

## SINTESIS DAN KARATERISASI SnO<sub>2</sub> SEBAGAI UPAYA PENGEMBANGAN PRODUK HILIR TIMAH PUTIH UNTUK MENINGKATKAN DEvisa NASIONAL

A.K. Prodjosantoso, Endang Widjajanti L.F.X., M. Pranjoto Utomo

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta  
Jl. Colombo No. 1 Yogyakarta 55281

### Abstrak

Tujuan jangka panjang penelitian ini adalah untuk mengaplikasikan teknologi *nano* dalam pengembangan produk hilir timah putih untuk meningkatkan devisa nasional. Sebagai penelitian pendahuluan, oksida SnO<sub>2</sub> disintesis dengan cara melarutkan logam Sn ke dalam larutan HCl pekat diikuti dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH pekat tetes demi tetes. Endapan yang terjadi disaring, dikeringkan, dan sebagian dikarakterisasi dengan spektrofotometer IR model FTIR-8300/8700 pada kisaran bilangan gelombang 400 cm<sup>-1</sup> sampai dengan 4000 cm<sup>-1</sup>, sedangkan sebagian lainnya kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu sekitar 900 °C selama 4 jam. Oksida yang dihasilkan kemudian didinginkan dan dikarakterisasi dengan difraktometer XRD Shimadzu S6000 memakai radiasi Cu K<sub>α</sub> monokromatik dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) 1,5406 Å pada kisaran 2 $\theta$  antara 5° sampai 90°, dan mikroskop elektron pemindai (SEM) JEOL T330 A yang beroperasi pada 15 keV. Aspek kristalografi senyawa SnO<sub>2</sub> dipelajari berdasarkan data difraksi sinar-X (XRD) yang dianalisis dengan metode Rietveld menggunakan program WinPLOTR. Struktur SnO<sub>2</sub> termasuk dalam kelompok ruang *P4<sub>2</sub>/mnm* tetragonal dengan parameter kisi  $a = b = 4,7337(2)$  Å serta  $c = 3,1841(3)$  Å. Partikel oksida SnO<sub>2</sub> hasil penelitian ini berukuran 35,39 nm.

Kata kunci: SnO<sub>2</sub>, spektrofotometer IR, difraksi sinar-X, SEM

### Abstract

*Long-term goal of this research is to apply nanotechnology in the development of downstream products of tin to increase the national foreign exchange. As a preliminary study, SnO<sub>2</sub> was synthesized by dissolving tin metal in concentrated HCl followed by addition of concentrated NH<sub>4</sub>OH in dropwise. The precipitate was filtered, dried, and partially characterized using IR spectrophotometer FTIR-8300/8700 model in the range of wave number of 400 cm<sup>-1</sup> to 4000 cm<sup>-1</sup>, whilst the rest was then heated in a furnace at temperature about 900 °C for 4 hours. The oxide was then cooled and characterized by using XRD Shimadzu S6000 diffractometer using monochromatic Cu K<sub>α</sub> radiation with a wavelength ( $\lambda$ ) of 1.5406 Å in the 2 $\theta$  range 5° to 90°, and scanning electron microscope (SEM) JEOL T330 A operating at 15 keV. The crystallography aspects of SnO<sub>2</sub> was studied based on the X-ray diffraction data (XRD) which was analyzed with Rietveld method using the WinPLOTR program. The SnO<sub>2</sub> oxide was found to be tetragonal *P4<sub>2</sub>/mnm* space group having lattice parameters of  $a = b = 4.7337(2)$  Å and  $c = 3.1841(3)$  Å. The particle size of the SnO<sub>2</sub> oxide was found to be about 35.39 nm.*

*Keywords: SnO<sub>2</sub>, IR spectroscopy, X-ray diffraction, SEM*

## **PENDAHULUAN**

Timah putih (Sn) diperoleh terutama dari mineral kasiterit yang terbentuk sebagai oksida, tidak mudah teroksidasi, sehingga tahan karat (<http://id.wikipedia.org>). Sebaran timah putih di Indonesia berada pada bagian Jalur Timah Asia Tenggara, jalur timah terkaya di dunia yang membentang mulai dari bagian selatan China, Thailand, Birma, Malaysia sampai Indonesia. Indonesia merupakan produsen timah putih terbesar dunia. Pada neraca Pusat Sumber Daya Geologi, tahun 2007, tercatat sumber daya timah putih berupa bijih sebesar 4.037.304 ton, atau dalam bentuk logam 622.626 ton, cadangan bijih mempunyai nilai ekonomi 543.796 ton, atau berupa logam 442.763 ton. Potensi tersebut terdapat pada daerah-daerah penghasil timah utama meliputi Bangka, Belitung, Kunder dan Kampar. Sedangkan perkembangan akhir-akhir ini dengan kegiatan eksplorasi yang semakin intensif, temuan sumber daya timah akan meningkat. (<http://sn-tin.info/production.html>).

