

**SINTESIS TIMAH (II) SULFAT (SnSO_4) MENGGUNAKAN
METODE ELEKTROLISIS SATU RUANG: PENGARUH
KONSENTRASI DAN WAKTU ELEKTROLISIS SERTA
PENGUNAANNYA DALAM PROSES
ELECTROREFINING TIMAH**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelara Sarjana Sains dalam Ilmu Fisika



Oleh:

SITI NURFADHILAH MURTADO

NIM: 2108026040

**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG**

2025

**SINTESIS TIMAH (II) SULFAT (SnSO_4) MENGGUNAKAN
METODE ELEKTROLISIS SATU RUANG: PENGARUH
KONSENTRASI DAN WAKTU ELEKTROLISIS SERTA
PENGUNAANNYA DALAM PROSES
ELECTROREFINING TIMAH**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelara Sarjana Sains dalam Ilmu Fisika



Oleh:

Siti Nurfadhilah Murtado

NIM: 2108026040

**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG**

2025

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Siti Nurfadhilah Murtado

NIM : 2108026040

Jurusan : Fisika

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul:

**"SINTESIS TIMAH (II) SULFAT (SnSO_4) MENGGUNAKAN
METODE ELEKTROLISIS SATU RUANG: PENGARUH
KONSENTRASI DAN WAKTU ELEKTROLISIS SERTA
PENGGUNAANNYA DALAM PROSES *ELECTROREFINING*
TIMAH"**

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian/karya saya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 15 Mei 2025

Pembuat Pernyataan



Siti Nurfadhilah Murtado

NIM: 2108026040



KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
Jl. Prof. Dr. Hamka Ngaliyan Semarang
Telp. 024-7601295 Fax. 7615387

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : "Sintesis Timah (II) Sulfat (SnSO_4) Menggunakan Metode Elektrolisis Satu Ruang: Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu Elektrolisis Serta Penggunaannya Dalam Proses *Electrorefining* Timah"

Penulis : Siti Nurfadhilah Murtado

NIM : 2108026040

Telah diujikan dalam sidang tugas akhir oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Fisika.

Semarang, 01 Juli 2025

DEWAN PENGUJI

Ketua Sidang,

Sekretaris Sidang,

Alwiyah Nurhayati, Ph.D
NIP. 198112112011012006

Penguji I,

Heni Sumarti, M.Si
NIP. 198710112019032009

Penguji II,

Agus Sudarmanto, M.Si
NIP. 197708232009121001

Pembimbing I,

Irfan Syid Prasetyo, M.Sc
NIP. 199712282019031009

Pembimbing II,

Dr. Hamdan Hadi Kusuma, M.Sc
NIP. 197703202009121002

Dr. Wahyu Bambang Widayatno
NIP. 198112112011012006

Pembimbing III,

Alwiyah Nurhayati, Ph.D
NIP. 198112112011012006



Digitally signed by Wahyu Bambang Widayatno
DN: cn=Wahyu Bambang Widayatno, ou=Fakultas Sains dan Teknologi, email=wahyu@iainwalisongo.ac.id, c=ID
Date: 2025.06.23 14:47:36 +0700

NOTA DINAS

Semarang, 15 Mei 2025

Yth. Ketua Program Studi Fisika
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum. wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan, dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : **Sintesis Timah (II) Sulfat (SnSO_4)
Menggunakan Metode Elektrolisis Satu
Ruang: Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu
Elektrolisis Serta Penggunaannya Dalam
Proses *Electrorefining* Timah**

Nama : **Siti Nurfadhilah Murtado**

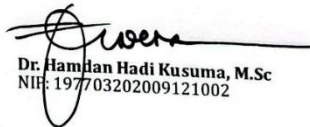
NIM : 2108026040

Jurusan : Fisika

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum. wr. wb.

Pembimbing I,



Dr. Hamdan Hadi Kusuma, M.Sc
NIP: 197703202009121002

NOTA DINAS

Semarang, 15 Mei 2025

Yth. Ketua Program Studi Fisika
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum. wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan, dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : **Sintesis Timah (II) Sulfat (SnSO_4) Menggunakan Metode Elektrolisis Satu Ruang: Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu Elektrolisis Serta Penggunaannya Dalam Proses *Electrorefining* Timah**

Nama : **Siti Nurfadhilah Murtado**

NIM : **2108026040**

Jurusan : **Fisika**

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum. wr. wb.

Pembimbing II,



Digitally signed by Wahyu
Bambang Widayatno
DN: cn=Wahyu Bambang
Widayatno, ou=Posat Riset Material
Maju, ou=SRN,
email=wahy036@brin.go.id, c=ID
Date: 2025.06.03 14:47:30 +0700

Dr. Wahyu Bambang Widayatno
NIP. 198112112011012006

NOTA DINAS

Semarang, 15 Mei 2025

Yth. Ketua Program Studi Fisika
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum. wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan, dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : **Sintesis Timah (II) Sulfat (SnSO_4) Menggunakan Metode Elektrolisis Satu Ruang: Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu Elektrolisis Serta Penggunaannya Dalam Proses *Electrorefining* Timah**

Nama : Siti Nurfadhilah Murtado

NIM : 2108026040

Jurusan : Fisika

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum. wr. wb.

Pembimbing III,



Alwiyah Nurhayati, Ph.D
NIP. 198112112011012006

MOTTO

“Langkah kecil hari ini adalah awal dari impian besar di masa depan”.

“A small step today is the beginning of a big dream tomorrow”.

(Siti Nurfadhilah Murtado)

“Teruslah menulis kisahmu sendiri, bahkan saat dunia ingin menghapusnya”.

“Keep writing your own story, even when the world tries to erase it”.

(Taylor Swift)

ABSTRAK

Indonesia menjadi salah satu negara dengan cadangan timah terbesar di dunia. Produk turunan timah salah satunya Timah (II) Sulfat (SnSO_4) yang berguna sebagai larutan dalam proses pemurnian timah. Pada penelitian ini, SnSO_4 disintesis dengan menggunakan metode elektrolisis kemudian SnSO_4 akan digunakan dalam proses *electrorefining* timah. Serbuk SnSO_4 yang optimal didapatkan pada sampel GS2560, GS5030, GS5060, GS7530 dan dikarakterisasi XRD, FTIR, dan 3D-OM. Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa diperoleh SnSO_4 berstruktur *orthorhombic* dengan puncak hkl (001), (002), (102), (212), (202), dan (020) serta ukuran kristal dari 53,68-99,85 nm. Pada spektrum FTIR muncul puncak pada rentang panjang gelombang 400-1290 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya ikatan S-O, Sn-O, S-O sebagai gugus fungsi SnSO_4 . Morfologi sampel SnSO_4 merepresentasikan serbuk kristal yang berbentuk prisma, berwarna putih jernih dan mengkilat. Peningkatan variasi konsentrasi dapat memperkecil hasil partikel SnSO_4 salah satunya dari ukuran partikel 187,6-158,7 nm. Peningkatan variasi waktu elektrolisis dapat memperbesar hasil ukuran partikel SnSO_4 salah satunya dari ukuran partikel 187,6-244,9 nm. Berdasarkan hasil SnSO_4 tersebut, SnSO_4 digunakan sebagai larutan dalam proses *electrorefining* timah serta hasil pemurnian timah dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD. Hasil berat kuantitas yang optimal diperoleh dari $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ yaitu 1,0609-10679 gr. Hasil XRF yang optimal dari elektrolit $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ yaitu 93,70%. Hasil XRD menunjukkan struktur timah berbentuk teragon dengan ukuran kristal sebesar 45,57-99,70 nm. Penggunaan elektrolit $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ dapat memperbanyak kuantitas dan kemurnian, akan tetapi dapat memperbesar partikel sampel.

Keyword: SnSO_4 , elektrolisis, electrorefining.

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya sehingga skripsi penulis dapat menyelesaikan dengan baik yang berjudul “Sintesis Timah (II) Sulfat (SnSO_4) Menggunakan Metode Elektrolisis Satu Ruang: Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu Elektrolisis Serta Penggunaannya Dalam Proses *Electrorefining* Timah”. Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suri teladan umat manusia.

Penulisan skripsi ini dilakukan sebagai bagian dari pemenuhan tugas akademik serta sebagai syarat untuk meraih gelar Sarjana Fisika di Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang. Dalam proses penyusunannya, penulis mendapatkan banyak bantuan, bimbingan, dorongan, doa, serta berbagai masukan dari banyak pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Nizar, M.Ag yang menjabat sebagai rektor UIN Walisongo Semarang.
2. Bapak Prof. Dr. H. Musahadi, M.Ag yang menjabat sebagai Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
3. Ibu Alwiyah Nurhayati, M.Si., Ph.D yang menjabat sebagai Ketua Prodi Fisika UIN Walisongo Semarang dan juga Dosen Pembimbing III yang senantiasa memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran, serta

mencurahkan waktu, tenaga, dan pemikirannya dalam proses penyusunan skripsi ini.

4. Bapak Dr. Wahyu Bambang Widayatno, selaku Dosen Pembimbing II sekaligus pembimbing dari BRIN-Serpong, yang dengan penuh kesabaran telah memberikan bimbingan dan arahan, serta mencurahkan waktu, tenaga, dan pemikiran dalam mendukung kelancaran penyusunan skripsi ini.
5. Bapak Dr. Hamdan Hadi Kusuma, S.Pd., M.Sc yang berperan sebagai Dosen Pembimbing I, dan telah sabar membimbing serta memberikan arahan dengan mencurahkan waktu, tenaga, dan pemikiran dalam proses penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Istikomah, M.Sc yang menjalankan peran sebagai Wali Dosen dan selalu membimbing, mengarahkan, serta memberikan semangat dalam perjalanan akademik.
7. Seluruh dosen, staf, serta civitas akademik di Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
8. Bapak Murtado beserta Ibu Nurjanah, orang tua tercinta yang sudah membimbing dan membesarkan penulis dengan cinta dan keikhlasan, serta tak pernah lelah mencurahkan doa dan dukungan baik dalam bentuk moril maupun materil sehingga tersusunnya skripsi ini.
9. Siti Maimunah dan Hilmatul Azzah Murtado, kakak-kakak tercinta yang terus mendukung dan memotivasi penulis, baik dalam bentuk semangat maupun bantuan materi.

10. Para asisten Kelompok Riset-HTMC kak Felli Rusumiyanti, kak Destia Nurika, dan kak Febbi yang selalu memberikan waktu luang, tenaga dan ide dalam penelitian skripsi ini.
11. Teman-teman material seperjuangan yang terkhusus penelitian di BRIN-Serpong, teman-teman Fisika 2021, dan teman-teman KKN Posko 69 Batang, yang selalu menemani keseharian dalam penyusunan skripsi.
12. Penulis menyampaikan penghargaan dan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah memberikan dukungan serta kontribusi, baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga proses penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.

Penulis memahami bahwa karya ilmiah ini masih memiliki keterbatasan dan belum sepenuhnya sempurna. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan masukan berupa kritik dan saran yang konstruktif sebagai bahan evaluasi dan perbaikan di masa mendatang. Harapannya, skripsi ini dapat memberikan manfaat, baik bagi penulis pribadi maupun bagi para pembaca secara umum.

