

## PENGARUH ADITIF SELULOSA TERHADAP KARAKTERISTIK OKSIDA TIMAH YANG DIPEROLEH MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL

M. Rofif Nurfaizi<sup>1</sup>, Muhamad Abdulkadir Martoprawiro<sup>1,2</sup>, I Putu Mahendra<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Jurusan Sains, Institut Teknologi Sumatera,  
Jl. Terusan Ryacudu, Way Huwi, Kec. Jati Agung, Kabupaten Lampung Selatan, Lampung,  
Indonesia

<sup>2</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi  
Bandung, Bandung, Indonesia

\*[i.mahendra@ki.itera.ac.id](mailto:i.mahendra@ki.itera.ac.id)

**ABSTRAK:** Material semikonduktor SnO<sub>2</sub> merupakan oksida logam yang memiliki banyak keunggulan sehingga dapat dimanfaatkan di berbagai bidang seperti fotokatalis, sensor gas, dan bahan baku film transparan. Pada penelitian ini, SnO<sub>2</sub> disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal. Prekursor yang digunakan adalah SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O. Tujuan dari penelitian ini adalah mengevaluasi pengaruh penambahan aditif selulosa terhadap karakteristik SnO<sub>2</sub> yang diperoleh. Tahapan sintesis SnO<sub>2</sub> diawali dengan melarutkan 0,9026 gram SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O dalam larutan etanol air (1:2 v/v). Selulosa ditambahkan dengan perbandingan massa terhadap Sn (II) masing-masing sebesar 1:1, 2:1 dan 3:1. pH suspensi Sn (II) diatur menjadi 2,6 dengan penambahan NaOH 5 M. Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 150°C selama 12 jam. Pengamatan secara kasat mata terhadap hasil sintesis tanpa aditif menunjukkan keberadaan serbuk hitam (SnO). Berbeda dengan hasil sintesis dengan aditif selulosa yang menunjukkan hanya serbuk warna putih kekuningan (SnO<sub>2</sub>). Perbedaan jenis oksida yang diperoleh pada proses sintesis didukung oleh hasil karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction*. Analisis *Scanning Electron Microscope* menunjukkan perbedaan morfologi pada oksida timah yang disintesis dengan menggunakan dan tanpa aditif.

**Kata Kunci:** Aditif; hidrotermal; karakteristik SnO<sub>2</sub>; selulosa.

**ABSTRACT:** SnO<sub>2</sub> semiconductor material is a metal oxide with many advantages, it can be used in various fields such as photocatalysts, gas sensors, and transparent film raw materials. In this study, SnO<sub>2</sub> was synthesized using the hydrothermal method, with SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O as the precursor. The purpose of this study is to evaluate the effect of cellulose additive to the characteristics of the obtained SnO<sub>2</sub>. The SnO<sub>2</sub> synthesis was begun by dissolving 0.9026 grams of SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O in an aqueous-ethanol solution (2:1 V/V). The tin oxide was prepared in the presence of additives, 1:1, 2:1, and 3:1 with the ratio additives to Sn (II). The pH of the Sn (II) suspension was adjusted to 2.6 with the addition of NaOH 5 M. The hydrothermal process was carried out at 150°C for 12 hours. Observation with the naked eye on the results of the synthesis without additives showed the presence of black powder (SnO). In contrast to the results of the synthesis with cellulose addition which showed only yellowish white powder (SnO<sub>2</sub>). The different types of oxides obtained in the synthesis process are supported by the results of characterization using x-ray diffraction. Scanning electron microscope analysis showed morphological differences in the synthesized tin oxide with and without additives.

**Keywords:** Additive; cellulose; characteristic of SnO<sub>2</sub>; hydrothermal.

## 1. PENDAHULUAN

Material semikonduktor merupakan material yang saat ini banyak diteliti karena keunggulan sifat elektroniknya dan penerapannya yang luas di berbagai bidang. Salah satunya adalah sebagai fotokatalis [5].

Berdasarkan survei oleh Scopus pada tahun 2017, terdapat total 40,000 tulisan mengenai aplikasi oksida logam sebagai fotokatalis.  $TiO_2$  dan  $ZnO$  adalah oksida logam yang paling banyak diteliti dengan jumlah tulisan berturut-turut 18,619 dan 2,404, sedangkan  $SnO_2$  menjadi yang paling sedikit dengan hanya sekitar 500 publikasi. Meskipun demikian,  $SnO_2$  memiliki karakteristik sebagai fotokatalis yang ideal. karena memiliki banyak kelebihan, seperti hambatan listrik yang rendah, konduktivitas listrik dan transparansi optik yang tinggi di daerah panjang gelombang sinar tampak [1].