Pengusahaan timah putih di Indonesia telah berlangsung sekitar 200 tahun. Saat ini perusahaan timah PT. Timah dan PT. Koba Tin menjalankan operasinya terutama di Pulau Karimun, Kunder, Singkep, Belitung, dan Bangka. PT. Timah Tbk dikenal sebagai perusahaan penghasil logam timah terbesar di dunia dan sedang

dalam proses pengembangan usaha di luar penambangan timah dengan tetap berpijak pada kompetensi yang dimiliki. Seiring bergulirnya era otonomi daerah dan semakin meningkatnya harga timah di pasaran dunia, maka kegiatan usaha pertambangan semakin marak.

Pemasaran timah putih mencakup kegiatan penjualan dan pendistribusian logam timah. Pendistribusian logam timah hampir 95% untuk memenuhi kebutuhan pasar di luar negeri atau ekspor dan hanya sebesar 5% untuk memenuhi kebutuhan pasar domestik. Negara tujuan ekspor logam timah putih antara lain adalah Jepang, Korea, Taiwan, Cina dan Singapura, Inggris, Belanda, Prancis, Spanyol, Italia, Amerika Serikat dan Kanada.

Indonesia merupakan negara eksportir timah terbesar di dunia, akan tetapi untuk memenuhi konsumsi dalam negerinya masih kurang. Sejalan dengan peningkatan kebutuhan dunia akan timah putih, dan mulai menipisnya cadangan timah putih dunia sejak pertengahan tahun 2003 sampai saat ini harga timah putih meningkat sangat tajam ([www.lme.com/tin\\_graphs.asp](http://www.lme.com/tin_graphs.asp)).

Konsumsi dunia yang meningkat berdampak kurang terpenuhinya kebutuhan akan timah putih. Jika kebutuhan ini dipenuhi dengan meningkatkan eksplorasi, maka kerusakan lingkungan akan terjadi. Usaha

yang dapat dilakukan di antaranya adalah mencari alternatif lain yang dapat menggantikan peran timah, atau dengan cara mengubah timah menjadi senyawa baru yang mempunyai nilai ekonomis lebih tinggi, misalnya timah oksida sebagai katalis. Dengan demikian usaha optimalisasi timah dari hulu sampai hilir prospektif dilakukan.

Salah satu misi PT TIMAH (PERSERO) TBK sebagai perusahaan pengolah biji timah putih terbesar di Indonesia adalah memperluas produk-produk yang mempunyai nilai tambah. Timah putih dapat diubah menjadi senyawa katalis dengan nilai ekonomis yang tinggi. Timah dapat diaplikasikan sebagai pewarna keramik dan gelas, komponen elektronika, kampas rem, elektroda, konduktor transparan, bahan penyerap dan pemantul sinar infra merah, penyaring radionuklida serta detektor gas dan katalis reaksi kimia (<http://timah.com>).

Katalis timah dapat berupa timah oksida ( $\text{SnO}_2$ ), paduan timah dengan logam lain (misalnya Pt/Sn, Pd/Sn dan Ni/Sn) serta logam teremban timah oksida (misalnya Pt/SnO<sub>2</sub>, PdSnO<sub>2</sub> dan Ni/SnO<sub>2</sub>). Senyawa-senyawa timah dapat digunakan untuk mengkatalisis berbagai reaksi, seperti: pembentukan biodiesel (<http://www.biodiesel.gov.br>), oksidasi gas karbon monoksida (<http://www.adsabs.harvard.edu>), dan juga dehidrogenasi n-heksana (Llorca, et al., 1997), sehingga

perlu diteliti dapat tidaknya senyawa  $\text{SnO}_2$  disintesis dari bahan baku timah hasil olahan pasir timah putih oleh PT. Timah (Persero) Tbk. Dan bagaimana karakter senyawa  $\text{SnO}_2$  berdasarkan data difraksi sinar-X (XRD) dan SEM.

Timah putih merupakan unsur langka (kelimpahannya sekitar 2 ppm), dibandingkan dengan zink (94 ppm), tembaga 63 ppm) dan timah hitam (12 ppm). Mineral penghasil timah putih adalah kasiterit ( $\text{SnO}_2$ ), dan sebagian kecil dari sulfida seperti stinit, silindrit, frankeit, kanfieldit dan tealit (Carlin, 2008).

Menurut Pamungkas (2006), magma bersifat asam dan mengandung gas  $\text{SnF}_4$ . Terjadinya mineral timah diawali dengan adanya intrusi granit (bekuan magma). Melalui proses pneumatolitik hidrotermal air menerobos dan mengisi celah retakan batuan dan terjadi reaksi:  $\text{SnF}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SnO}_2 + \text{HF}_2$ .

Bijih timah merupakan asosiasi mineral Cu, W, Mo, U, Nb, Ag, Pb, Zn, dan Sn. Terdapat tiga tipe kelompok asosiasi mineral timah putih, yaitu *stanniferous pegmatites*, kuarsa-kasiterit dan sulfida-kasiterit (Taylor, 1979). Mineral utama yang terkandung di dalam bijih timah berupa kasiterit, sedangkan pirit, kuarsa, zirkon, ilmenit, galena, bismut, arsenik, stibnit, kalkopirit, xenotim, dan monasit

merupakan mineral ikutan (<http://www.tekmira.esdm.go.id>).