Semarang, 15 Mei 2025

Siti Nurfadhilah Murtado
NIM: 2108026040

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
PERNYATAAN KEASLIAN	iii
PENGESAHAN	iv
NOTA PEMBIMBING.....	v
NOTA PEMBIMBING.....	vi
NOTA PEMBIMBING.....	vii
MOTTO	viii
ABSTRAK	ix
KATA PENGANTAR.....	x
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah	12
C. Batasan Masalah	13
D. Tujuan Penelitian	13
E. Manfaat Penelitian.....	13
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	14
A. Landasan Teori.....	14
B. Kajian Pustaka	33
C. Kerangka Berpikir.....	36
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	39

A. Jenis dan Desain Penelitian.....	39
B. Tempat dan Waktu	39
C. Alat dan Bahan.....	40
D. Prosedur Penelitian	43
E. Karakterisasi Sampel Timah (II) Sulfat	49
F. Karakterisasi Sampel Timah Murni dari Hasil Proses <i>Electrorefining</i>	51
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	53
A. Sintesis SnSO_4 Metode Elektrolisis	53
B. Pengujian Kualitatif SnSO_4 dengan <i>Iodine</i>	58
C. Karakterisasi Sampel SnSO_4	59
D. Proses Pemurnian Timah dengan <i>Electrorefining</i>	76
E. Karakterisasi Sampel Timah Murni dari Proses <i>Electrorefining</i>	82
BAB V PENUTUP	95
A. Kesimpulan.....	95
B. Saran.....	96
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN-LAMPIRAN	
DAFTAR RIWAYAT HIDUP	

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Kristal Sn (a) Timah Putih (b) Timah Abu-abu	
Gambar 2.2	Struktur Asam Sulfat (H_2SO_4)	
Gambar 2.3	Struktur Timah (II) Sulfat	
Gambar 2.4	Proses Rangkaian Elektrolisis	
Gambar 2.5	Skema Ilustrasi XRD	
Gambar 2.6	Skema Ilustrasi Spektrofotometri FTIR	
Gambar 2.7	Skema Ilustrasi Mekanisme 3D-Optical Microscope	
Gambar 2.8	Desain Sel dan Proses <i>Electrorefining</i> timah	
Gambar 2.9	Skema Ilustrasi Spektrometri XRF	
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	
Gambar 3.2	Skema ilustrasi sintesis SnSO_4 metode elektrolisis	
Gambar 4.1	SnSO_4 dengan variasi konsentrasi dan waktu (a) GS2515; (b) GS5015; (c) GS7515; (d) GS2530; (e) GS5030; (f) GS7530; (g) GS2560; (h) GS5060; (i) GS7560.	
Gambar 4.2	Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh waktu	
Gambar 4.3	Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh konsentrasi.	
Gambar 4.4	Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh waktu dan konsentrasi.	
Gambar 4.5	Hasil Plot W-H SnSO_4 (a) Pengaruh Waktu, (b) Pengaruh Konsentrasi, (c) Pengaruh Konsentrasi dan Waktu.	

- Gambar 4.6 Hasil Spektrum Karakterisasi FTIR SnSO_4 (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi; (c) pengaruh waktu
- Gambar 4.7 Hasil 3D-OM dan grafik persebaran distribusi SnSO_4 (a) GS2515 (b) GS2530 (c) GS2560 (d) GS5015 (e) GS5030 (f) GS5060 (g) GS7515 (h) GS7530 (i) GS7560.
- Gambar 4.8 Proses pemurnian Timah Murni melalui *Electrorefining*
- Gambar 4.9 Hasil proses *electrorefining* untuk mendapatkan timah murni (a) dengan penambahan $\text{SnSO}_4 + \text{DI}$; (b) dengan penambahan $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
- Gambar 4.10 Hasil karakterisasi XRD timah murni dari proses *electrorefining* (a) pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$; (b) pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
- Gambar 4.11 Salah satu puncak hkl (020) kristal pada hasil *electrorefining* timah yang mengalami regangan kisi (a) $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ (b) $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
- Gambar 4.12 Hasil Plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* dengan pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{DI}$ (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi (c) pengaruh konsentrasi dan waktu
- Gambar 4.13 Hasil Plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* dengan pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi (c) pengaruh konsentrasi dan waktu

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul	Halaman
Tabel 3.1	Alat-alat dalam penelitian	
Tabel 3.2	Bahan-bahan dalam penelitian	
Tabel 3.3	Hasil Preparasi H_2SO_4	
Tabel 3.4	Nomenklatur Sampel	
Tabel 4.1	Hasil Sintesis SnSO_4	
Tabel 4.2	Hasil Analisis XRD Serbuk SnSO_4 <i>Size-Strain</i> Metode <i>Debye Scherrer</i> , <i>Stokes Wilson</i> , dan <i>Williamson-Hall</i>	
Tabel 4.3	Hasil Spektrum Bilangan Gelombang Gugus Fungsi Sampel SnSO_4	
Tabel 4.4	Hasil ukuran rata-rata distribusi partikel SnSO_4	
Tabel 4.5	Potensial Standar Elektroda Pada Elemen-Elemen Logam Anoda Sn	
Tabel 4.6	Hasil Timah Murni dari Proses <i>Electrorefining</i> Timah	
Tabel 4.7	Hasil Karakterisasi XRF Pada <i>Electrorefining</i> Timah (SnSO_4 +DI)	
Tabel 4.8	Hasil Karakterisasi XRF Pada <i>Electrorefining</i> Timah (SnSO_4 + H_2SO_4)	
Tabel 4.9	Hasil Analisis <i>Electrorefining</i> Timah (SnSO_4 +DI <i>Water</i>) dan <i>Electrorefining</i> Timah (SnSO_4 + H_2SO_4) <i>Size-Strain</i> Metode <i>Debye Scherrer</i> , <i>Stokes Wilson</i> , dan <i>Williamson Hall</i>	

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pada tahun 2023, Indonesia mulai memasuki fase hilirisasi sumber daya alam sebagai bagian dari strategi pembangunan nasional (Siombo, 2023). Kebijakan hilirisasi mineral dijadikan sebagai salah satu instrumen fiskal (*fiscal tools*) untuk meningkatkan nilai tambah ekonomi dari komoditas mineral, memperbesar penerimaan negara, mendorong pertumbuhan ekonomi nasional, membuka peluang kerja, serta mendukung terciptanya pemerataan kesejahteraan bagi seluruh masyarakat Indonesia (Syahputra, 2018). Di sisi lain, permintaan global terhadap mineral logam seperti nikel, emas, perak, tembaga, dan timah menunjukkan peningkatan yang cukup signifikan (Siombo, 2023). Namun, industri pertimahan di Indonesia masih menghadapi tantangan, salah satunya adalah belum berkembangnya proses hilirisasi dalam sektor tersebut (Irzon, 2021).

Hilirisasi, yang juga dikenal sebagai down streaming atau penambahan nilai (*value-adding*), merupakan upaya untuk mengurangi ekspor bahan baku mentah dan mendorong pengembangan industri dalam negeri agar dapat memanfaatkan bahan tersebut. Hal ini

bertujuan meningkatkan nilai tambah domestik serta menciptakan lapangan kerja (Deddy et al., 2023). Urgensi terjadinya hilirisasi yaitu meningkatkan nilai tambah produk sehingga membuat lebih banyak hasil hilirasasi yang dieskpor. Selain itu juga untuk meminimalisir impor barang-barang mineral turunan yang diganti dengan mengolah mineral mentah menjadi mineral turunan yang berfungsi untuk memotong tali rantai impor bahan mineral turunan yang akan diproduksi sendiri mineral turunannya, salah satunya mineral yang akan diturunkan adalah timah (Wau et al., 2024). Sejalan dengan itu, pemerintah memberlakukan larangan ekspor timah mentah sejak Juni 2023 sesuai dengan Undang-Undang Nomor 3 Tahun 2020 guna mendorong hilirisasi timah. Namun, keberhasilan kebijakan ini harus didukung dengan penguasaan teknologi hilirisasi produk timah (Pramudita et al., 2023). Di sisi lain, teknologi hilirisasi sintesis turunan timah memerlukan biaya yang tinggi, sehingga peneliti berupaya menghadirkan solusi hilirisasi timah yang lebih ekonomis dan ramah lingkungan melalui metode seperti penghancuran (*crushing*), penggilingan (*grinding*) (López et al., 2018), peleburan (*smelting*) (Moosavi-Khoonsari & Mostaghel, 2024) dan pemurnian (*refining*) (Su et al., 2017).

Indonesia menjadi salah satu negara dengan cadangan timah terbesar di dunia dengan total deposit sekitar

0,8 juta metrik ton (Pramudita et al., 2023). Cadangan timah Indonesia telah ditambang lebih dari 300 tahun. Cadangan timah di Indonesia telah dieksploitasi selama lebih dari 300 tahun. Cadangan tersebut tersebar di wilayah yang membentang lebih dari 800 kilometer yang dikenal sebagai Sabuk Timah Indonesia (*The Indonesian Tin Belt*) (Harahap, 2016). Pada tahun 2021, produksi timah nasional mencapai 70 ribu ton. Namun, sayangnya lebih dari 95% produksi tersebut diekspor dalam bentuk timah murni batangan. Timah dipilih sebagai logam ekonomis karena harganya yang lebih rendah dibandingkan logam lain seperti perak atau emas (Syahputra, 2018). Harga timah *ingot* di pasaran dunia sekisar 25.000 USD/ton, sementara produk turunan timah berkisar 40.000 USD/ton (Widodo & Syari'udin, 2024). Hal inilah yang menjadi perbedaan harga cukup signifikan agar mineral timah bisa diolah dengan lebih baik lagi. Bijih timah yang berasal dari tambang laut maupun tambang darat dengan kadar Sn antara 20-30% diolah di pusat pencucian bijih untuk memisahkan mineral pengotor dan meningkatkan kadar timah hingga mencapai 72-74%. Kadar ini merupakan syarat utama untuk proses peleburan guna menghasilkan produk turunan timah yang berkualitas lebih tinggi (Ilham & Fadhilah, 2021).

Timah (Sn) adalah logam dengan nomor atom 50, memiliki berat jenis 7,3 g/cm³, serta terdiri dari 10 isotop

stabil. Logam ini berwarna putih keperakan, memiliki kekerasan rendah, bersifat mengkilap, mudah dibentuk, serta memiliki konduktivitas panas dan listrik yang tinggi (Ilham & Fadhilah, 2021). PT. Timah Tbk., salah satu perusahaan pengolahan timah terbesar di Indonesia, telah melakukan diversifikasi produk turunan timah (Sulistiyono et al., 2017). Produk yang dihasilkan oleh anak perusahaan PT. Timah Tbk., yaitu PT. Timah Industri, meliputi *Stannic Chloride* (SnCl_2), *Dimethyltin Dichloride* (DMT), dan *Methyltin Stabilizer* (MTS). Selain produk-produk tersebut, PT. Timah Tbk. juga berencana mengembangkan produk baru berupa Timah (II) Sulfat (SnSO_4) yang berasal dari timah murni (Tajuddin et al., 2021). Hipotesis sementara metode dan teknologi yang tepat untuk mengolah timah menjadi Timah (II) Sulfat masih belum ditemukan (Anggraini et al., 2019).

Timah (II) sulfat (SnSO_4) merupakan senyawa kimia berbentuk padatan kristal berwarna putih hingga kuning yang mudah bereaksi dengan kelembaban. Senyawa ini banyak digunakan dalam industri dan manufaktur, khususnya sebagai bahan untuk elektroplating dan produk perawatan permukaan logam. Timah (II) sulfat juga digunakan dalam produksi perekat, *sealant*, dan polimer. Selain itu timah (II) sulfat juga dapat digunakan di dalam campuran semen, mortar, beton, tambahan larutan elektrolit baterai, dan tambahan larutan elektrolit pada pemurnian

timah (Petrus et al., 2022). Kelarutan timah sulfat di dalam air adalah 33,4 g/100 mL dan densitas timah sulfat 4,15 g/cm³. Keunggulan timah sulfat dibandingkan dengan timah murni yaitu kemampuannya yang mudah larut dalam air dan asam, serta tingkat kompatibilitasnya yang tinggi dengan berbagai jenis sulfat. Sebagian besar senyawa bubuk timah sulfat memiliki kelarutan dalam air yang lebih baik dibandingkan senyawa fluorida dan oksida (Donaldson & Puxley, 1972).