Sintesis  $SnO_2$  dapat dilakukan melalui berbagai metode seperti presipitasi, hidrotermal, sol-gel, hidrolisis dan reduksi karbotermal. Hidrotermal banyak digunakan karena mudah, memiliki efisiensi tinggi, ekonomis dan ramah lingkungan [7]. Metode hidrotermal juga memungkinkan adanya kontrol ukuran butir partikel, morfologi, dan derajat kristalinitas dengan melakukan sedikit perubahan pada prosedur percobaan [8].

Sifat-sifat  $SnO_2$  dapat ditingkatkan dengan cara memperkecil ukuran partikelnya sampai ukuran nano [6]. Hal ini bisa dicapai dengan menambahkan zat aditif tertentu pada prekursor sebagai *stabilizing agent*. Selulosa adalah kandidat zat aditif yang memenuhi kriteria tersebut. Selulosa sangat melimpah di alam karena dapat diperoleh dari berbagai sumber, material ini juga tidak beracun dan ramah lingkungan. Dari penelitian, senyawa turunan selulosa, CMC (karboksimetil selulosa), dapat dijadikan sebagai *stabilizing agent* pada sintesis  $ZnO$  dengan ukuran partikel yang diperoleh yaitu 26 nm [3].

Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis partikel nano  $SnO_2$  menggunakan metode hidrotermal dengan penambahan selulosa sebagai zat aditif. Beberapa uji dilakukan dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui karakteristik partikel nano  $SnO_2$  yang diperoleh.

## 2. PERCOBAAN

### Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian kali ini adalah  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  (Himedia), selulosa mikrokristalin (Avicel PH 101), Etanol 99% (Xihua), Natrium Hidroksida 5 M, dan akuades.

### Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi: peralatan gelas, tabung sentrifuga dan sentrifuga (Gemmy PLC-05), oven (Mommert 30-1060), serta reaktor hidrotermal autoklaf (100 mL).

### Cara Kerja

#### Sintesis timah oksida

Sintesis timah oksida ( $SnO_x$ ) dilakukan dengan metode hidrotermal. Sebanyak 0,9026 gram  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  (4 mmol) dilarutkan dalam campuran pelarut air dan etanol dengan perbandingan 2:1 dan dilakukan pengadukan selama 30 menit [8] [2]. Setelah itu, NaOH 5 M ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan sambil dilakukan pengadukan hingga pH larutan menjadi 2,6 [2]. Suspensi kemudian dipindahkan ke dalam teflon *chamber* 100 mL dan dipasangkan ke *autoclave hydrothermal reactor* sebelum dipanaskan dalam oven yang telah diatur pada suhu  $150^\circ C$  selama 12 jam. Setelah dikeluarkan dari oven, reaktor dibiarkan dingin pada suhu ruang. Endapan timah oksida ( $SnO_x$ ) dipisahkan dari larutannya menggunakan sentrifuga selama 30 menit dan dicuci dengan akuades beberapa kali. Endapan timah oksida ( $SnO_x$ ) lalu dikeringkan pada suhu  $70^\circ C$  selama 12 jam.



Gambar 1. Hasil sintesis  $\text{SnO}_2$  (a) tanpa aditif selulosa (b) aditif 3:1 (c) aditif 2:1 (d) aditif 1:1.

### Sintesis timah oksida dengan aditif

Prosedur yang sama dilakukan sampai pada tahap pelarutan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Sebelum dilakukan pengadukan selama 30 menit, 0,495 gram selulosa ditambahkan kedalam larutan (perbandingan massa asam sitrat 1:1 terhadap  $\text{Sn}^{2+}$ ). Kemudian dilakukan perlakuan yang sama seperti sintesis tanpa zat aditif hingga mendapatkan timah oksida ( $\text{SnO}_x$ ). Percobaan diulangi dengan variasi perbandingan massa selulosa terhadap  $\text{Sn}^{2+}$  yaitu 2:1 dan 3:1.