Proses oksidasi dan pengaruh sirkulasi air yang terjadi pada mineral timah putih menyebabkan terurainya penyusun bijih timah. Proses tersebut juga menyebabkan terlepas dan terdispersinya timah putih, baik dalam bentuk mineral kasiterit maupun berupa unsur Sn. Sedangkan proses pelapukan, erosi, transportasi dan sedimentasi menghasilkan endapan aluvial, baik aluvial sungai maupun aluvial lepas pantai.

Penambangan timah putih dilakukan dengan beberapa cara, yaitu semprot dan penggalian dengan menggunakan eskavator untuk penambangan endapan aluvial darat yang luas dan menggunakan kapal keruk untuk endapan timah lepas pantai.

Untuk menghasilkan pasir timah kadar tinggi dilakukan tahapan proses pengolahan. Pasir timah di alam masih tercampur dengan butiran mineral-mineral lain. Timah dalam bentuk mineral kasiterit dipisahkan dari pengotor yang berupa mineral ringan dengan pemisahan fisik secara gravitasi. Pemisahan mineral bersifat magnetik dan bukan magnetik menggunakan separator magnetik. Pemisahan mineral yang bersifat konduktor dan bukan konduktor menggunakan separator tegangan tinggi.

Proses untuk meningkatkan kadar bijih timah atau konsentrat yang berkadar

rendah, dilakukan di Pusat Pencucian Bijih Timah (*Washing Plant*). Melalui proses tersebut bijih timah dapat ditingkatkan kadar (*grade*) Sn-nya dari 20-30% Sn menjadi 72% Sn untuk memenuhi persyaratan peleburan. Hasil pemisahan konsentrat, selain berupa kasiterit untuk dilebur, juga diperoleh mineral-mineral ikutan. Mineral-mineral ikutan terutama zirkon, monasit, ilmenit dan ksenotim merupakan produk samping yang mempunyai prospek ekonomi.

Konsentrat hasil dari proses pemisahan dengan kadar Sn 72%, selanjutnya dilebur pada *smelter* timah putih. Bijih timah setelah dipekatkan lalu dipanggang sehingga arsen dan belerang dipisahkan dalam bentuk oksida-oksida yang mudah menguap. Kemudian bijih timah yang sudah dimurnikan direduksi dengan karbon. Timah cair yang terkumpul di dasar tanur kemudian dialirkan ke dalam cetakan.

Untuk mendapatkan logam timah dengan kualitas yang lebih tinggi, maka harus dilakukan proses pemurnian terlebih dahulu dengan menggunakan alat pemurnian yang disebut *crystallizer*. (<http://timah.com>).

Penggunaan timah telah berlangsung sejak ratusan tahun sebelum masehi. Logam timah putih bersifat mengkilap, mudah dibentuk dan dapat ditempa (*malleable*), tidak mudah teroksidasi dalam

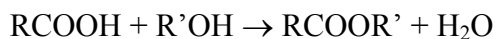
udara sehingga tahan karat. Kegunaan timah putih diantaranya untuk melapisi logam lainnya yang berfungsi mencegah karat, bahan solder, bahan kerajinan untuk cendera mata, bahan paduan logam, *casing* telepon genggam. Selain itu timah digunakan juga pada industri farmasi, gelas, agrokimia, pelindung kayu, dan penahan kebakaran. Timah merupakan logam ramah lingkungan, penggunaan untuk kaleng makanan tidak berbahaya terhadap kesehatan manusia. Kebanyakan penggunaan timah putih untuk pelapis/pelindung, dan paduan logam dengan logam lainnya seperti timah hitam dan zink. Konsumsi dunia akan timah putih untuk plat menyerap sekitar 34% dan untuk solder 31%.

Permintaan dunia akan timah oksida ( $\text{SnO}_2$ ) sangat tinggi, namun ketersediaannya sangat terbatas. Walaupun pertambangan timah oksida merupakan metode yang paling populer, produsen timah oksida lebih bergantung pada daur ulang timah putih bekas pakai sebagai sumber utama sintesis timah oksida. Tentu saja hal ini tidak dapat memenuhi permintaan dunia akan timah oksida yang jumlahnya relatif besar. (<http://timah.com>).

Oksida timah murni meleleh pada suhu yang relatif rendah ( $232\text{ }^\circ\text{C}$ ), memiliki titik didih yang tinggi ( $2270\text{ }^\circ\text{C}$ ). Pelapisan tipis  $\text{SnO}_2$  dapat dilakukan dengan metode