Salah satu metode untuk mendapat SnSO₄ yang telah dikembangkan yaitu *electrostatic precipitator* oleh Petrus et al., 2022 menggunakan elektroda timah dan titanium serta larutan H₂SO₄. Hasil yang didapatkan berupa serbuk timah (II) sulfat berwarna kekuningan dengan kemurnian sebesar 93%. Variasi yang digunakan adalah tegangan operasi dan konsentrasi larutan H₂SO₄. Semakin tinggi konsentrasi larutan H₂SO₄ dan tegangan operasi, timah (II) sulfat yang dihasilkan semakin banyak (Petrus et al., 2022). Begitupula dengan hasil penelitian Tajuddin et al., 2021 yang menunjukkan hasil dengan variasi konsentrasi larutan H₂SO₄ menghasilkan serbuk yang semakin banyak (Tajuddin et al., 2021).

Indikator variasi konsentrasi larutan berperan penting dalam meningkatkan kuantitas dan kemurnian serbuk Timah (II) Sulfat (Firdharini et al., 2024). Semakin

tinggi variasi konsentrasi larutan menyebabkan jumlah ion H^+ dan SO_4^{2-} yang ada di dalam larutan semakin banyak, kemudian semakin banyak jumlah ion H^+ dan SO_4^{2-} menyebabkan atom terionisasi sehingga massa yang menempel pada katoda semakin banyak (Ilham & Fadhilah, 2021). Begitu juga dengan variasi waktu proses sintesis akan menentukan seberapa banyak meningkatkan kuantitas dan kemurnian produk (Firdharini et al., 2024). Semakin lama waktu proses elektrolisis maka semakin banyak katoda yang tereduksi dari anoda (Mulyani et al., 2019). Anoda dan katoda yang tereduksi terjadi karena adanya energi listrik. Energi listrik berfungsi untuk menggerakkan elektron ke katoda kemudian elektron ditarik lagi menuju anoda. Maka diperoleh dugaan sementara tersebut yang dikemukakan oleh Hukum Faraday I bahwa pengaruh waktu proses elektrolisis berbanding lurus dengan massa produk (Ilham & Fadhilah, 2021).

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Tajuddin et al., 2021 untuk sintesis *Stannous chloride* ($SnCl_2$) and *Stannous sulfate* ($SnSO_4$) metode yang digunakan *co-precipitation* dengan variasi konsentrasi, suhu, dan ukuran bubuk menghasilkan bubuk timah yang optimal dengan presentase 95% serta ukuran dari serbuk bubuk timah sebesar 500 mesh setara dengan 0,05mm. Semakin tinggi

konsentrasi maka semakin tinggi pula produk akhir yang dihasilkan (Tajuddin et al., 2021).

Sintesis timah sulfat untuk aplikasi perekat, sealant, dan polimer yang telah dilakukan oleh Rathore et al., (2019) menggunakan metode deposisi *in-situ*. Bahan yang digunakan dari SnCl_4 dan *ammonium sulfate*. Serbuk timah sulfat yang dihasilkan berukuran 45 nm. Penelitian sintesis timah sulfat untuk aplikasi campuran semen, mortar, beton telah dilakukan oleh Gao et al., (2018) menggunakan *mechanical method*. Bahan yang digunakan yaitu SnCl_4 dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Penggunaan bahan SnCl_4 lebih mudah teroksidasi dibandingkan bahan Sn murni, oleh sebab itu sintesis timah sulfat yang dihasilkan akan berwarna kuning. Serbuk timah sulfat yang dihasilkan berukuran 20 nm.

Sintesis SnSO_4 dapat dilakukan dengan penggunaan larutan asam sulfat (H_2SO_4) baik melalui metode *co-precipitation* (Firdharini et al., 2024) ataupun metode elektrolisis yang akan dilakukan. Asam sulfat (H_2SO_4) menyediakan ion sulfat (SO_4^{2-}) yang dibutuhkan untuk membentuk Timah (II) Sulfat (SnSO_4). Selama proses sintesis, ion timah (Sn^{2+}) yang dihasilkan oleh anoda akan bereaksi dengan ion sulfat dari larutan H_2SO_4 membentuk SnSO_4 . Dari proses sintesis dengan menggunakan larutan asam sulfat, indikator penting dari larutan asam sulfat dengan memvariasikan konsentrasi larutan H_2SO_4 (Meibuhr

et al., 1963). Pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Petrus et al., 2022) menggunakan variasi konsentrasi yang terbukti meningkatnya serbuk timah sulfat pada konsentrasi 0,6 M. Kemudian pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Mulyani et al., 2019) menggunakan variasi waktu yang dihasilkan serbuk timah sulfat meningkat pada waktu proses 30 menit, begitupula yang telah dilakukan oleh (Firdharini et al., 2024) menggunakan variasi waktu yang terbukti meningkatnya serbuk timah sulfat pada waktu 1 jam.

Senyawa turunan timah dapat diperoleh melalui beberapa metode, antara lain metode mekanik (*Mechanical/Pulverization method*), metode kimia (*Chemical method*), metode elektrolisis (*Electrolysis method*), dan metode atomisasi (*Atomization method*) (Mulyani et al., 2019). Dari proses sintesis tersebut diperlukan proses post-treatment antara larutan dengan padatan seperti dekantasi dan sentrifugasi. Pada sentrifugasi berguna untuk memisahkan partikel yang halus dan membutuhkan waktu pemisahan cepat (Yick et al., 2018). Pada dekantasi berguna untuk memisahkan partikel yang kasar dan besar sehingga tidak membutuhkan filter atau alat tambahan lainnya (Pereira et al., 2014).

Solusi untuk sintesis SnSO_4 menggunakan elektrolisis atau yang biasa dikenal dengan elektrokimia adalah proses yang melibatkan pemecahan atau pemisahan

larutan menjadi komponen-komponennya dengan mengalirkan arus listrik melalui dua elektroda yang tercelup dalam larutan. Dalam penelitian ini, elektroda yang digunakan adalah timah sebagai anoda dan karbon jenis grafit sebagai katoda (Vidakovic-koch, 2020). Elektrolisis telah diketahui selama lebih dari dua abad dan dianggap sebagai teknologi masa depan yang bersih dan efisien dalam menghasilkan hidrogen dengan memanfaatkan listrik dari sumber energi terbarukan seperti angin, matahari, air, dan panas bumi. Teknologi ini juga dikenal ramah lingkungan (Khan et al., 2018). Keunggulan metode elektrolisis berupa metode sintesis yang bersih, ramah lingkungan, dan lebih efisien daripada metode sebelumnya. Selain itu metode elektrolisis memiliki tingkat produksi yang cepat dan stabil (Cheng et al., 2016).

Berdasarkan hal tersebut, SnSO_4 akan diaplikasikan sebagai tambahan larutan elektrolit pada pemurnian timah. Pelarut yang digunakan pada elektrolit berupa *DI Water* dan H_2SO_4 . Pemilihan pelarut tersebut didasarkan pada SnSO_4 yang larut dalam larutan air dan asam (Son et al., 2015). Pada penelitian ini dibahas mengenai proses pembuatan serbuk SnSO_4 dengan metode elektrolisis sebagai larutan elektrolit dalam proses *electrorefining* timah. Pada penelitian pemurnian timah yang telah dilakukan oleh (Rimaszeki et al., 2012) menggunakan elektrolit asam

berupa HCl. Serbuk timah murni yang dihasilkan dari proses *electrorefining* dengan pengulangan 3 kali proses mendapatkan timah murni sebesar 99%. Selanjutnya, penelitian *electrorefining* timah oleh (Kekesi, 2013) melakukan pemurnian dari logam timah. Penggunaan elektrolit berupa HCl dan penambahan SnCl yang menghasilkan kemurnian timah sebesar 99%. Kemudian penelitian *electrorefining* timah yang telah dilakukan oleh (Aromaa, 2022) menggunakan larutan air yang dicampur dengan zat aditif untuk menghasilkan kemurnian logam timah yang tinggi.

Pemilihan dalam proses pemurnian timah melalui *electrorefining* (Lee et al., 2015) memiliki keunggulan dibandingkan metode pemurnian lainnya seperti *pyrometallurgical* yang membutuhkan konsumsi energi lebih tinggi dan menimbulkan pencemaran yang lebih tinggi (Bezuidenhout et al., 2013). Disisi lain proses *electrorefining* memiliki keunggulan pemurnian logam yang tinggi, konsumsi energi yang rendah, dan rendahnya tingkat pencemaran lingkungan. *Electrorefining* membutuhkan elektrolit dalam bentuk elektrolit alkali dan elektrolit asam untuk menghasilkan timah murni. Penggunaan elektrolit asam lebih stabil dan efisien (Zhang et al., 2024) dibandingkan dengan elektrolit basa yang membutuhkan suhu pemanasan tinggi (Dobó et al., 2012).

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan belum ada penelitian tentang sintesis serbuk SnSO_4 dengan metode elektrolisis sebagai larutan dalam proses pemurnian sehingga peneliti melakukan penelitian.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi larutan asam sulfat terhadap timah sulfat (SnSO_4) yang dihasilkan melalui metode elektrolisis?
2. Bagaimana pengaruh waktu proses elektrolisis terhadap timah sulfat (SnSO_4) yang dihasilkan melalui metode elektrolisis?
3. Bagaimana kinerja Timah (II) Sulfat (SnSO_4) sebagai larutan elektrolit dalam proses *electrorefining* timah?

C. Batasan Masalah

1. Bahan yang digunakan untuk membuat timah sulfat adalah timah murni 99% dari PT. Timah tbk.
2. Metode sintesis SnSO_4 yang digunakan elektrolisis.
3. Metode pemurnian timah berupa *electrorefining*.
4. Karakterisasi timah sulfat yang digunakan XRD, FTIR, dan 3D-OM.
5. Karakterisasi timah murni dari proses *electrorefining* yang digunakan yaitu XRF dan XRD.

D. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi larutan asam sulfat terhadap timah sulfat (SnSO_4) yang dihasilkan melalui metode elektrolisis.
2. Untuk mengetahui pengaruh waktu proses elektrolisis terhadap timah sulfat (SnSO_4) yang dihasilkan melalui metode elektrolisis.
3. Untuk mengidentifikasi kinerja Timah (II) Sulfat (SnSO_4) sebagai larutan elektrolit dalam proses *electrorefining* timah.

E. Manfaat Penelitian

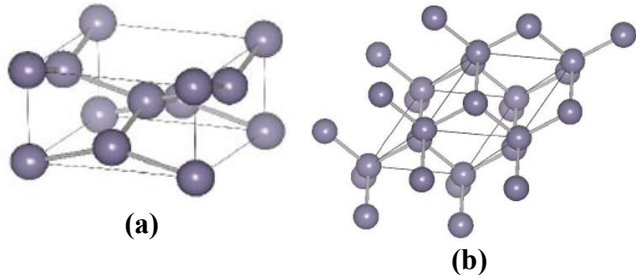
1. Sebagai salah satu produk turunan timah dengan nilai ekonomi yang lebih tinggi.
2. Sebagai sumber informasi mengenai pembuatan Timah (II) Sulfat menggunakan metode elektrolisis yang ramah lingkungan.
3. Sebagai salah satu aspek pengembangan teknologi dalam meningkatkan kualitas timah murni melalui proses *electrorefining* timah.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Landasan Teori

1. Timah



Gambar 2.1. Struktur Kristal Sn (a) Timah Putih (b) Timah Abu-abu (Na & Park, 2010).