### Karakterisasi

Beberapa uji dilakukan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical X'Pert PRO PW3040/x0, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM-6360LA untuk mengetahui karakteristik partikel nano  $\text{SnO}_2$  yang diperoleh.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

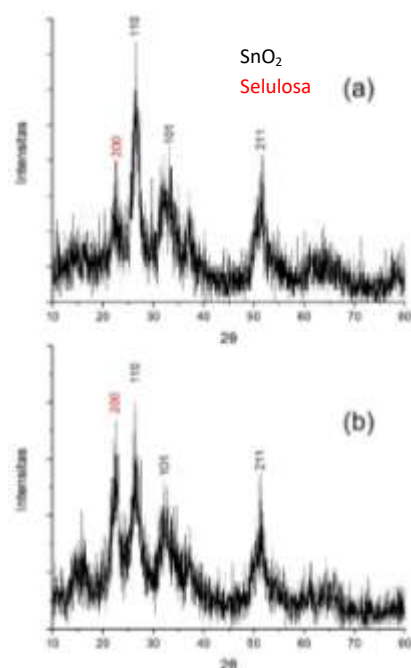
Sintesis  $\text{SnO}_2$  tanpa aditif dan dengan aditif selulosa melalui metode hidrotermal telah dilakukan. Terdapat 3 variasi rasio massa selulosa terhadap massa Sn (II), yaitu 1:1 ; 2:1 ; dan 3:1. Produk hasil sintesis diamati secara kualitatif dengan kasat mata dan didokumentasikan. Sintesis tanpa aditif menghasilkan produk berupa serbuk putih kekuningan dengan sedikit

teramati adanya butiran serbuk berwarna hitam. Serbuk hitam tersebut merupakan partikel timah (II) oksida ( $\text{SnO}$ ) [4]. Jumlah butiran hitam  $\text{SnO}$  sangat sedikit sekali, namun terlihat jelas diantara serbuk putih kekuningan.

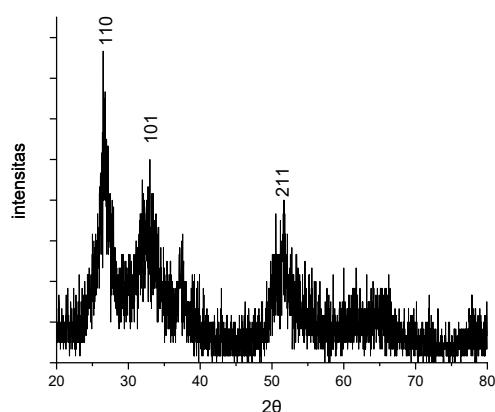
Sedangkan pada sintesis dengan tambahan selulosa, diperoleh produk berupa serbuk berwarna putih kekuningan tanpa teramatinya butiran hitam. Serbuk berwarna putih kekuningan tersebut merupakan partikel timah (IV) oksida ( $\text{SnO}_2$ ) [4]. Meskipun terdapat variasi penambahan selulosa, namun ketiganya memberikan hasil yang serupa. Hasil sintesis  $\text{SnO}_2$  dengan aditif dan tanpa aditif dapat dilihat pada Gambar 1.

Setelah dilakukan analisis XRD terhadap hasil sintesis dengan aditif selulosa, dihasilkan difraktogram yang dapat dilihat pada Gambar 2. Terlihat bahwa pada penambahan selulosa, puncak yang muncul merupakan sinyal milik  $\text{SnO}_2$ . Puncak utama terlihat pada  $2\theta$  (sudut difraksi)  $26,7^\circ$ ,  $33,97^\circ$ , dan  $51,8^\circ$  yang berturut-turut merupakan sinyal (110), (101), dan (211). Teramati juga puncak dengan intensitas yang tinggi pada sudut difraksi  $22,5^\circ$  yang merupakan sinyal dari mikrokristalin selulosa. Hal ini membuktikan bahwa proses hidrotermal tidak merusak struktur kristalin dari selulosa. Selulosa memiliki ikatan

glikosidik  $\beta$ -1,4 yang kuat, sehingga memiliki stabilitas termal yang baik. Oleh karena itu, selulosa tidak terdegradasi pada suhu reaksi hidrotermal ( $150^{\circ}\text{C}$ ). Perbedaan juga teramati pada difraktogram, puncak selulosa dengan sudut difraksi  $22,5^{\circ}$  (200) pada variasi 3:1, memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada variasi 1:1.