deposisi uap  $\text{SnCl}_4$  (Greenwood, dkk., 1984 hal. 447–448) atau organotimah trihalida (US patent 4130673) misalnya butiltin triklorida yang merupakan bahan mudah menguap. Teknik ini digunakan untuk melapisi botol kaca dengan lapisan tipis  $\text{SnO}_2$  ( $<0,1\text{ }\mu\text{m}$ ), yang membantu pelapisan polimer pelindung, seperti polietilena, pada permukaan kaca. (Greenwood, dkk., 1984 hal. 447–448) Lapisan yang lebih tebal dan terselit Sb atau ion F dapat menghantarkan listrik dan digunakan sebagai filament lampu pijar (Greenwood, dkk., 1984 hal. 447–448).  $\text{SnO}_2$  telah digunakan sebagai pigmen dalam pembuatan gelas, dan keramik berglasur.  $\text{SnO}_2$  murni memberikan warna putih susu; warna lain dapat diperoleh dari campurannya dengan oksida logam lainnya, misalnya  $\text{V}_2\text{O}_5$  (kuning);  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (merah muda) dan  $\text{Sb}_2\text{O}_5$  (biru abu-abu) (Holleman dan Wiberg, 2001).  $\text{SnO}_2$  telah digunakan sebagai serbuk pemoles (Holleman dan Wiberg, 2001) dan kadang-kadang dikenal sebagai "serbuk dempul" (Taylor, 1942).  $\text{SnO}_2$  juga digunakan dalam sensor gas yang mudah terbakar (Joseph Watson), sensor alkohol (Mishra, 2002, hal 231-234) Penyelitan  $\text{SnO}_2$  dilakukan dengan berbagai senyawa yang diteliti, misalnya dengan  $\text{CuO}$  (Wang dkk., 2006, hal. 2502–2508). *Doping* dengan kobalt dan mangan, memberikan bahan yang dapat digunakan dalam logam tegangan

tinggi. (Dibb A., dkk., 2006, hal. 339–343). Timah dioksida dapat diselitkan ke dalam oksida besi atau mangan. (Punnoose, dkk, 2005). Timah oksida juga dikenal luas sebagai katalis (Gregory, 2002), misalnya timah oksida teremban karbon yang dapat digunakan untuk mengkatalis karbonilasi methanol (Omata et al., 1987), dan reaksi pembentukan uretan serta esterifikasi, dengan mekanisme reaksi seperti berikut (Evans, 1985):



Teknologi *nano* memungkinkan diproduksi timah oksida ( $\text{SnO}_2$ ) dalam ukuran sangat kecil dengan permukaan yang relatif besar sehingga sangat efektif bagi aplikasi katalis. Katalis  $\text{SnO}_2$  sebagai material *struktur nano* akhir-akhir ini banyak digunakan dalam teknologi sensor dan juga detektor gas. Misalnya  $\text{SnO}_2$  telah terbukti dapat digunakan untuk mendeteksi gas  $\text{H}_2\text{S}$  dalam jumlah renik (Chowdhuri, 2009).

Timah oksida alami berupa mineral kasiterit ( $\text{SnO}_2$ ), dengan sifat-sifat fisik yang dipengaruhi oleh keberadaan besi dan logam-logam lainnya, menyebabkan mineral berwarna kuning, hitam atau coklat kemerahan. Keberadaan pengotor dalam mineral menyebabkan mineral kurang efektif jika digunakan sebagai katalis. Oleh karena itu diperlukan usaha-usaha untuk memperoleh

mineral  $\text{SnO}_2$  murni. Pencucian mineral dengan berbagai pelarut tidak menghasilkan material dengan kemurnian yang tinggi. Usaha memurnikan  $\text{SnO}_2$  alami dapat juga dilakukan dengan reduksi oksida menjadi logamnya lalu diikuti dengan pemanasan timah di udara terbuka (Holleman, et al. 2001). Metode yang terakhir ini selalu menghasilkan  $\text{SnO}_2$  dengan defisiensi atom O, tidak stoikiometrik, dan luas permukaan partikelnya relatif kecil, sehingga kurang memberikan keuntungan jika digunakan sebagai katalis. Mekanisme lain perlu dilakukan untuk memperoleh material struktur *nano*  $\text{SnO}_2$  murni. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis struktur nano  $\text{SnO}_2$  dengan menggunakan bahan dasar timah hasil ekstraksi PT Timah (Tbk), Bangka.

## **METODE PENELITIAN**

Subjek dalam penelitian ini senyawa  $\text{SnO}_2$ . Objek penelitian ini adalah senyawa struktur *nano*  $\text{SnO}_2$  sebagai katalis pada berbagai reaksi kimia.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi logam Sn hasil olahan biji timah putih PT Timah (Persero) Tbk., Bangka), HCl (Aldrich, 99,9%), dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  (Aldrich, 35%). Sedangkan peralatan utama yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Difraktometer Sinar-X (XRD) Zhimadsu S6000, Spektrometer Infra-merah model

FTIR-8300/8700, dan Mikroskop Elektron Pemindai (SEM) model JEOL T330 A.

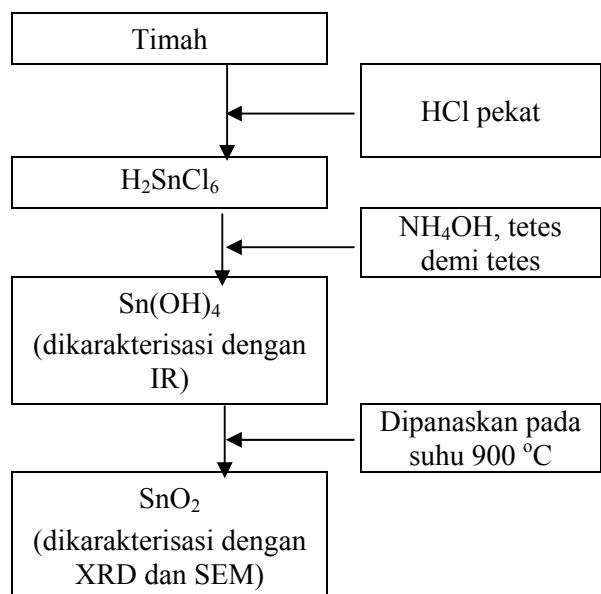
Senyawa struktur *nano* SnO<sub>2</sub> disintesis dengan cara melarutkan logam Sn ke dalam larutan HCl pekat dalam cawan porselin di lemari asam. Ke dalam larutan klorida tersebut kemudian ditambahkan NH<sub>4</sub>OH pekat tetes demi tetes. Kristal yang diperoleh kemudian disaring, dikeringkan, sebagian dikarakterisasi dengan spektrofotometer IR, dan sebagian lainnya kemudian dipanaskan dalam tungku pada suhu sekitar 900 °C selama 4 jam. Padatan putih yang dihasilkan kemudian didinginkan dan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