Timah merupakan unsur kimia pada tabel periodik yang memiliki simbol Sn (dari Bahasa Latin *stannum*) dan nomor atom 50. Logam ini berwarna putih keperakan, memiliki tingkat kekerasan yang rendah, tampak mengkilap, mudah ditempa, serta memiliki kemampuan menghantarkan panas dan listrik yang tinggi (Ilham & Fadhilah, 2021). Pada tahap awal, timah dapat dikenali dalam bentuk mineral kasiterit (*cassiterite*) yang merupakan senyawa oksida, memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan tidak mudah berkarat (Prihatin & Pratiwi, 2023). Timah kerap dijumpai dalam bentuk logam campuran (paduan) dan sering

digunakan sebagai pelapis logam lain untuk mencegah korosi (Afandi et al., 2015).

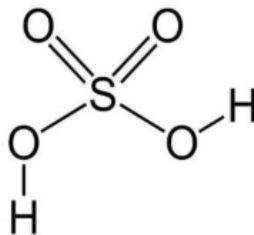
Sifat fisika dari timah diantaranya yaitu memiliki 2 allotropi, pada suhu ruang berwarna putih. Struktur kristal timah (*rutile*) *tetragonal* seperti Gambar 2.1 (a) yang dikenal dengan timah putih, akan tetapi pada suhu tertentu dapat merubah bentuknya menjadi struktur *diamond* kubus seperti Gambar 2.1 (b) yang dikenal dengan timah *gray* (Na & Park, 2010). Titik leleh timah 232°C dan titik didih timah 2623°C. Sifat kimia dari timah lebih reaktif dan elektropositif jika dibandingkan dengan germanium walaupun tergolong amphoteric dalam lingkungan berair (Prasetyo et al., 2021). Timah sangat stabil terhadap air dan udara pada suhu ruangan, tetapi ketika timah diuapkan di air akan menghasilkan SnO_2 dan H_2 . Timah dan dengan udara atau oksigen dengan pemanasan juga bisa menghasilkan SnO_2 (Pramudita et al., 2023).

Timah sebagian besar digunakan untuk keperluan solder, produksi pelat timah dan senyawa-senyawa *organotin* (Petrus et al., 2022). Timah digunakan dalam industri kimia dan kosmetik (Mukaromah et al., 2024), serta digunakan secara luas dalam industri elektronik, seperti untuk proses pelapisan logam, sistem perpipaan, papan sirkuit komputer, telepon seluler, dan

berbagai jenis panel listrik lainnya (Irzon, 2021), industri farmasi, agrokimia, pelindung kayu, penahan kebakaran, logam yang bersifat ramah lingkungan dan aman digunakan sebagai bahan kemasan kaleng untuk makanan maupun minuman tanpa menimbulkan risiko bagi kesehatan manusia (Surya et al., 2020).

Timah mempunyai beberapa turunan timah yang telah dikembangkan oleh anak perusahaan PT. Timah Tbk, yaitu PT. Timah Industri, antara lain Stannic Chloride (SnCl_2), Dimethyltin Dichloride (DMT), dan Methyltin Stabilizer (MTS). Di samping ketiga produk tersebut, timah sulfat juga termasuk salah satu turunan logam timah yang memiliki nilai ekonomi dan manfaat yang lebih tinggi (Tajuddin et al., 2021).

2. Asam Sulfat



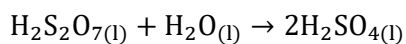
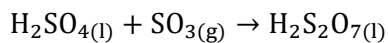
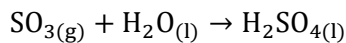
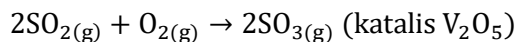
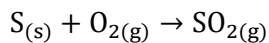
Gambar 2.2. Struktur Asam Sulfat (H_2SO_4)

(Putri et al., 2019)

Asam sulfat dengan rumus kimia H_2SO_4 merupakan salah satu asam anorganik yang tergolong

kuat dengan struktur yang diilustrasikan pada Gambar 2.2. Zat tersebut memiliki kelarutan tinggi dan dapat bercampur dengan air dalam semua rasio (Fuad et al., 2019). Asam sulfat dengan kemurnian 100% sebenarnya dapat disintesis, namun pada titik didihnya akan melepaskan SO_3 sehingga menghasilkan asam sulfat dengan konsentrasi 98,3%. Konsentrasi 98% ini umumnya dikenal sebagai asam sulfat pekat (Putri et al., 2019). Asam sulfat murni berbentuk cairan bening menyerupai minyak, sehingga pada masa lampau disebut sebagai minyak vitriol (Selfi Monica Aura, 2018).

Reaksi-reaksi kimia yang terjadi baik reaksi pembentukan asam sulfat sendiri maupun reaksi dengan asam sulfat sebagai reaktan pada beberapa proses ditunjukkan seperti berikut (Bani et al., 2023):



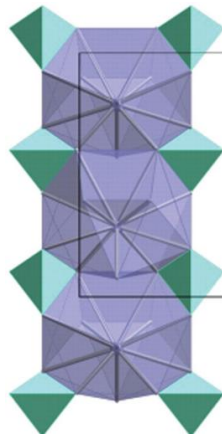
Asam sulfat memiliki beberapa sifat fisik, di antaranya titik didih sebesar 337°C (610 K), titik leleh 10°C (283 K), dan massa molar sebesar 98,08 g/mol. Tekanan uapnya sangat rendah, yaitu kurang dari 10 Pa pada suhu 20°C (diabaikan), dengan tingkat keasaman (pKa) 1,98 pada suhu ruang, serta viskositas sebesar 26,7 cP pada suhu 20°C . Asam ini mudah larut dalam air dingin, dapat larut dalam alkohol 95%, dan bersifat mudah menguap (Selfi Monica Aura, 2018).

Penggunaan asam sulfat dapat ditemui diantaranya di dalam pemrosesan air limbah, pemrosesan penyulingan minyak bumi, penghilangan zat-zat pengotor, industri otomotif pembuatan baterai (Bani et al., 2023). Asam sulfat turut dimanfaatkan sebagai elektrolit dalam proses pembuatan baterai yang digunakan di industri otomotif, sintesis dengan logam yang akan membentuk logam sulfat encer (Putri et al., 2019).

3. Timah (II) Sulfat

Timah (II) sulfat (SnSO_4) merupakan padatan kristal berwarna putih sampai kuning yang rentan terhadap pengaruh kelembaban (Petrus et al., 2022). Kelarutan timah sulfat di dalam air adalah 33,4 g/100 mL dan densitas timah sulfat $4,15 \text{ g/cm}^3$. Keunggulan

timah sulfat dibandingkan dengan timah murni yaitu kemampuannya yang mudah larut dalam air dan asam, serta tingkat kompatibilitas yang tinggi dengan berbagai jenis sulfat. Sebagian besar senyawa bubuk timah sulfat memiliki kelarutan dalam air yang lebih baik dibandingkan senyawa fluorida dan oksida (Donaldson & Puxley, 1972). Serbuk timah sulfat memiliki jari-jari ion $0,85 \text{ \AA}$ (Donaldson & Puxley, 1972). Struktur kristal dari timah (II) sulfat yaitu *orthorombik* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Parameter kisi yang dimiliki oleh SnSO_4 adalah $a=8.81\text{\AA}$ $b = 7.17\text{\AA}$ $c = 5.35\text{\AA}$ (Donaldson & Moser, 1960).



Gambar 2.3. Struktur Timah (II) Sulfat (Antao, 2012).

Timah (II) sulfat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi industri dan manufaktur, seperti bahan untuk

elektroplating, perawatan permukaan logam, serta sebagai zat perantara dalam pembuatan berbagai bahan kimia. Selain itu, timah sulfat juga digunakan dalam produksi perekat, sealant, dan polimer. Selain itu, timah sulfat dapat ditambahkan ke campuran mortar, beton, semen, dan larutan elektrolit baterai (Petrus et al., 2022). SnSO_4 diperoleh melalui proses sintesis, beberapa sintesis telah dikembangkan yaitu metode mekanik (*Mechanical/Pulverization method*), metode kimia (*Chemical method*), metode elektrolisa (*Electrolysis method*) dan metode atomisasi (*Atomization method*) (Mulyani et al., 2019). Pada penelitian ini menggunakan metode elektrolisis untuk pembuatan serbuk SnSO_4 .

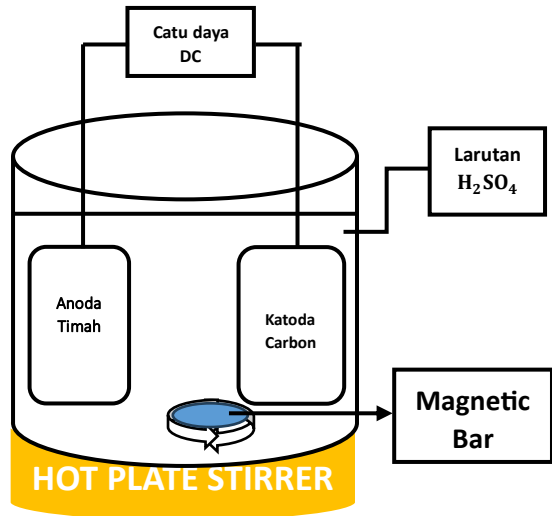
4. Elektrolisis

Elektrolisis atau elektrokimia adalah metode pemisahan larutan menjadi bagian-bagian penyusunnya dengan cara mengalirkan arus listrik melalui dua elektroda yang dicelupkan ke dalam larutan tersebut. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4, proses ini melibatkan reaksi antara logam timah di bagian anoda dengan larutan elektrolit H_2SO_4 yang dipicu oleh energi listrik (Vidakovic-koch, 2020). Sel elektrolisis terdiri atas zat yang dapat terionisasi, elektroda, serta sumber energi listrik seperti baterai. Pada sistem ini, elektroda

katoda bermuatan negatif, sedangkan anoda bermuatan positif, sesuai dengan prinsip dasar arus listrik. Arus listrik mengalir dari kutub negatif baterai menuju katoda. Dalam larutan, terjadi ionisasi sehingga terbentuk ion positif (kation) dan ion negatif (anion). Kation akan mengalami reaksi reduksi di katoda, sedangkan anion akan mengalami oksidasi di anoda (Harahap, 2016). Oleh sebab itu pengendapan pada katoda dan larutan elektrolit menyebabkan pembentukan serbuk timah sulfat selama proses elektrolisis (Mulyani et al., 2019), seperti yang dinyatakan pada Hukum Faraday I “massa yang dihasilkan pada proses elektrolisis sebanding dengan jumlah muatan listrik dan waktu elektrolisis yang digunakan”.

$$m = \frac{e i t}{96.500} \quad (2.1)$$

Pada Persamaan (2.1) memaparkan persamaan hukum faraday 1. m sebagai massa zat hasil elektrolisis, e sebagai massa ekuivalen (diperoleh dari perbandingan massa atom relatif terhadap valensinya), i sebagai kuat arus (*Ampere*), t sebagai waktu (sekon), dan 96.500 sebagai konstanta faraday dalam satuan *coulomb/mol*. Pemahaman matematis ini menjadi dasar penting dalam merancang dan mengontrol proses elektrokimia secara presisi (Wilcox & Gabe, 1992).