Gambar 2. Pola XRD hasil sintesis dengan aditif selulosa (a) 1:1, (b) 3:1

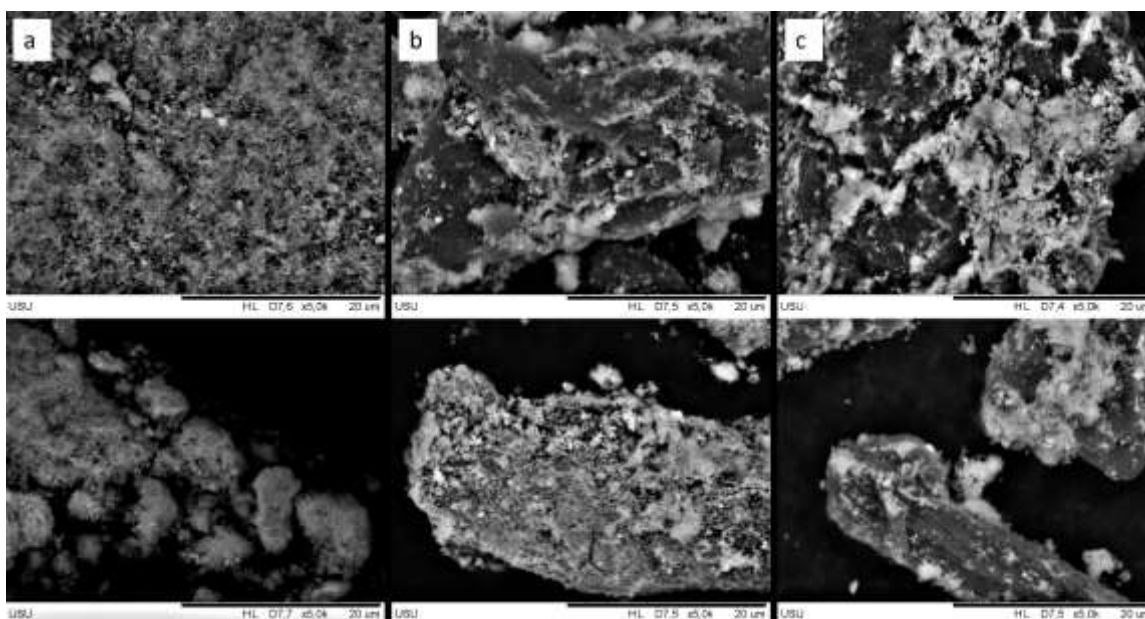


Gambar 3. Pola XRD hasil sintesis tanpa aditif.

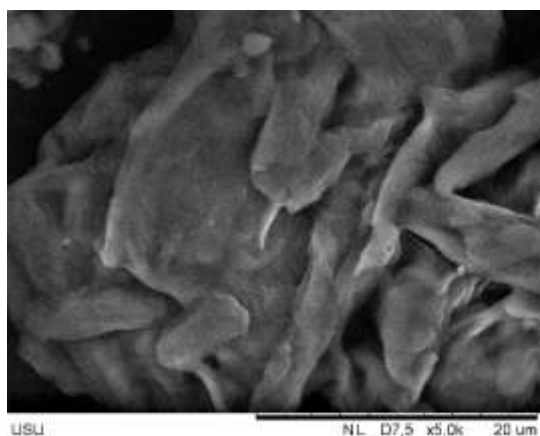
Analisis hasil sintesis tanpa aditif dengan XRD juga menghasilkan puncak-puncak utama milik  $\text{SnO}_2$ , yaitu pada sudut difraksi ( $2\theta$ )  $26,7^{\circ}$ ,  $33,97^{\circ}$ , dan  $51,8^{\circ}$  yang dapat dilihat pada Gambar 3. Jika membandingkan dengan hasil sintesis dengan aditif, terlihat bahwa hasil sintesis tanpa aditif memiliki kristalinitas lebih rendah dibandingkan dengan hasil sintesis dengan aditif. Hal tersebut dapat disimpulkan dari kecuraman puncak-puncak utamanya.