Data spektra infra-merah (IR) direkam dengan spektrofotometer infra-merah (IR) model FTIR-8300/8700 pada kisaran bilangan gelombang 400 cm<sup>-1</sup> sampai dengan 4000 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan data difraksi sinar-X (XRD) dikumpulkan dengan menggunakan difraktometer Zhimadsu S6000 yang memakai radiasi Cu K<sub>α</sub> monokromatik dengan panjang gelombang (λ) 1,5406 Å pada kisaran 2θ antara 5° sampai 90°. Spektroskopi elektron pemindai (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi permukaan sampel. Gambar SEM dikumpulkan dengan menggunakan mikroskop elektron JEOL T330 A yang beroperasi pada 15 keV.

Spektra infra-merah (IR) senyawa yang dianalisis didasarkan pada karakteristik

vibrasi atomik dalam senyawaan. Untuk mempelajari aspek kristalografi senyawa SnO<sub>2</sub> data difraksi sinar-X (XRD) dianalisis dengan metode Rietveld (Young, 1993) dengan menggunakan program WinPLOTR (Roisnel & Rodrigues-Carvajal, 2010).

Skema kerja penelitian ini adalah sebagai berikut:



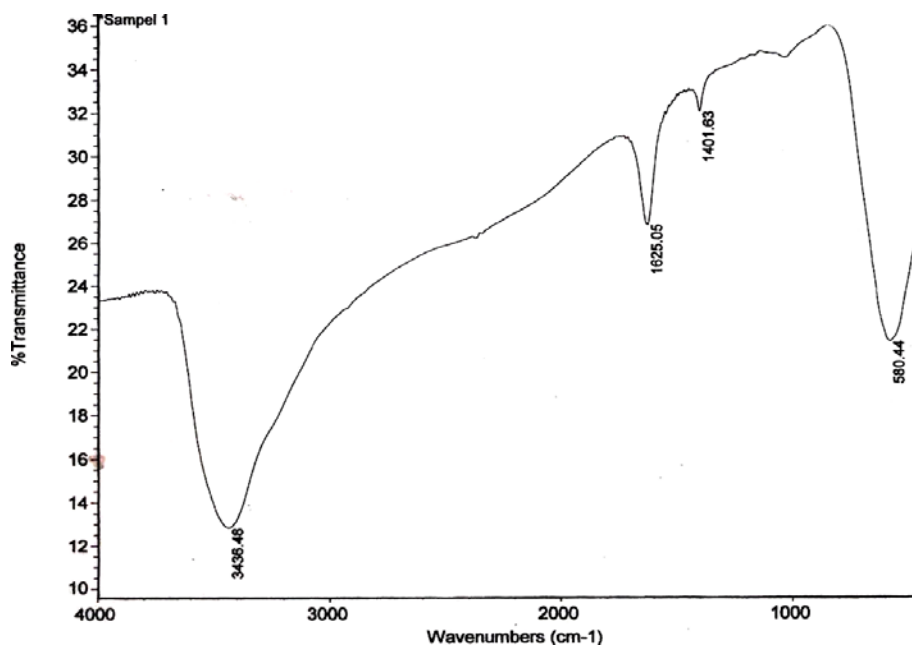
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa SnO<sub>2</sub> disintesis dengan cara melarutkan logam 4 gram Sn ke dalam larutan HCl pekat sedikit berlebihan dalam cawan porselin di lemari asam. Ke dalam larutan yang diperoleh kemudian ditambahkan NH<sub>4</sub>OH pekat (35 M) tetes demi tetes sampai pH campuran mencapai 7. Endapan berwarna putih yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan 5 mL larutan NH<sub>4</sub>OH 6 M dan 20 mL akuades, serta dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 4 jam.

Sebanyak 0,1 gram padatan putih yang telah kering dikarakterisasi dengan spektrofotometer IR. Data spektra infra-merah (IR) direkam dengan spektrofotometer infra-merah (IR) model FTIR-8300/8700 pada kisaran bilangan gelombang  $400\text{ cm}^{-1}$  sampai dengan  $4000\text{ cm}^{-1}$ .