Gambar 2.4. Proses Elektrolisis

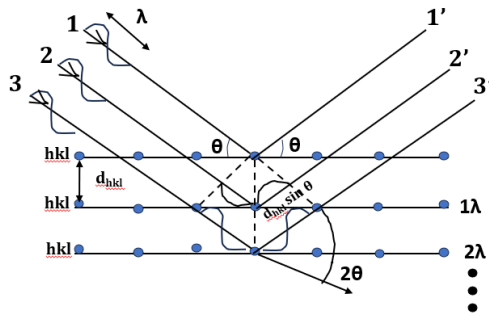
Saat ini teknologi elektrokimia diakui sebagai metode yang paling layak dan efektif dalam penyimpanan dan konversi energi terbarukan. Klasifikasi teknologi elektrokimia untuk baterai, elektrolisis, *fuel cells*, dan superkapasitor (Khan et al., 2018). Proses elektrolisa memiliki beberapa keuntungan, termasuk masalah korosi yang relatif rendah dan kadar kemurnian logam yang dihasilkan yang tinggi. Proses umumnya dilakukan pada suhu kamar (dengan pemanasan yang tidak terlalu tinggi) sehingga penggunaan energi untuk logam serbuk akan lebih rendah (Mulyani et al., 2019). Selain itu metode elektrolisis memiliki tingkat produksi yang cepat dan stabil (Cheng et al., 2016).

5. XRD (*X-Ray Diffraction*)

XRD (X-ray Diffraction) adalah metode karakterisasi material yang digunakan untuk menganalisis struktur kristal serta menentukan jarak antar atom dalam suatu bahan. (Bunaciu et al., 2015). XRD digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal, derajat kristalinitas, parameter kisi kristal dan fase yang terbentuk pada bahan tersebut (Holder & Schaak, 2019). Difraksi sinar-X bekerja berdasarkan prinsip interferensi konstruktif antara sinar-X monokromatik dan struktur kristal pada sampel. Sinar-X tersebut dihasilkan dari tabung sinar katoda, kemudian disaring untuk mendapatkan radiasi monokromatik, difokuskan melalui kolimator, dan diarahkan ke permukaan sampel. Ketika sinar ini berinteraksi dengan sampel, akan terjadi interferensi konstruktif yang menghasilkan pola difraksi. (Bunaciu et al., 2015).

Fenomena difraksi cahaya oleh kisi atau struktur kristal terjadi apabila radiasi sinar-X yang digunakan memiliki panjang gelombang yang sebanding dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 0,5 hingga 2,5 Å. Pada teknik difraksi sinar-X, jenis radiasi yang digunakan melibatkan interaksi antara elektron maupun neutron dengan kisi kristal (Fatimah et al., 2022). Difraksi sinar-X terjadi ketika gelombang sinar-X mengalami deviasi

atau pembelokan akibat adanya gangguan dari kisi kristal, sehingga menghasilkan hamburan gelombang ke berbagai arah. Pola intensitas hamburan ini dapat bervariasi, tergantung pada kondisi struktur material yang dianalisis (Muttaqin, 2023).



Gambar 2.5. Skema Ilustrasi XRD

Pada Gambar 2.5 rangkaian perangkat X-Ray Diffraction (XRD) terdiri atas tiga komponen utama, yaitu tabung sinar-X, posisi sampel yang dianalisis, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan di dalam tabung yang mengandung katoda, kemudian filamen dipanaskan untuk menghasilkan aliran elektron. Ketika terjadi perbedaan tegangan, elektron-elektron ini memperoleh energi tinggi dan diarahkan menuju permukaan sampel, sehingga menghasilkan radiasi sinar-X. Selanjutnya, detektor akan bergerak memutar untuk menangkap serta merekam intensitas sinar-X yang dipantulkan. Data refleksi tersebut kemudian diproses

oleh sistem deteksi dan ditransformasikan menjadi grafik difraktogram (Astuti, 2016).

Pada XRD kisi kristal dihitung menggunakan persamaan Hukum Bragg seperti berikut:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad n = 1, 2, ..$$

n adalah bilangan bulat yang mewakili puncak grafik, d_{hkl} adalah jarak kisi dari mineral atau elemen terkristalisasi tertentu, θ adalah sudut difraksi sinar-X, dan λ adalah panjang gelombang sinar-X.

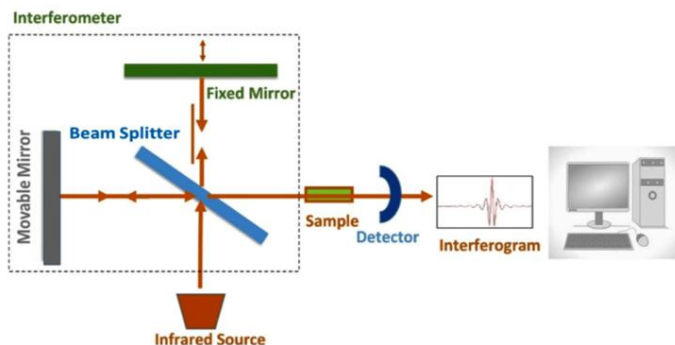
Pola difraktogram yang diperoleh ditampilkan dalam bentuk deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi, disertai dengan nilai sudut 2θ tertentu. Variasi intensitas relatif pada setiap puncak bergantung pada jumlah atom atau ion serta distribusinya di dalam sel satuan kristal material (Holder & Schaak, 2019). Dalam pola XRD, setiap puncak menunjukkan bidang kristal dengan orientasi tiga dimensi yang spesifik. Standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material yang dikenal sebagai JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*), kemudian dicocokkan dengan puncak-puncak yang diperoleh dari data pengukuran ini (Astuti, 2016).

6. FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) merupakan salah satu metode dalam teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi suatu material melalui mekanisme absorpsi berdasarkan getaran antar atom dalam molekul yang menyerap radiasi inframerah (IR). Radiasi inframerah yang terserap kemudian dikonversi menjadi energi vibrasi yang mencerminkan karakteristik struktur kimia dari material tersebut (Shukla, 2025).

Spektrum radiasi inframerah (IR) diklasifikasikan ke dalam tiga wilayah berdasarkan bilangan gelombangnya, yaitu: wilayah IR jauh ($<400\text{ cm}^{-1}$), wilayah IR tengah ($400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$), dan wilayah IR dekat ($4000\text{--}13000\text{ cm}^{-1}$) (Stuart, 2005). Di antara ketiganya, wilayah IR tengah merupakan area yang paling umum digunakan untuk analisis senyawa, karena mencakup berbagai informasi terkait gugus fungsi. Wilayah IR tengah ini selanjutnya terbagi menjadi empat sub-wilayah, yaitu wilayah ikatan tunggal ($2500\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$), wilayah ikatan rangkap tiga ($2000\text{--}2500\text{ cm}^{-1}$), wilayah ikatan rangkap dua ($1500\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$), serta wilayah sidik jari atau *fingerprint region* ($<1500\text{ cm}^{-1}$) yang mencerminkan karakteristik unik dari masing-masing senyawa. (Nandiyanto et al., 2019).

Sebuah spektrometer FTIR pada Gambar 2.6 terdiri dari interferometer, detektor, dan sumber radiasi. Dalam interferometer, cahaya dibagi menjadi dua berkas yang melewati jalur berbeda, satu melalui cermin tetap (*fixed mirror*) dan lainnya melalui cermin bergerak (*movable mirror*). Kedua berkas digabungkan untuk membentuk pola interferensi, yang kemudian dianalisis dengan transformasi *Fourier* untuk mengubah jarak cermin menjadi bilangan gelombang. Spektrum inframerah menunjukkan transmitansi atau absorbansi terhadap bilangan gelombang (Shukla 2025).



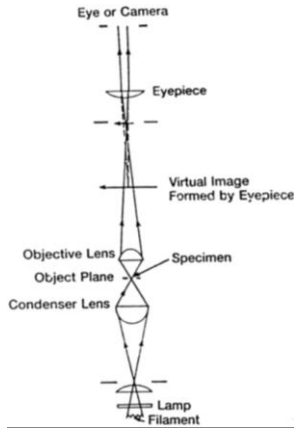
Gambar 2.6 Skema Ilustrasi Spektrofotometri FTIR
(Shukla, 2025).

7. 3D-OM (3D-Optical Microscope)

3D-Optical Microscope (3D-OM) atau yang lebih dikenal sebagai Mikroskop Optik merupakan alat yang

digunakan untuk memperbesar gambar objek kecil sehingga dapat diamati dengan memanfaatkan cahaya tampak dan sistem lensa (Araki, 2017). 3D-OM dilakukan dengan tujuan untuk menganalisis struktur dan morfologi dari material. Analisis struktur dan morfologi mencakup bentuk, ukuran, dan distribusi partikel material tersebut (Vander Voort, 2005).

Prinsip kerja dari *optical microscope* seperti Gambar 2.7 yaitu cahaya dari lampu mengalami pembiasan melalui lensa kondensor, setelah melewati lensa tersebut sinar akan mengenai spesimen sebelum diteruskan ke lensa objektif. Lensa objektif merupakan komponen utama dalam mikroskop karena menentukan tingkat perbesaran yang dihasilkan. Cahaya yang telah melewati lensa objektif kemudian ditangkap oleh lensa okuler, lalu diarahkan ke mata pengamat atau kamera untuk menghasilkan citra yang dapat dianalisis (Wartmann & Schreiber, 2020). Batas perbesaran 3D-OM berupa 40x sampai 1500x (Hsieh et al., 2025).



Gambar 2.7 Skema Ilustrasi Mekanisme 3D-*Optical Microscope* (Wartmann & Schreiber, 2020).

8. *Electrorefining*

Electrolytic refining atau yang dikenal dengan *electrorefining* merupakan salah satu metode utama untuk menghasilkan logam yang sangat murni dalam skala besar (Aromaa, 2022). Metode *electrorefining* diproduksi secara komersial seperti *zinc* (Wang et al., 2021), tembaga (Sahlman et al., 2021), emas, indium, timbal (Xiang et al., 2022), nikel, perak (Aji et al., 2020), dan timah (Lee et al., 2015). *Electrorefining* dilakukan pada sel *electrolytic* yang terlihat Gambar 2.8 dialiri arus dari anoda tidak murni ke arah katoda inert. *Electrorefining* memiliki keterbatasan dalam desain sel yang disebabkan oleh tingginya tegangan sel serta konsumsi energi yang besar. Namun, metode ini tetap

banyak digunakan dalam industri komersial karena mampu menghasilkan logam dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan metode lainnya (Wang et al., 2021).



Gambar 2.8 Desain Sel dan Proses *Electrorefining* timah.

Electrorefining dapat digunakan untuk mengekstrak timah murni dari ingot yang terdeposit di katoda, sehingga anoda mengalami oksidasi. Bentuk elektrolit menjadi peluat untuk meningkatkan rapat arus dan pemurnian melalui tingkat oksidasi yang lebih rendah dan tidak stabil dalam air. Pada umumnya proses *electrorefining* menggunakan larutan elektrolit yang bersifat asam, selain itu faktor yang dapat mempengaruhi proses *electrorefining* meliputi tegangan dan arus (Lee et al., 2015; Pourbaix et al., 1997).

