



SINTESIS TIMAH(II) OKSIDA (SnO) NANOPARTIKEL MENGUNAKAN METODE HIDROTERMAL

Synthesis of Tin(II) Oxide (SnO) Nanoparticle by Hydrothermal Method

Saddam Husein^{1,2,*}, Endang Tri Wahyuni¹, dan Mudasir¹

¹Departemen Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada
Sekip Utara, Bulaksumur, Yogyakarta 55281, Indonesia

²Program Studi Sarjana Farmasi, Fakultas Ilmu-Ilmu Kesehatan, Universitas Alma Ata
Jl. Brawijaya 99, Yogyakarta 55183, Indonesia

* Untuk korespondensi: Tel. +6281938487444, email: saddamhusein0701@gmail.com

Received: May 07, 2019

Accepted: October 26, 2019

Online Published: December 31, 2019

DOI : 10.20961/jkpk.v4i3.29898

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan nanomaterial timah(II) oksida (SnO) dengan menggunakan metode hidrotermal sederhana pada temperatur rendah. Prekursor yang di gunakan adalah timah(II) kloro dihidrat dan pelet natrium hidroksida. Sampel padatan timah(II) kloro dihidrat dan pelet natrum hidroksida dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut etanol secara terpisah. Masing-masing sampel dilakukan pengadukan selama 3 jam pada temperatur konstan 26°C. Analisis dan karakterisasi pada penelitian ini dilakukan menggunakan difraksi sinar-x (XRD) dan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX). Hasil analisis dengan difraksi sinar-x menunjukkan bahwa sampel SnO nanopartikel sesuai dengan struktur SnO standar JCPDS. SnO nanopartikel memiliki struktur kristal tetragonal dan grup PSC: tp4. Penelitian ini dapat disimpulkan bahwa struktur tetragonal SnO nanopartikel dapat dihasilkan melalui metode hidrotermal sederhana pada temperatur rendah dengan mengoptimalkan beberapa parameter sintesis. Struktur SnO ini juga memiliki beberapa potensi aplikasi di berbagai bidang, seperti untuk penyerapan logam berat, optik, dan sebagai katalis pada fotodegradasi zat warna.

Kata Kunci: struktur nano, Timah(II) oksida, hidrotermal, difraksi sinar-x

ABSTRACT

This study aims to prepare nanomaterial tin(II) oxide (SnO) by using a simple hydrothermal method at low temperatures. The precursors used were tin(II) chloride dihydrate and sodium hydroxide pellets. Solid tin(II) chloride dihydrate and natrium hydroxide pellets are firstly dissolved in ethanol solvents separately and stirred for 3 h for each solution at a constant temperature 26°C. Characterization in this study were carried out by using X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX). The results of the XRD analysis shows that the sample of SnO nanoparticle is in accordance with the standard JCPDS SnO structure. SnO nanoparticle has tetragonal crystal structures and PSC: tp4 groups. It can be concluded that the tetragonal SnO nanostructure can be produced by a simple hydrothermal method at low temperatures by optimizing several synthesis parameters. The structure of SnO nanostructure has several potential applications i.e the absorption of heavy metals, optics, and as a catalyst for dye photodegradation.

Keywords: nano structure, Tin(II) oxide, hydrothermal, x-ray diffraction

PENDAHULUAN

Metode hidrotermal adalah suatu proses yang menggunakan reaksi-reaksi fasa tunggal atau heterogen di dalam larutan air pada temperatur tinggi ($T > 25\text{ }^{\circ}\text{C}$) dan tekanan $>100\text{ kPa}$ untuk mengkristalisasi material keramik langsung dari larutan. Metode hidrotermal dapat mensintesis hidroksiapatit dengan tingkat kristalinitas yang tinggi, relatif stabil, homogen, sinterable serta rasio molar Ca/P mendekati nilai stoikiometri [1].

Prinsip teknik hidrotermal yaitu pemanasan reaktan dalam wadah tertutup dengan menggunakan medium air dimana sistem yang tertutup ini memungkinkan tekanan dan suhu yang meningkat dengan cepat. Sintesis hidrotermal secara umum dapat diartikan sebagai sintesis kristal atau pertumbuhan kristal pada temperatur dan tekanan tinggi. Sintesis hidrotermal dilakukan pada suhu dibawah $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sehingga memperoleh hasil kemurnian dan kristalinitas yang tinggi.