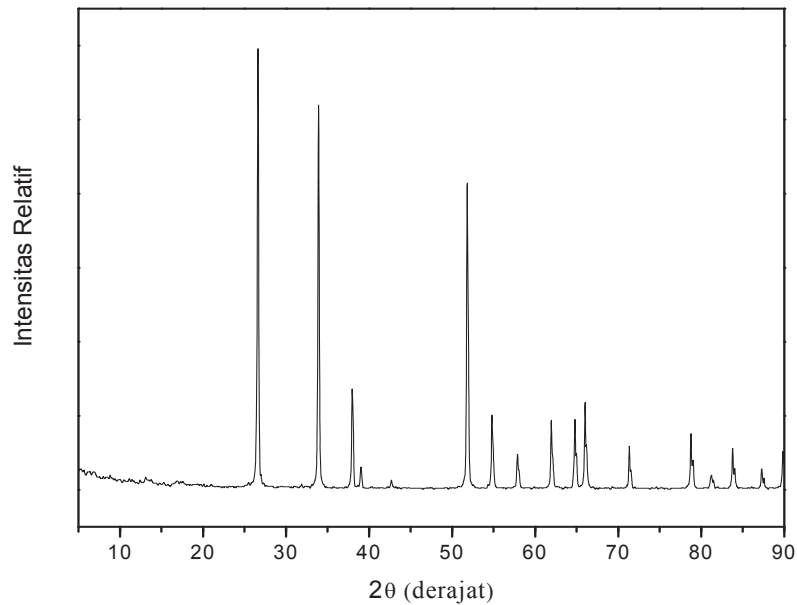
Gambar 1 menunjukkan spektrum IR  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ . Spektra pada bilangan gelombang 3700-3000, 1625 dan  $1401\text{ cm}^{-1}$  berturut-turut menunjukkan regangan OH, deformasi -OH dari air dan -NH dari amonia (Socrates, 1980). Pita -NH diduga mengindikasikan adanya pereaksi  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang tersisa sebagian setelah proses penyaringan dan pencucian endapan. Pita pada  $580\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan Sn-O pada Sn-O-H (Giuntini et.al., 1990).

Sebanyak 2 gram padatan kering kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu sekitar  $900\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Oksida yang dihasilkan kemudian didinginkan dan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM. Data difraksi sinar-X (XRD) dikumpulkan dengan menggunakan difraktometer Zhimadsu S6000 yang memakai radiasi  $\text{Cu K}_\alpha$  monokromatik dengan panjang gelombang ( $\lambda$ )  $1,5406\text{ \AA}$  pada kisaran  $2\theta$  antara  $5^\circ$  sampai  $90^\circ$ . Pola difraksi sinar-X  $\text{SnO}_2$  dapat dilihat pada Gambar 2. Untuk mempelajari aspek kristalografi data difraksi sinar-X (XRD) senyawa  $\text{SnO}_2$  dianalisis dengan metode Rietveld (Young, 1993) dengan menggunakan program WinPLOTR (Roisnel & Rodrigues-Carvajal, 2010).



Gambar 1. Spektrum IR  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ .

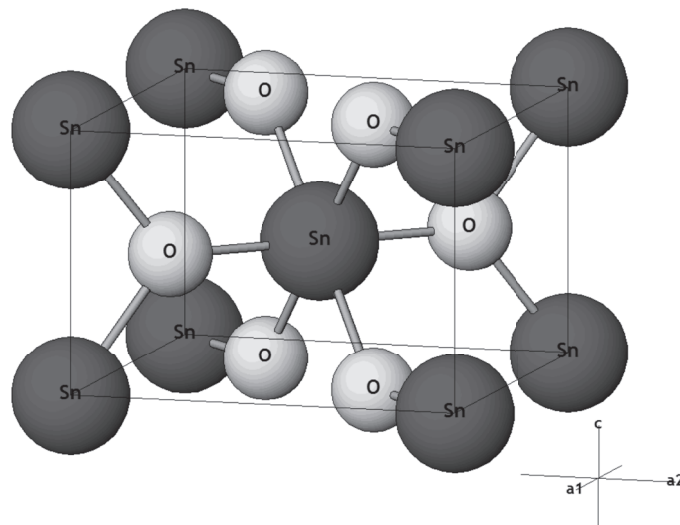




Gambar 2. Pola difraksi sinar-X (XRD) oksida SnO<sub>2</sub>.

Koordinat atom dan parameter kisi SnO<sub>2</sub> (Baur, 1956) dalam kelompok ruang  $P4_2/mnm$  tetragonal digunakan sebagai model awal dalam analisis Rietveld SnO<sub>2</sub>. Pada awal analisis dilakukan pemodelan dengan penempatan atom Sn pada (0 0 0) dan atom O pada (0,29685 0,29685 0) dengan

parameter kisi  $Z = 2$  dan  $a = b = 4,737 \text{ \AA}$  serta  $c = 3,185 \text{ \AA}$ . Analisis diakhiri setelah terdapat kesesuaian antara data dengan model, dan diperoleh koordinat atom Sn pada (0 0 0) dan atom O pada (0,304(1) 0,304(1) 0) dengan parameter kisi  $Z = 2$  dan  $a = b = 4,7337(2) \text{ \AA}$  serta  $c = 3,1841(3) \text{ \AA}$ . Struktur



Gambar 3. Struktur SnO<sub>2</sub>.