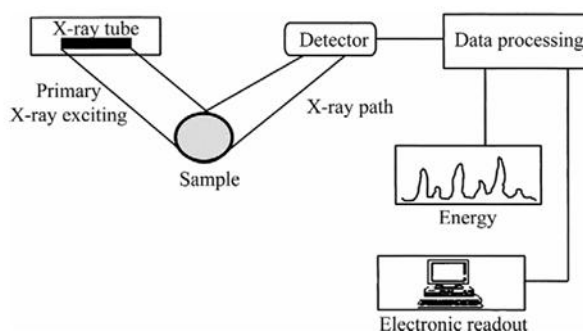
9. XRF (*X-ray Fluorescence*)

XRF (*X-ray Fluorescence*) merupakan salah satu teknik spektrokimia non-destruktif yang digunakan

untuk menentukan dan mengidentifikasi komposisi unsur-unsur serta analisis kuantitatif dari berbagai bahan anorganik dan organik. Hasil analisis XRF dapat dinyatakan dalam bentuk persen atom atau persen berat. Pada analisis XRF mineral dan batuan data dinyatakan dalam bentuk oksida, oksigen terikat dengan kation yang diberikan secara stoikiometri (Acquafredda, 2019).

Ketika sinar-X primer yang dipancarkan dari tabung sinar-X atau sumber radioaktif diarahkan ke sampel, radiasi tersebut dapat mengalami proses penyerapan atau penyebaran oleh material yang dianalisis. Proses penyerapan sinar-X oleh atom, di mana energi sinar-X dipindahkan ke elektron yang berada pada kulit atom bagian dalam, dikenal sebagai efek fotolistrik. Dalam proses ini, ketika sinar-X primer memiliki energi yang memadai elektron akan terlepas dari kulit dalam, sehingga menghasilkan kekosongan. Kekosongan elektron pada kulit dalam menyebabkan atom berada dalam kondisi tidak stabil. Untuk mencapai kestabilan kembali, elektron dari kulit yang lebih luar akan melakukan transisi ke kulit dalam, dan perpindahan ini disertai dengan pelepasan energi dalam bentuk sinar-X, yang besarnya setara dengan perbedaan energi antara kedua tingkat kulit tersebut. Emisi sinar-

X yang dihasilkan dari mekanisme ini dikenal sebagai *X-ray Fluorescence* (fluoresensi sinar-X). Proses pendeteksian serta analisis terhadap emisi sinar-X tersebut disebut sebagai *XRF Spectrometry* (spektrometri XRF) seperti Gambar 2.9 (Acquafredda et al., 2018).



Gambar 2.9 Skema Ilustrasi Spektrometri XRF
(Nakhaei et al., 2012).

B. Kajian Pustaka

Penelitian yang telah dilakukan oleh Petrus et al., (2022) menggunakan metode *electrostatic precipitator* dengan elektroda timah dan titanium untuk sintesis timah (II) sulfat (SnSO_4). Serbuk timah (II) sulfat yang berwarna kekuningan dengan kemurnian sebesar 93%. Dalam penelitian tersebut, peneliti menggunakan variasi tegangan operasi dan konsentrasi larutan. Semakin tinggi tegangan

operasi, semakin banyak timah (II) sulfat yang dapat dihasilkan. Begitupula dengan konsentrasi yang semakin tinggi maka produk serbuk timah (II) sulfat akan semakin banyak.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Tajuddin et al., (2021) Sintesis *Stannous chloride* (SnCl_2) and *Stannous sulfate* (SnSO_4) dari *tin powderization waste* atau yang biasa dikenal limbah bubuk timah sebagai precursor katalis *Stannous Tin Oxide* (STO). Metode yang digunakan *co-precipitation* dengan variasi konsentrasi, suhu, dan ukuran bubuk menghasilkan bubuk timah yang optimal dengan presentase 95% serta ukuran dari serbuk bubuk timah sebesar 500 mesh setara dengan 0,05mm. Semakin halus ukuran partikel timah, semakin tinggi konsentrasi, kemudian semakin tinggi suhu reaksi, semakin tinggi pula produk akhir yang dihasilkan.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Rathore et al., (2019) Sintesis timah sulfat untuk aplikasi perekat, sealant, dan polimer menggunakan metode deposisi *in-situ*. Bahan yang digunakan dari SnCl_4 dan *ammonium sulfate*. Serbuk timah sulfat yang dihasilkan berukuran 45 nm. Selanjutnya penelitian sintesis timah sulfat untuk aplikasi campuran semen, mortar, beton telah dilakukan oleh Gao et al., (2018) menggunakan *mechanical method*. Bahan yang digunakan yaitu SnCl_4 dan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Penggunaan bahan SnCl_4

lebih mudah teroksidasi dibandingkan bahan Sn murni, oleh sebab itu sintesis timah sulfat yang dihasilkan akan berwarna kuning. Serbuk timah sulfat yang dihasilkan berukuran 20 nm.

Pada penelitian pemurnian timah yang telah dilakukan oleh Rimaszeki et al., (2012) menggunakan elektrolit asam berupa HCl. Serbuk timah murni yang dihasilkan dari proses *electrorefining* dengan pengulangan 3 kali proses mendapatkan timah murni sebesar 99%. Selanjutnya, penelitian *electrorefining* timah oleh Kekesi, (2013) melakukan pemurnian dari logam timah. Penggunaan elektrolit berupa HCl dan penambahan SnCl yang menghasilkan kemurnian timah sebesar 99%. Kemudian penelitian *electrorefining* timah yang telah dilakukan oleh Aromaa, (2022) menggunakan larutan air yang dicampur dengan zat aditif untuk menghasilkan kemurnian logam timah yang tinggi.

C. Kerangka Berpikir

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah timah murni 99%. Penggunaan timah dari alam didapat hasil penambangan oleh PT. Timah Tbk. yang mempunyai banyak fungsi diantaranya bisa dijual dengan harga tinggi. Timah yang dijual dengan harga tinggi bisa dilihat dari hasil turunan, turunan dari timah diantaranya

terdapat Timah (II) Klorida (SnCl_2), Timah (II) Nitrat ($\text{Sn}(\text{NO}_3)_2$), Timah (IV) Oksida (SnO_2), Timah (II) Sulfat (SnSO_4) dan masih banyak lagi. Timah (II) Sulfat mempunyai kelebihan yaitu mudah larut dalam air dan asam, sangat kompatibel dengan berbagai sulfat.

Timah (II) sulfat (SnSO_4) merupakan suatu senyawa kimia berbentuk padatan kristalin berwarna putih hingga kuning yang memiliki sifat sensitif kelembapan terhadap lingkungan. Timah tersebut dielektrolisis dengan menggunakan larutan asam sulfat (H_2SO_4) dengan kepekatan 98% (E. Merck, Germany). Lalu penelitian ini dilakukan perlakuan variasi konsentrasi larutan asam sulfat dengan waktu lamanya elektrolisis seperti sampel GS2515 (Konsentrasi 0,25 M dan waktu 15 menit), sampel GS5015 (Konsentrasi 0,5 M dan waktu 15 menit), sampel GS7515 (Konsentrasi 0,75 M dan waktu 15 menit), sampel GS2530 (Konsentrasi 0,25 M dan waktu 30 menit), sampel GS5030 (Konsentrasi 0,5 M dan waktu 30 menit), sampel GS7530 (Konsentrasi 0,75 M dan waktu 30 menit), sampel GS2560 (Konsentrasi 0,25 M dan waktu 60 menit), sampel GS5060 (Konsentrasi 0,5 M dan waktu 60 menit), sampel GS7560 (Konsentrasi 0,75 M dan waktu 60 menit).

Setelah itu, elektrolit hasil elektrolisis dipresipitasi selama 18 jam. Kemudian elektrolit dari presipitasi dikeringkan dengan suhu 90°C selama 12 jam. Pada tahap

akhir, timah sulfat yang sudah kering dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal timah sulfat, lalu dicocokkan dengan JCPDS (*Joint Committee of Power Diffraction Standard*). Lalu karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui kandungan senyawa dan gugus fungsi material sampel. Karakterisasi 3D-OM digunakan untuk melihat struktur permukaan dari sampel Timah (II) Sulfat. Kemudian SnSO_4 digunakan untuk elektrolit dalam proses *electrorefining* timah berfungsi untuk pemurnian logam timah agar diperoleh kemurnian timah lebih tinggi. Setelah itu, hasil pemurnian logam dikarakterisasi menggunakan XRF untuk melihat komposisi unsur dalam material bahan tersebut dan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fase dan struktur kristal timah murni.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Jenis dan Desain Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen. Metode eksperimen merupakan metode pendekatan yang digunakan untuk mengetahui pengaruh perlakuan tertentu terhadap variabel yang diamati (Daniel & Harland, 2017). Rancangan eksperimen dari penelitian ini yaitu:

1. Proses sintesis Timah (II) Sulfat
2. Pengujian *Iodine*
3. Karakterisasi dan analisis XRD, FTIR, 3D-OM hasil serbuk Timah (II) Sulfat.
4. Pemurnian Timah dengan Proses *Electrorefining*.
5. Karakterisasi dan analisis XRD, XRF hasil *electrorefining* timah.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia III Pusat Riset Material Maju – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) KST BJ Habibie kawasan Puspitek, Serpong, Tangerang Selatan, Banten. pada bulan Oktober 2024 hingga April 2025.

C. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terlampir pada Tabel 3.1 sebagai berikut:

