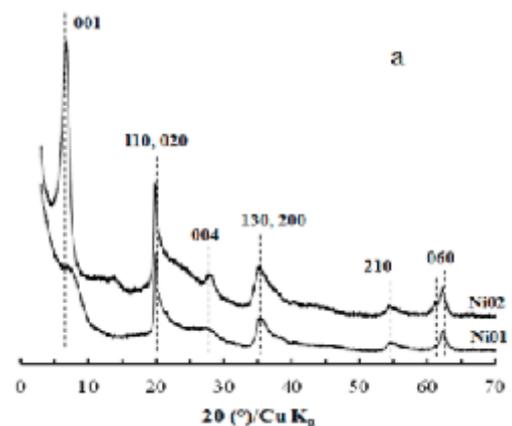
Dari pembahasan Gambar 3-6 dapat dipahami bahwa diameter pori katalis menentukan luas permukaan total katalis (khususnya permukaan dalam), sedangkan volum pori katalis menentukan tingkat keasaman katalis. Konsentrasi Ni dalam katalis optimum tampaknya berada di antara 2,1 dan 2,4%. Penelitian selanjutnya dapat menggunakan rentah konsentrasi ini sebagai acuan.

Peningkatan kadar logam Ni dalam katalis dapat meningkatkan keasaman sisi Lewis dan menurunkan keasaman sisi Brønsted. Luas permukaan, diameter dan volum pori katalis juga meningkat dengan peningkatan kadar Ni. Peningkatan keasaman dan luas permukaan katalis akan meningkatkan reaktivitas dan aktivitas katalisis.

Gambar 7 menunjukkan mikrograf permukaan katalis. Morfologi permukaan katalis menunjukkan peningkatan ukuran gumpalan dan penurunan derajat kristalinitas dengan peningkatan kadar Ni. Hal ini akan menurunkan selektivitas katalis terhadap reaksi oksidasi.



Gambar 7 Mikrograf Permukaan Katalis pada Kadar Ni (%): a. 2,65; b. 2,37; c. 2,09; d. 1,81.



Gambar 8. Pola Difraksi Sinar-x dari Permukaan Katalis Ni (Kadar Ni 2,65%)

Gambar 8 menunjukkan pola difraksi sinar-x oleh permukaan katalis. Ketajaman puncak dengan intensitas yang tinggi menunjukkan derajat kristalinitas katalis yang cukup tinggi.

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 7-8 dapat dipahami bahwa katalis Ni memiliki kristalinitas dan ukuran yang tepat untuk memberikan aktivitas dan selektivitas yang memadai dalam mengakselerasi reaksi oksidasi.

#### IV. KESIMPULAN

1. Studi ini mengamati pengaruh kadar Ni (1,81-2,65%) dalam katalis  $\text{NiMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  terhadap luas permukaan, volum pori, diameter pori, keasaman, morfologi permukaan, dan derajat kristalinitas katalis.
2. Dalam studi ini didapatkan rentang kadar optimal Ni sebesar 2,1 – 2,4% berat pada rentang tekanan operasi autoklaf hidrotermal 2,4 – 2,8 bar (200 – 250 °C).
3. Pada kadar optimal Ni diperoleh keasaman dan luas permukaan maksimum, serta diameter dan volum pori minimum.
4. Dengan morfologi permukaan dan derajat kristalinitas yang tepat, katalis Ni dapat memiliki reaktivitas dan selektivitas yang memadai dalam reaksi oksidasi.

#### REFERENSI

- [1] Bowering, Neil, Deborah Croston, Philip G. Harrison, and Gavin S. Walker. 2007. Silver Modified Degussa P25 for the Photocatalytic Removal of Nitric Oxide. *International Journal of Photoenergy* (doi:10.1155/2007/90752).
- [2] Khalid, Azeem, Muhammad Arshad, Muzammil Anjum, Tariq Mahmood, Lorna Dawson. 2011. The anaerobic digestion of solid organic waste. *Waste Management*. 31: 1737–1744.
- [3] Chavalparit, Orathai, dan Maneerat Ongwandee. 2009. Clean technology for the tapioca starch industry in Thailand. *Journal of Cleaner Production* 17: 105–110.
- [4] Clifton Potter, M. Soeparwi, dan Aulia Gani. 1994. *Limbah Cair Berbagai Industri Di Indonesia: Sumber Pengendalian Dan Baku Mutu*.
- [5] Lalena, John N.; Cleary, David A. 2010. *Principles of Inorganic Materials Design* (2<sup>nd</sup> ed.). John Wiley & Sons, Inc., New Jersey-USA.
- [6] Yuwono, AH, Binghai Liu, Junmin Xue, John Wang, Hendry Izaac Elim, Wei Ji, Ying Li and Timothy John White. 2004. Controlling the crystallinity and nonlinear optical properties of transparent  $\text{TiO}_2$ -PMMA nanohybrids. *Journal of Materials Chemistry* 14: 2978–2987.
- [7] Onggo, D., dan Fansuri, H. 1999. Penggunaan Differential Thermal Analysis (DTA) pada Penentuan Aktivitas dan Reaktivitas Katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Co}_3\text{O}_4$ , NiO, CuO, dan  $\text{LaMO}_3$  (M=Fe, Co, dan Ni) Untuk Oksidasi CO Menjadi  $\text{CO}_2$ . *JMS*. 4 (1): 13 - 19.