Tabel 1. Jarak Antaratom dan Sudut Antarikatan dalam Senyawa SnO<sub>2</sub>

Atom	Jarak antaratom (Å)	Ikatan	Sudut antaratom (°)
Sn'-O	2,0601(2)	O-Sn'-O *	80
Sn'-O'	2,0398(4)	O-Sn'-O ♦	100
Sn-O	2,0601(2)	O-Sn'-O'	90
Sn-O'	2,0601(2)	Sn-O-Sn'	130
		Sn-O-Sn	100

Keterangan:

Sn' = menempati situs pada pusat oktahedron.

Sn = menempati situs pada sudut trigonal.

O' = menempati situs yang terletak pada bagian dalam trigonal (internal).

O = menempati situs yang terletak pada bagian muka trigonal.

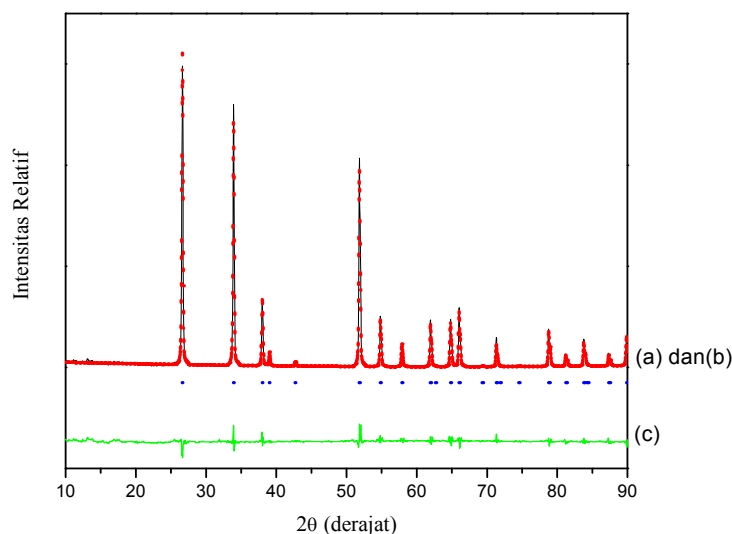
\* = atom pada situs-situs yang terletak pada muka yang sama trigonal.

♦ = atom pada situs-situs yang terletak pada muka trigonal yang berseberangan.

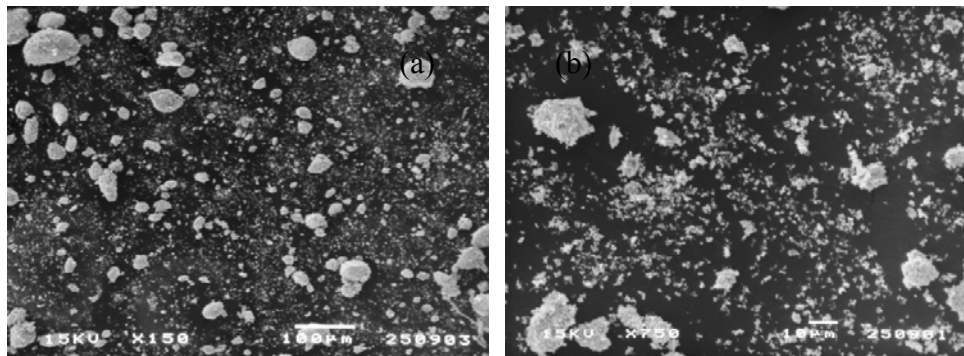
SnO<sub>2</sub> dapat dilihat pada Gambar 3. Atom pusat Sn' membentuk geometri oktahedron dengan 4 atom O dan 2 atom O'. Atom O internal membentuk geometri trigonal dengan 2 atom Sn dan 1 atom Sn'. Jarak antar atom dan sudut antar ikatan pada oksida SnO<sub>2</sub> dapat dilihat pada Tabel 1. Pola

difraksi sinar-X teramati, terhitung, dan perbedaannya disajikan dalam Gambar 4.

Spektroskopi elektron pemindai (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi permukaan sampel. Mikrograf SEM dikumpulkan menggunakan mikroskop elektron pemindai SEM JEOL T330 A yang ber-



Gambar 4. Pola Difraksi Sinar-X Teramati (a), Terhitung (b), dan Perbedaannya (c) untuk Senyawa SnO<sub>2</sub>.



Gambar 5. Mikrograf oksida SnO<sub>2</sub> pada Pembesaran 150 X (a) dan 750 X (b)

beroperasi pada 15 keV. Mikrograf oksida SnO<sub>2</sub> (Gambar 5) menunjukkan terdapatnya agregat partikel SnO<sub>2</sub> yang cenderung berbentuk bulat telur. Ukuran agregat bervariasi antara 1 sampai 100 µm.