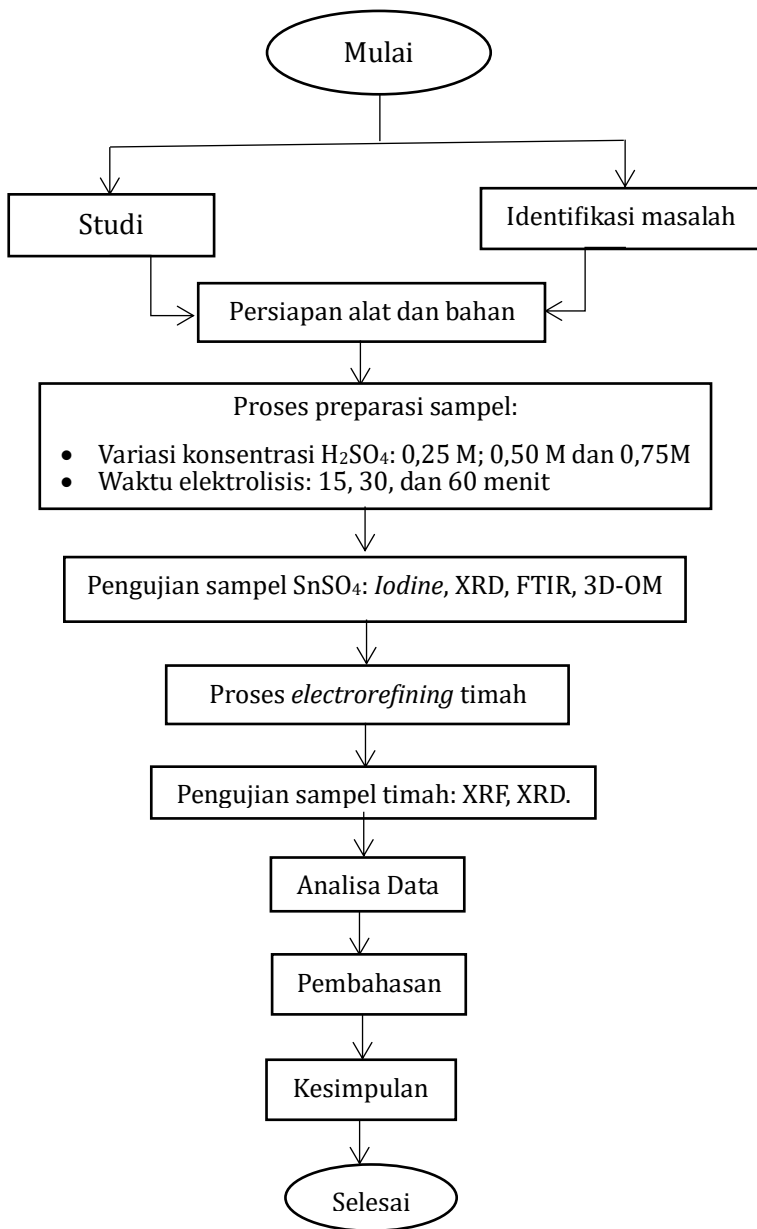
Tabel 3.1 Alat-alat dalam penelitian

No.	Nama Alat	Merek	Fungsi
1.	<i>Power Supply</i>	Rancangan sendiri	Digunakan untuk sumber arus searah yang mengatur tegangan dan arus
2.	Oven	UN-55 Memmert	Digunakan untuk mengeringkan bahan
3.	<i>Hot Plate Stirrer</i>	Stuart SB 162-3	Digunakan untuk mengaduk sampel
4.	<i>Aluminium Foil</i>	Klin pak	Digunakan untuk penutup sampel
5.	Ultrasonikasi Cleaner	GT Sonic 3L	Digunakan untuk membersihkan alat-alat
6.	Gelas Beaker	IWAKI	Digunakan untuk wadah larutan
7.	Spatula	INTI	Digunakan untuk mengambil sampel
8.	<i>Petridish</i>	NORMAX	Digunakan untuk wadah hasil endapan
9.	Parafilm	Pechiney	Digunakan untuk menutup wadah
10.	Botol <i>glass laboratory</i>	DURAN	Digunakan untuk wadah H_2SO_4
11.	Gelas ukur	IWAKI	Digunakan untuk mengukur larutan
12.	Pipet	Dexatama	Digunakan untuk meneteskan larutan.
13.	<i>Crucible alumina</i>	Urban Scientific	Digunakan untuk membentuk timah
14.	<i>Gas torch burner</i>	Hi-Cook AT-3001	Digunakan untuk melelehkan timah.
15.	<i>Magnetic bar</i>	0,6-1,2 T	Digunakan untuk pengaduk.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini terlampir pada Tabel 3.2 sebagai berikut:

Tabel 3.2 Bahan-bahan dalam penelitian

No.	Nama Alat	Merek	Fungsi
1.	Plat Timah (Sn 99,999%)	PT. Tbk Timah	digunakan untuk anoda pada proses elektrolisis
2.	Plat Timah (Sn 63,500% Pb 36,200%)	PT. Tbk Timah	digunakan untuk anoda pada proses <i>electrorefining</i> .
3.	Grafit Karbon (C)	Sains Laboratory	digunakan untuk katoda pada proses elektrolisis dan proses <i>electrorefining</i>
4.	Asam Sulfat (H_2SO_4) 96%	<i>Mallinckrodt Chemicals grade analytical</i>	digunakan sebagai larutan elektrolit.
5.	Distillated water (DI Water)		digunakan pelarut dalam larutan
6.	<i>Iodine</i> (I_2)	Merck	digunakan untuk uji kualitatif



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian.

D. Prosedur Penelitian

1. Preparasi H₂SO₄

Tahap awal preparasi sampel adalah menyiapkan larutan H₂SO₄ dengan konsentrasi 0,25 M; 0,50 M; 0,75 M yang didapatkan melalui pengenceran larutan H₂SO₄ 1 M dengan menggunakan rumus pengenceran seperti Persamaan 3.1, hasil perhitungan pengenceran ditabulasikan pada Tabel 3.3.

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \quad (3.1)$$

Tabel 3.3 Hasil Preparasi H₂SO₄

No.	Larutan H ₂ SO ₄ (mL)	Larutan DI Water (mL)	Konsentrasi Larutan H ₂ SO ₄ (M)
1.	150	200	0,75
2.	100	200	0,50
3.	50	200	0,25

M₁ merupakan konsentrasi awal (sebelum diencerkan), V₁ merupakan volume larutan awal (mL), M₂ merupakan konsentrasi akhir (setelah diencerkan), dan V₂ merupakan volume larutan akhir (mL). Selanjutnya dilakukan variasi waktu elektrolisis terhadap masing-masing konsentrasi selama 15, 30, 60. Nomenklatur sampel ditunjukkan pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Nomenklatur Sampel

Kode Sampel	Konsentrasi Larutan H ₂ SO ₄ (M)	Waktu Elektrolisis (menit)
GS2515	0,25	15
GS5015	0,50	
GS7515	0,75	
GS2530	0,25	30
GS5030	0,50	
GS7530	0,75	
GS2560	0,25	60
GS5060	0,50	
GS7560	0,75	

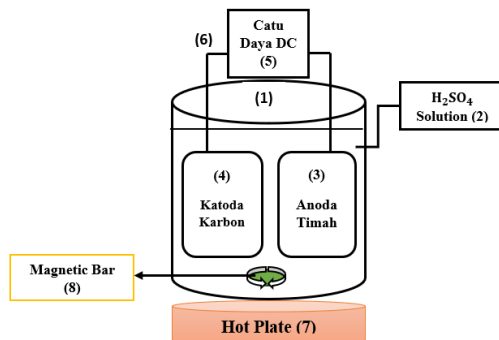
2. Preparasi elektroda timah.

Pada preparasi elektroda timah bertujuan untuk membentuk timah dari bentuk batangan besar menjadi plat timah dan membersihkan elektroda dari kontaminan lain. langkah-langkah dilakukan preparasi elektroda timah sebagai berikut:

- Timah batangan ukuran 295 x 16 x 16 mm dilelehkan menggunakan *gas torch burner*.
- Hasil lelehan dibentuk di dalam *crucible* alumina ukuran 80 x 40 x 20 mm.
- Kemudian hasil lelehan yang sudah kering dipipihkan menggunakan penggiling.

- Setelah itu, plat timah yang sudah pipih dipotong dengan ukuran 60 x 1 x 10 mm.
- Silinder Grafit karbon sebagai katoda digunakan dengan ukuran 45 x 4 mm
- Kedua elektroda dilakukan *pre-treatment* pertama dengan *acetone* selama 5 menit menggunakan ultrasonikasi *cleaner*.
- Kemudian elektroda dilakukan *pre-treatment* kedua dengan H_2SO_4 1 M selama 5 menit menggunakan ultrasonikasi *cleaner*.
- Setelah itu, elektroda dilakukan *pre-treatment* ketiga dengan DI *water* selama 5 menit menggunakan ultrasonikasi *cleaner*.

3. Sintesis SnSO_4 dengan Metode Elektrolisis.



Gambar 3.2 Skema ilustrasi sintesis SnSO_4 metode elektrolisis.

Skema pada sintesis SnSO_4 melalui proses elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 3.2. langkah-

langkah dilakukan sintesis SnSO_4 dengan metode elektrolisis sebagai berikut:

- *Chamber* elektrolisis disiapkan dari gelas *beaker* IWAKI 50 mL (1)
- *Chamber* elektrolisis diisi larutan H_2SO_4 (2) dengan variasi konsentrasi 0,25 M; 0,50 M dan 0,75 M sebanyak 80 ml
- Elektroda timah (3) dan elektroda karbon (4) ditimbang sebelum elektrolisis sebesar 3,5392 gr dan 5,3289 gr.
- Anoda-katoda dihubungkan ke *power supply* DC (5) melalui kabel penghubung (6).
- Kemudian elektrolit disintesis dengan proses pengadukan 200 rpm oleh *hot plate stirrer* (7) dan *magnetic bar* ukuran 10 x 6 mm (8) selama 15, 30 dan 60 menit.
- Nilai tegangan dan arus yang digunakan selama proses elektrolisis sebesar 5,4 volt dan 0,25-2,21 A.
- Hasil larutan H_2SO_4 yang telah dielektrolisis dimasukkan kedalam gelas *beaker*.
- Massa timah dan karbon setelah proses elektrolisis ditimbang.
- Langkah di atas diulangi hingga muncul banyak serbuk Timah (II) Sulfat.

4. *Post-treatment* Serbuk Timah (II) Sulfat.

Post-treatment dilakukan untuk membentuk kristal SnSO_4 . Langkah-langkah dilakukan *Post-treatment* sebagai berikut:

- Larutan hasil elektrolisis diendapkan selama 18 jam.
- Elektrolit di atas endapan dikeringkan pada suhu 90°C selama 12 jam.
- Hasil yang sudah kering bisa diuji.

5. Pengujian Kualitatif menggunakan *Iodine*.

Pengujian *iodine* dilakukan untuk mengidentifikasi keadaan oksidasi pada sampel SnSO_4 . Langkah-langkah dilakukan pengujian *iodine* sebagai berikut:

- Masing-masing konsentrasi serbuk SnSO_4 ditimbang sebesar 0,0100 gram.
- Kemudian masing-masing konsentrasi serbuk SnSO_4 ditetesi *Iodine* sebanyak 20 tetes setara dengan 1 mL.
- Masing-masing konsentrasi serbuk SnSO_4 yang sudah ditetesi, kemudian diaduk sampai berbentuk warna putih.

6. Pemurnian Timah dengan Proses *Electrorefining*.

Pemurnian timah berfungsi untuk memurnikan logam timah yang terkandung mineral lain melalui proses *electrorefining*. Proses *electrorefining*

membutuhkan elektrolit berupa $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ dan $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$. Langkah langkah yang akan dilakukan sebagai beriku:

- SnSO_4 yang digunakan sebesar 25 g/L. setara dengan 0,025 g/mL.
- Variasi pertama yaitu $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$, maka SnSO_4 dengan berat 0,75 gr diencerkan dengan 30 mL DI Water.
- Variasi kedua yaitu $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$, maka SnSO_4 dengan berat 0,75 gr diencerkan dengan 30 mL H_2SO_4 (0,25 M).
- Kemudian masing-masing larutan SnSO_4 dimasukkan kedalam *chamber electrorefining*
- Anoda Timah (Sn 63,500%:Pb 36,200%) dan katoda karbon dipasang dengan jarak 5 cm.
- Setelah itu, anoda dan katoda dialirkan tegangan 5 volt dan rapat arus sebesar $14,81 \text{ A/m}^2$ selama 30 menit.

E. Karakterisasi Sampel Timah (II) Sulfat

Pengarakterisasian Timah (II) Sulfat dengan metode elektrolisis. Pengujian karakterisasi penelitian ini diantaranya sebagai berikut:

1. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pengujian XRD berfungsi untuk identifikasi fasa bahan kristal serbuk timah sulfat dan dapat memberikan informasi tentang dimensi sel satuan timah sulfat (Petrus et al., 2022). Analisis data XRD dilakukan ketika data difraksi dan intensitas difraksi dari suatu material pada sudut difraksi (2θ) dikumpulkan untuk karakterisasi XRD (Setyowati & Widodo, 2017). Analisis data tersebut menggunakan *software highscore*. Kemudian data dicocokkan dengan puncak-puncak yang diperoleh dari data pengukuran dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standar*) (Astuti, 2016). Setelah itu hasil diplotkan melalui Origin 8.5.

Ukuran kristal pada fase tertentu diperoleh dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

D menunjukkan ukuran kristalit dinyatakan dalam satuan nanometer (nm), k sebagai konstanta *scherrer* (0,9), λ adalah Panjang gelombang *X-Ray*, β menunjukkan nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dinyatakan dalam satuan derajat dua teta ($^{\circ}2\theta$), dan θ adalah sudut difraksi dari puncak dinyatakan dalam satuan derajat ($^{\circ}$).