Keberadaan fase  $\text{SnO}$  pada hasil sintesis tanpa aditif yang teramati secara kasat mata berupa butiran berwarna hitam, terkonfirmasi setelah dilakukan analisis XRD. Pada sudut difraksi ( $2\theta$ )  $29,8^{\circ}$ , terlihat sinyal yang lebih kuat dibandingkan dengan pola difraksi hasil sintesis dengan aditif, dimana pada umumnya puncak-puncak yang muncul untuk  $\text{SnO}$  terdapat pada sudut difraksi ( $2\theta$ )  $29,8^{\circ}$ ;  $33,1^{\circ}$ ; dan  $37,2^{\circ}$ . Karena kadarnya sangat sedikit didalam campuran produk, intensitasnya pun sangat kecil.

Hasil analisis SEM pada sintesis tanpa aditif menunjukkan terbentuknya agregasi dari partikel-partikel  $\text{SnO}_2$ . Ukuran partikel  $\text{SnO}_2$  cukup beragam, dari mulai yang terkecil dibawah  $100\text{ nm}$ , hingga ke ukuran yang terbesar mencapai lebih dari  $2\ \mu\text{m}$ . namun bentuk partikelnya belum dapat diamati karena skala perbesaran alat yang terbatas. Sedangkan, pada hasil sintesis dengan tambahan aditif, kedua variasi (1:1 dan 3:1) memberikan hasil serupa. Partikel  $\text{SnO}_2$  yang terbentuk berada dipermukaan selulosa mikrokristalin yang jauh lebih besar. Analisis SEM mikrokristalin selulosa dapat dilihat pada Gambar 5. Distribusi ukuran partikel  $\text{SnO}_2$  juga tidak berbeda jauh dengan hasil sintesis tanpa aditif. Namun agregasi tetap terjadi, keberadaan selulosa didalam campuran prekursor tidak dapat mencegah terjadinya nukleasi yang berlanjut, sehingga partikel-partikel teragregasi membentuk ukuran yang lebih besar.



Gambar 4. SEM hasil sintesis (a) tanpa aditif, (b) selulosa 1:1, (c) selulosa 3:1.



Gambar 5. SEM mikrokristalin selulosa

#### 4. KESIMPULAN

Sintesis  $\text{SnO}_2$  tanpa aditif dan dengan aditif selulosa telah dilakukan. Berdasarkan pengamatan secara kasat mata dan didukung hasil analisis XRD dan SEM, adanya aditif selulosa mampu memberikan pengaruh terhadap fase timah oksida yang diperoleh. Sehingga hanya terbentuk fase  $\text{SnO}_2$  saja pada sintesis dengan aditif selulosa. Sedangkan pada sintesis tanpa selulosa, menghasilkan dua jenis timah oksida yaitu  $\text{SnO}_2$  dan  $\text{SnO}$ . Namun aditif selulosa tidak dapat membantu mencegah terjadinya agregasi, sehingga ukuran

partikel  $\text{SnO}_2$  masih berada direntang mikrometer.

#### 5. UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi (Ditjen Dikti) yang telah membantu pendanaan penelitian melalui Program Talenta Inovasi 2021.

#### 6. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Al-Hamdi, A. M., et al. (2017). Tin dioxide as a photocatalyst for water treatment: A review. *Process Safety and Environmental Protection* **107**: 190-205.
- [2] Huda, A., et al. (2019). Enhancing the visible-light photoresponse of  $\text{SnO}$  and  $\text{SnO}_2$  through the heterostructure formation using one-step hydrothermal route. *Materials Letters* **238**: 264-266.
- [3] Manoj, V., et al. (2014). Synthesis of  $\text{ZnO}$  Nanoparticles using Carboxymethyl Cellulose Hydrogel. *Asian Journal of Applied Sciences* **7(8)**: 798-803.

- [4] Orlandi, M. O. (2020). Tin oxide materials. *Tin Oxide Materials*: 1-9.
- [5] Serpone, N. and A. V. Emeline (2012). Semiconductor Photocatalysis - Past, Present, and Future Outlook. *J Phys Chem Lett* **3**(5): 673-677.
- [6] Sikhwivhilu, L. M., et al. (2011). Influence of citric acid on SnO<sub>2</sub> nanoparticles synthesized by wet chemical processes. *J Nanosci Nanotechnol* **11**(6): 4988-4994.
- [7] Tan, L., et al. (2011). Hydrothermal Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanostructures with Different Morphologies and Their Optical Properties. *Journal of Nanomaterials* **2011**: 1-10.
- [8] Viet, P. V., et al. (2016). The High Photocatalytic Activity of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles Synthesized by Hydrothermal Method. *Journal of Nanomaterials* **2016**: 1-8.