Penelitian terkait sintesis zeolit mordenit sebelumnya telah dilakukan dengan menggunakan teknik sintesis hidrotermal pada suhu $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ menunjukkan hasil kristalinitas yang tinggi hasil karakterisasi menggunakan XRD. Hasil pengamatan SEM menunjukkan bentuk zeolit yang terdiri atas tidak reguler dan partikel kecil berbentuk bola masing-masing berukuran $500\text{-}100\text{ nm}$ [2].

Beberapa penelitian lain yang dilakukan dengan metode hidrotermal berhasil mensintesis nanopartikel seng oksida (ZnO) [3], timah (IV) oksida (SnO_2) [4-5], titanium dioksida (TiO_2) [6], dan timah (II) oksida (SnO) [7-8], namun proses sintesis SnO nanopartikel masih sangat jarang dilakukan.

Penelitian terkait SnO digunakan sebagai nanopartikel menggunakan metode hidrotermal dengan cara menambahkan dan memvariasikan larutan TX-100, dan menggunakan metode *soft chemistry* telah terbukti menghasilkan nanopartikel SnO [7-8]. Sintesis SnO nanopartikel dengan metode hidrotermal menjadi penting dilakukan agar proses sintesis dilakukan lebih sederhana dan dapat terjadi pada temperatur rendah.

SnO nanopartikel dimanfaatkan untuk meningkatkan laju proses degradasi. SnO nanopartikel memiliki rasio permukaan dan volume yang besar, perbandingan antara rasio permukaan dan volume merupakan sifat fisik material yang dapat dimanfaatkan untuk proses fotokatalisis [8].

METODE PENELITIAN

Penelitian yang dilakukan yaitu dimana timah ditambahkan dengan basa lemah seperti NaOH supaya membentuk padatan kristal yang disebut dengan metode sederhana yaitu metode hidrotermal, sehingga terbentuk katalis bentuk kristal berwarna putih membentuk (SnO) nanopartikel, adapun reaksi yang terjadi yaitu :



1. Larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 M sebanyak 100 mL

Larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dibuat dengan cara menimbang 2,26 gram $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, langkah berikutnya dilarutkan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan etanol pro analisis (p.a), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah etanol pro analisis (p.a) sampai tanda batas. Larutan tersebut kemudian

diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 3 jam dengan temperatur 26 °C.

2. Larutan NaOH 0,4 M sebanyak 100 mL

Pembuatan larutan NaOH 0,4 molar dengan cara menimbang pelet NaOH konsentari 95% seberat 1,6 gram, kemudian dilarutkan hingga homogen dengan etanol pro analisis (p.a), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah etanol pro analisis (p.a) sampai tanda batas. Larutan tersebut kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 3 jam dengan temperatur 26 °C.

3. Pembuatan Katalis SnO Nanopartikel

Pembuatan katalis SnO Nanopartikel dengan cara memasukan larutan SnCl₂·2H₂O dengan konsentrasi 0,1 M sebanyak 100 mL, kemudian larutan SnCl₂·2H₂O dicampur dengan larutan NaOH 0,4 M secara pertetes sebanyak 100 mL, kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) pada temperatur 26 °C, hasilnya berbentuk larutan koloid putih.

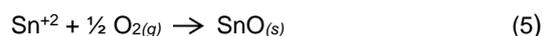
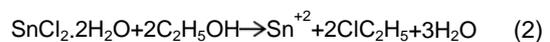
4. Preparasi Katalis SnO Nanopartikel

Larutan koloid putih dari hasil pencampuran SnCl₂·2H₂O dan NaOH kemudian direfluks selama 4 jam pada temperatur 140 °C dengan menjaga pH 12, larutan koloid hasil proses refluks selama 4 jam kemudian dituangkan kedalam cawan petri dan di diamkan pada temperatur kamar selama 3 hari, kemudian larutan koloid di oven selama 3 jam pada temperatur 105 °C. Larutan koloid menjadi serbuk kasar dan kering, kemudian serbuk kasar ditumbuk dengan menggunakan mortal-alu, sehingga terbentuk serbuk halus berwarna putih dan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian sintesis SnO nanopartikel telah berhasil disintesis sampel serbuk nanopartikel timah oksida dengan menggunakan perkursor *tin (II) chloride dehydrate* (SnCl₂·2H₂O) dan pelet natrium hidroksida (NaOH). Penelitian sintesis nanopartikel ini menggunakan metode hidrotermal, karena persiapan alat dan bahan yang sangat mudah, murah dan sederhana.