Ukuran partikel kristal (*d*) ditentukan berdasarkan pita dengan intensitas maksimum pada pola difraksi sinar-X dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity & Stock, 2001) berikut:

$$d = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

dengan *K* adalah faktor bentuk yang dalam penelitian ini besarnya 0,9 (untuk kristal dengan ukuran lebih kecil dari 0,1 µm),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X (0,1505 nm),  $\beta$  adalah lebar setengah intensitas maksimum (0,3°), dan  $\theta$  adalah sudut Bragg (13,31°). Dengan demikian ukuran partikel kristal (*d*) adalah:

$$d = \frac{0,9 \times 0,1505}{0,3 \times \frac{2 \times 3,142}{360} \times \cos(13,31)} =$$

$$\frac{0,9 \times 0,1505}{0,0052 \times 0,7360} = 35,39 \text{ nm}$$

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan, bahwa senyawa SnO<sub>2</sub> dapat disintesis dari bahan baku timah hasil olahan pasir timah putih. Struktur SnO<sub>2</sub> termasuk dalam kelompok ruang *P4<sub>2</sub>/mnm* tetragonal dengan parameter kisi  $a = b = 4,7337(2) \text{ \AA}$  serta  $c = 3,1841(3) \text{ \AA}$ . Partikel oksida SnO<sub>2</sub> hasil sintesis berukuran 35,39 nm, dan dapat dikategorikan sebagai nanopartikel.

Untuk mengoptimalkan penelitian ini perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan kajian tentang pengujian senyawa SnO<sub>2</sub> sebagai adsorben atau detektor berbagai senyawa organik yang mudah menguap atau gas pencemar, dan pemanfaatan senyawa SnO<sub>2</sub> sebagai katalis berbagai reaksi.

## DAFTAR PUSTAKA

Baur, W.H. (1956). *Acta cryst.*, 9, 515-520.

- Carlin, F. (2010). Mineral information, USGS. <http://minerals.usgs.gov/minerals/>. Diakses pada tanggal 30 Oktober 2010.
- Chowdhuri, A., Haridas, D., Sreenivas, K. and Gupta, V. (2009). *International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems*, 2, 540-548.
- Cullity, B.D. and Stock, S.R. (2001). 'Elements of X-ray diffraction'. Prentice-Hall Inc.: Reading, 167-171.
- Dibb, A., Cilense, M., Bueno, P.R., Maniette, Y., Varela, J.A., and Longo E. (2006). *Materials Research*, 9, 339-343.
- Evans, C.J. and Karpel, S. (1985). *Organotin compounds in modern technology*. Amsterdam: Elsevier.
- Fu, G.C.(2002). *Pure Appl. Chem.*, 74, 33-36.
- Giuntini, J.C., Granier, W., Zanchetta, J. V. and Taha, A. (1990). *J. Mater., Sci. Lett.* 9, 1383.
- Greenwood, N.N. and Earnshaw, A. (1984). *Chemistry of the elements*. Oxford: Pergamon.
- Gregory, O.J., Luo, Q. and Crisman, E.E. (2002). *Thin Solid Films*, 406, 286-293.
- Holleman, A.F. and Wiberg, E. (2001). *Inorganic chemistry*. San Diego: Academic Press.
- Llorca, J., Homs, N., Fierro, J.L.G., Sales, J., and Piscina, P.R. (1997). *J. Catal.*, 166, 44-52.
- Mishra, S., Ghanshyam, C., Ram, N., Singh, S., Bapjai, R.P., Bedi, R.K. (2002). *Bulletin Material Science*, 25(3), 231-234.
- Omata, K., Yagita, H., Shikada, T., Fujimoto, K. and Tominaga, H. (1987). *Chemistry Letter.*, 2397-2398.
- Pamungkas, P. (2010). Kajian pertambangan timah kita. <http://klastik.wordpress.com>, Diakses pada tanggal 1 Maret 2010.
- Punnoose, J.H., Thurber, A., Engelhard, M. H., Kukkadapu, R.K., Wang, C., Shutthanandan, V. and Thevuthasan, S. (2005). *Phys. Rev.*, B 72(8), 054402.
- Roisnel, T. and Rodriguez-Carvajal, J. (2010). Win PLOTR. [cdifx.univ-rennes1.fr/winplotr](http://cdifx.univ-rennes1.fr/winplotr).
- Socrates, G. (1980). *Infrared characteristic group frequencies*. Wiley: New York.
- Taylor, F.S. (1942). *Inorganic & theoretical chemistry*. London: Heineman.
- Taylor, R.G. (1979). *Geology of tin deposits*. Canada: Elsevier Scientific Publishing.
- Wang, C-M., Wang, J-F., and Su, W-B. (2006). *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (8), 2502-250.
- Young, R.A., *The rietveld method*, 1<sup>st</sup> ed. (1993). New York: Oxford University Press.
- <http://adsabs.harvard.edu>. Diakses pada tanggal 10 Februari 2010.
- <http://id.wikipedia.org/wiki/Timah>. Diakses pada tanggal 23 Februari 2010.
- <http://sn-tin.info/production.html>. Diakses pada tanggal 3 Maret 2010.
- <http://timah.com/>. Diakses pada tanggal 23 Februari 2010.
- <http://www.biodiesel.gov.br>. Diakses pada tanggal 10 Februari 2010.
- <http://www.tekmira.esdm.go.id>. Diakses pada tanggal 1 Maret 2010.
- [http://www.lme.com/tin\\_graphs.asp](http://www.lme.com/tin_graphs.asp). Diakses pada tanggal 1 Maret 2010.
- US patent 4130673.