Metode hidrotermal dilakukan karena metode ini efektif untuk mendapatkan partikel dengan ukuran nano [3,9], pada penelitian ini menggunakan pelarut etanol pro analisis (p.a) dengan konsentrasi 99% karena mampu menghasilkan kristal SnO yang berukuran nano. Mekanisme reaksi pada proses pembuatan SnO dengan proses hidrotermal adalah sebagai berikut:



Reaksi 2 terlihat bahwa prekursor SnCl₂·2H₂O dilarutkan dalam etanol pada temperatur 26 °C menggunakan *magnetic stirrer* akan kelihatan berwarna bening dan bersifat tembus pandang. Reaksi 3 untuk mendapatkan endapan garam NaCl, maka pada larutan prekursor tersebut ditambahkan tetes demi tetes secara perlahan larutan natrium hidroksida, dalam reaksi 3 akan terlihat jelas dan terbentuk larutan koloidal berwarna putih.

Sampel padatan serbuk prekursor dan padatan natrium hidroksida dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut etanol secara terpisah.

Masing-masing sampel dilakukan pengadukan selama 3 jam pada temperatur konstan 26 °C dilakukan agar kedua sampel tersebut larut secara homogen, sehingga pada saatnya penambahan setetes demi setetes (*dropwise*) larutan basa NaOH akan bersifat *miscible*.

Perkursor $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada saat pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 26 °C, berbentuk larutan bening (transparan), dimana perkursor $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ini larut sempurna, pada saat perkursor ini larut sempurna kemudian ditambahkan setetes demi setetes dan sambil dilakukan pengadukan dan pemanasan untuk mendapatkan disperse nanopartikel yang merata semakin bertambahnya larutan natrium hidroksida akan terbentuk larutan jenuh (koloid) yang lebih kental dan warna larutannya lebih pekat, sehingga akan mengalami pengendapan yang lebih cepat dan larutan bersifat jenuh (koloid).

Perlakuan hidrotermal berfungsi untuk meningkatkan ukuran kristal pada material nanokristalin. Prinsip hidrotermal adalah pemanasan reaktan dalam wadah tertutup. Sistem yang tertutup ini memungkinkan menurunkan nilai tegangan pada material dengan cara memecahkan ikatan-ikatan senyawa amorf pada material dengan uap air pada temperatur tertentu sehingga terjadinya peningkatan ukuran Kristal. Penelitian ini dilakukan dengan hidrotermal pada temperatur 140 °C dalam waktu 3 jam.

Hasil sintesis katalis SnO nanopartikel dengan metode hidrotermal didapatkan katalis SnO nanopartikel seberat 3,792 gram, kemudian katalis SnO nanopartikel dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

Karakterisasi Struktur Katalis SnO Nanopartikel

1. Difraksi Sinar-X (XRD)

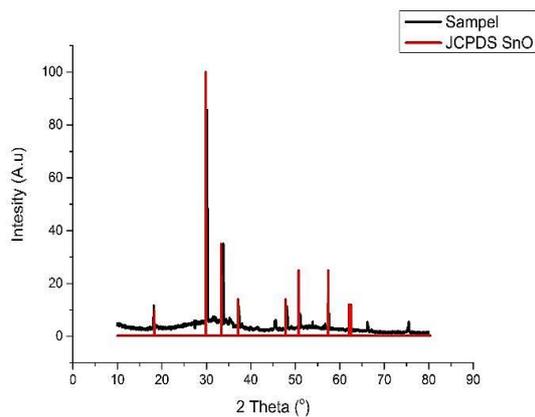
Struktur kristalinitas dan ukuran partikel katalis hasil sintesis sangat berpengaruh pada kinerja fotokatalisis. Mengidentifikasi struktur, kristalinitas dan ukuran partikel SnO nanopartikel dilakukan karakterisasi menggunakan XRD pada X-ray tube: Cu (1,5405 Å), voltage: 40 Kv, current: 30 mA, konfigurasi 2θ dengan range 10-80°.

Gambar 1 menunjukkan pola difraksi dari katalis SnO yang disintesis dengan metode hidrotermal. Tampak bahwa pada difraktogram SnO nanopartikel muncul puncak-puncak pada sudut 2θ : 18,14°; 30,17°; 33,91°; 37,32°; dan 48,12° yang merupakan puncak karakteristik dari SnO sesuai dengan data JCPDS card no.06-0395.

Ukuran partikel pada katalis semikonduktor yang disintesis dengan metode hidrotermal memiliki partikel dengan ukuran nano, berdasarkan hasil karakterisasi XRD ukuran partikel kristal yang dihasilkan dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer dibawah ini:

$$D = \frac{(K\lambda)}{(\beta \cos \theta)} \quad (6)$$

Keterangan D adalah ukuran partikel (nm), K adalah konstanta (0,9-1), λ adalah panjang gelombang radiasi Cu (nm), dan β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian). Hasil dari karakterisasi ukuran partikel SnO yang disintesis adalah 91,2 nm maka dapat disimpulkan bahwa katalis yang disintesis berukuran nanopartikel sesuai dengan referensi [10].



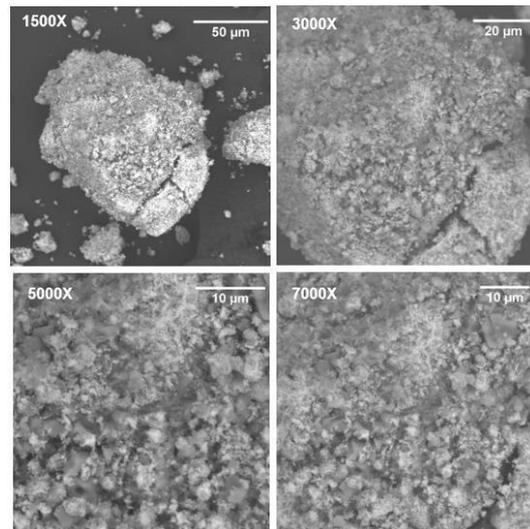
Gambar 1. Difraktogram sintesis SnO nanopartikel

Hasil data difraktogram pada Gambar 1 menunjukkan tidak adanya pergeseran secara signifikan dengan JCPDS card no. 60-0395, sehingga dapat disimpulkan bahwa pada sampel tersebut telah berhasil disintesis dengan membandingkan hasil sintesis dengan standar JCPDS SnO.

2. Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX)

SEM-EDX merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui struktur morfologi dan kandungan unsur didalam katalis SnO nanopartikel secara kuantitatif dan kualitatif. Keunggulan dari analisis kimia menggunakan SEM-EDX adalah kemampuan untuk mengamati daerah yang sangat sempit.

Hasil analisis SEM-EDX diperoleh hasil gambar berwarna hitam putih, hasil dari gambar hitam putih tersebut dipengaruhi oleh unsur penyusunnya. Unsur logam yang memiliki nomor atom yang lebih tinggi akan menghasilkan warna yang putih atau terang, sedangkan unsur logam yang memiliki nomor atom yang lebih rendah akan menghasilkan warna yang hitam atau gelap.



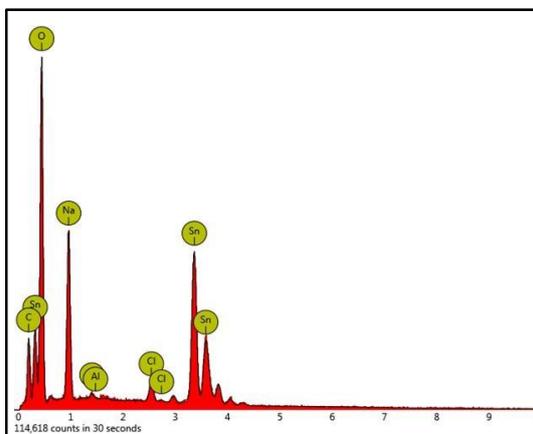
Gambar 2. Foto SnO nanopartikel dengan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)

Gambar 2 menunjukkan hasil analisis dengan instrumen SEM yang menghasilkan struktur morfologi dari SnO nanopartikel. Gambar 2 menunjukkan struktur morfologi dari SnO nanopartikel dengan perbesaran 1500x, 3000x, 5000x dan 7000x. Hasil dari perbesaran dimana yang berwarna cerah atau putih adalah oksida yang bercampur dengan garam sedangkan yang berwarna gelap atau hitam adalah logam Sn.

Berdasarkan foto-foto tersebut pada perbesaran 1500x terlihat seperti batu karang dan perbesaran 3000x, 5000x dan 7000x kali terlihat seperti serpihan.

Data yang diperoleh dari EDX bertujuan untuk mengetahui jenis-jenis atom disuatu permukaan katalis Gambar 3 menjelaskan banyaknya jumlah kandungan unsur yang terdapat pada katalis SnO nanopartikel hasil tersebut diketahui mengandung atom. Dapat diketahui juga bahwa sampel mengandung Timah (Sn), Oksigen (O), Natrium (Na), Karbon (C), Klorida (Cl), dan aluminium (Al) sehingga dari hasil element tersebut akan

terbentuk senyawa penyusun katalis SnO nanopartikel.



Gambar 3. Hasil analisis komposisi katalis SnO nanopartikel dengan menggunakan EDX

Tabel 1 didapatkan persentase komposisi atom-atom penyusun dari senyawa SnO nanopartikel memiliki persentase masing-masing yang berbeda. Persentase kandungan unsur pada sampel SnO nanopartikel adalah Al 0,38%; Cl 1,71%; C 11,85%; Na 17,69%; dan Sn 68,37%.

Tabel 1. komposisi atom dari SnO nanopartikel

Unsur	Konsentrasi Atom	Konsentrasi Berat	Oxide Symbol	Stoich. wt. Conc.
O	67,20	43,97		
Sn	7,89	38,31	Sn	68,37
Na	10,54	9,91	Na	17,69
C	13,51	6,64	C	11,85
Cl	0,66	0,96	Cl	1,71
Al	0,19	0,21	Al	0,38

Hasil komposisi tersebut dapat disimpulkan bahwa dalam analisis yang dilakukan berhasil mensintesis SnO nanopartikel.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dijelaskan dapat

diperoleh kesimpulan bahwa katalis SnO nanopartikel telah berhasil disintesis dengan metode hidrotermal dengan ukuran katalis yang dihasilkan yaitu 91,27 nm dan memiliki bentuk morfologi serpihan atau seperti batu karang.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada FMIPA S2 Kimia Universitas Gadjah Mada (UGM) dan FMIPA Kimia Universitas Islam Indonesia (UII) yang telah memfasilitasi penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] M. Sadat-Shojai, M. Atai, and A. Nodehi, "Design of Experiments (DOE) for the Optimization of Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite Nanoparticle," *J. Braz. Chem. Soc.*, vol. 22, no. 3, pp. 571-582, 2011.
- [2] S. Wustoni, R. Mukti, A. Wahyudi, dan Ismunandar, "Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia," *Jurnal Matematika & Sains*, vol.16, no. 3, pp. 158-160, 2011.
- [3] E. Maryanti, D. Damayanti, I. Gustian, & S. Yudha. S., "Synthesis of ZnO nanoparticles by hydrothermal method in aqueous rinds extracts of Sapindus rarak DC," *Materials Letters*, vol. 118, pp. 96-98, 2014.
- [4] Y. Li, Y. Guo, R. Tan, P. Cui, Y. Li, & W. Song, "Synthesis of SnO₂ nano-sheets by a template-free hydrothermal method," *Materials Letters*, vol. 63, pp. 2085-2088, 2009.
- [5] N. Talebian & F. Jafarinezhad, "Morphology-controlled synthesis of SnO₂ nanostructures using hydrothermal method and their photocatalytic applications," *Ceramics International*, vol. 39, no. 7, pp. 8311-8317, 2013.

- [6] R. Tussa'adah & Astuti, "Sintesis material fotokatalisis TiO₂ untuk penjernihan limbah tekstil," *Jurnal Fisika Unand*, vol. 4, no. 1, pp. 91-96, 2015.
- [7] B. Haspulat, M. Saribel, & H. Kamis, "Surfactant Assisted Hydrothermal Synthesis of SnO Nanoparticle with Enhanced Photocatalytic Activity," *Arab. J. of Chem.*, pp. 1-13, 2017.
- [8] S. Kaizra, B. Bellal, Y. Louafi, & M. Trari, "Improved Activity of SnO for the Photocatalytic Oxygen Evolution," *J. of Saud. Chem. Soc*, vol. 22, no. 1, pp. 76-83, 2018.
- [9] I. Khan, K. Saeed & I. Khan, "Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. *Arabian J. Chem*, vol.12, no. 7, pp. 908-931, 2017.
- [10] M. Hosokawa, M. Naito, K. Nogi, & T. Yokohama, *Nanoparticle Technology Handbook*. USA: Elsevier, 2007.