Pada β ialah nilai *Full Width at Half Maximum* ($^{\circ}2\theta$) dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\beta = \frac{1}{2} (2\theta_{\max} - 2\theta_{\min}) \quad (3.2)$$

Pengujian XRD tipe *Malvern Panalytical Empyrean* dilakukan di Laboratorium Bahan Nuklir-Badan Riset dan Inovasi Nasional KST BJ Habibie Serpong.

2. Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

Uji karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa yang terkandung dalam suatu material. Spektra panjang gelombang diperoleh dari hasil pengujian berkisar 400-4000 cm^{-1} (Shukla, 2025). Analisis hasil FTIR diplot melalui *software* Origin 8.5. Pengujian FTIR dengan tipe *Thermoscientific Nicolet iS-10* dilakukan di Laboratorium *Imaging* Fisika Maju-Badan Riset dan Inovasi Nasional KST BJ Habibie Serpong.

3. Karakterisasi 3D-OM (*3D-Optical Microscope*)

Pengujian 3D-OM bertujuan untuk menganalisis struktur dan morfologi material (Araki, 2017). Perbesaran yang digunakan dalam pengujian berupa 200x sampai 1000x. Rata-rata diameter butir kristal direpresentasikan melalui *software* ImageJ kemudian

diolah menggunakan software Origin 85. Pada uji karakterisasi 3D-OM dengan tipe *The vhx-5000 digital microscope* dilakukan di Laboratorium *Imaging* Fisika Maju-Badan Riset dan Inovasi Nasional KST BJ Habibie Serpong.

F. Karakterisasi Sampel Timah Murni dari Hasil Proses *Electrorefining*.

1. Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Pengujian XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi suatu material dan analisis semi-kuantitatif dari berbagai bahan anorganik (Acquafredda 2019). Pada uji karakterisasi XRF dengan tipe S2 PUMA-BRUKER dilakukan di Laboratorium Kimia Maju-Badan Riset dan Inovasi Nasional KST BJ Habibie Serpong.

2. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pengujian XRD digunakan untuk identifikasi fase bahan material hasil *electrorefining* timah dan dapat memberikan informasi mengenai dimensi sel satuan (Khumkoa et al., 2024). Uji karakterisasi XRD dengan tipe *Malvern Panalytical Empyrean* dilakukan di Laboratorium Bahan Nuklir-Badan Riset dan Inovasi Nasional KST BJ Habibie Serpong.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis SnSO_4 melalui Metode Elektrolisis

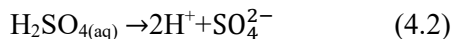
Sampel SnSO_4 telah berhasil disintesis melalui metode elektrolisis dengan variasi konsentrasi H_2SO_4 dan variasi waktu elektrolisis. Hasil sintesis SnSO_4 disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Sintesis SnSO_4

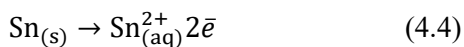
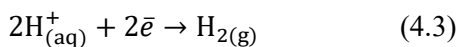
No.	Nama Sampel	Massa Sampel (gr)	Warna Sampel
1.	GS2515	3,5010	Putih
2.	GS2530	3,7352	Putih
3.	GS2560	3,8874	Putih
4.	GS5015	3,5111	Putih
5.	GS5030	3,7915	Putih
6.	GS5060	3,9346	Putih
7.	GS7515	3,5212	Putih kekuningan
8.	GS7530	3,8016	Putih kekuningan
9.	GS7560	4,0117	Putih kekuningan

Pada penelitian ini, asam sulfat dipilih sebagai media elektrolit dan *material raw*. Larutan asam sulfat memungkinkan konduktivitas listrik dengan melepaskan ion

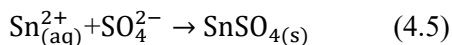
H^+ dan SO_4^{2-} yang bergerak di dalam larutan seperti Persamaan reaksi (4.2) (Lokkiluoto et al., 2012).



Ketika katoda dan anoda dialiri arus, pengaruh waktu elektrolisis menyebabkan pembentukan banyak endapan timah di katoda sehingga terjadi reaksi reduksi pada elektrolit seperti Persamaan reaksi (4.3) karena ion H^+ menerima elektron (Perdana et al., 2023; Zhang et al., 2018). Anoda mengalami reaksi oksidasi pada elektrolit seperti Persamaan reaksi (4.4) karena Sn kehilangan elektron (Petrus et al., 2022) maka terjadi penipisan yang memicu ion Sn^{2+} berkurang (Perdana et al., 2023). Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Burton et al., (2021) & Hakim et al., (2023) menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam dalam larutan elektrolit, semakin mudah jenuh larutan (transfer elektrolit lambat dan jumlah hidrogen kecil). Ion-ion dalam larutan elektrolit semakin sulit bergerak ketika menghantarkan arus listrik yang menyebabkan elektroda semakin menipis. Dari pengaruh waktu elektrolisis dan pengaruh konsentrasi tersebut didapat hasil $SnSO_4$ putih, putih kekuningan dan kuantitas melimpah.



Ion Sn^{2+} yang terbentuk di anoda akan bereaksi dengan ion sulfat (SO_4^{2-}) dari elektrolit membentuk SnSO_4 seperti Persamaan reaksi (4.5)

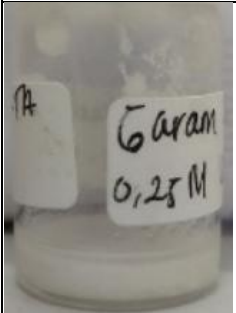
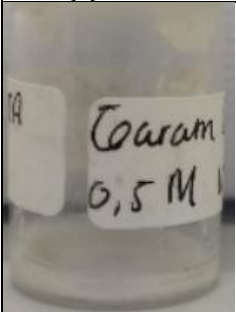
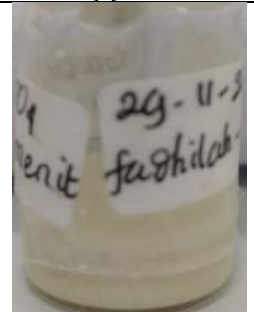
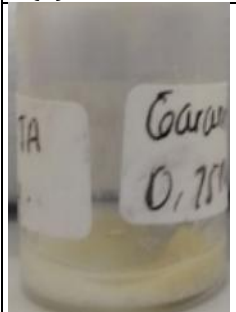
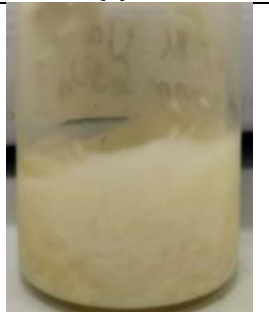
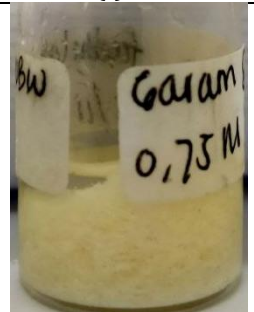


Proses kimia tersebut telah berhasil mendapatkan SnSO_4 yang berwarna putih, putih kekuningan dan bersifat higroskopis seperti Gambar 4.1. Dari berbagai variasi, hasil sintesis sampel GS25 dan GS50 berwarna putih ditunjukkan pada Gambar 4.1 (a-f) sedangkan sampel GS75 berwarna putih kekuningan ditunjukkan pada Gambar 4.1 (g-i). Hasil SnSO_4 berwarna putih kekuningan menandakan tingginya konsentrasi H_2SO_4 yang teroksidasi selama proses *post-treatment* (Petrus et al., 2022; Rathore et al., 2019; Wang et al., 2015) yang disebabkan oleh tingginya kandungan larutan asam sulfat yang digunakan pada proses sintesis. Pada *post-treatment* menggunakan pengeringan dari *dehydrator* yang terindikasi adanya oksigen dari internal maupun eksternal.

Pada Gambar 4.1 (b), (c), (e), (f), (h), (i) menunjukkan hasil serbuk SnSO_4 jumlah lebih banyak dikarenakan adanya proses waktu elektrolisis yang meningkat, sedangkan Gambar 4.1 (a), (d), (g) menunjukkan hasil serbuk SnSO_4 jumlah lebih sedikit dikarenakan adanya proses waktu elektrolisis yang singkat. Berdasarkan hal tersebut sesuai

dengan Hukum Faraday I yang berbunyi “jumlah massa yang dihasilkan pada proses elektrolisis sebanding dengan jumlah muatan listrik dan waktu elektrolisis yang digunakan”.

Sintesis SnSO_4 pada sampel GS2560, GS5030, GS5060, GS7530 menunjukkan hasil optimal yang diindikasikan dengan serbuk berwarna putih dengan kuantitas banyak. Hasil tersebut menandakan bahwa adanya batas maksimum dari tingginya konsentrasi H_2SO_4 jika waktu elektrolisis semakin lama, dengan demikian pula pada waktu elektrolisis yang lebih lama terdapat batas maksimum jika konsentrasi H_2SO_4 semakin tinggi.

Konsentrasi	Waktu		
	15 menit	30 menit	60 menit
			
	(a) 0,25 M	(b) 0,25 M	(c) 0,25 M
			
	(d) 0,5 M	(e) 0,5 M	(f) 0,5 M
			
	(g) 0,75 M	(h) 0,75 M	(i) 0,75 M

Gambar 4.1 SnSO_4 dengan variasi konsentrasi dan waktu (a) GS2515; (b) GS2530; (c) GS2560; (d) GS5015; (e) GS5030; (f) GS5060; (g) GS7515; (h) GS7530; (i) GS7560.

B. Pengujian Kualitatif SnSO₄ dengan *Iodine*.

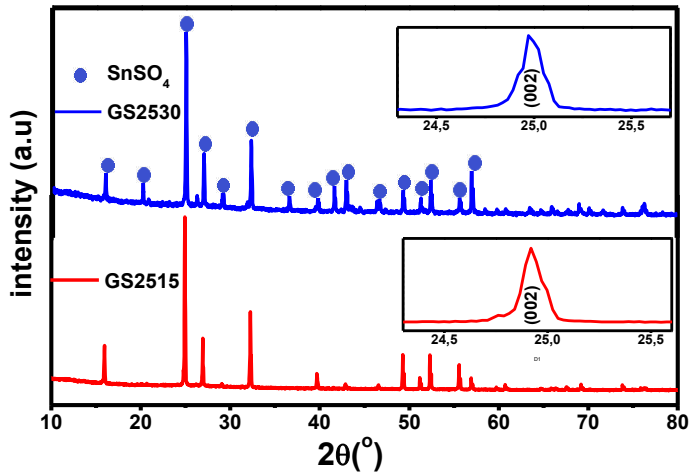
Langkah awal dalam analisis terhadap SnSO₄ hasil sintesis dilakukan menggunakan metode konvensional berbasis *iodine*. Hasil uji kualitatif SnSO₄ menggunakan *iodine* telah berhasil dilakukan. Uji *iodine* didasari oleh reaksi-oksidasi (Redoks) untuk mengidentifikasi keadaan oksidasinya. I₂ dalam larutan *iodine* berwarna coklat mengoksidasi ion Sn²⁺ dari senyawa SnSO₄, kemudian menghasilkan ion iodida (I⁻) yang tampak berwarna putih. Oleh karena itu, perubahan warna larutan menjadi putih mengindikasikan adanya ion Sn²⁺ dalam serbuk hasil sintesis SnSO₄. Mekanisme reaksi dalam pengujian *iodine* tersebut ditunjukkan pada Persamaan (4.6) dan Persamaan (4.7) sebagai berikut (Ahmed et al., 1998; Getman, 1928; Kaiho, 2014):



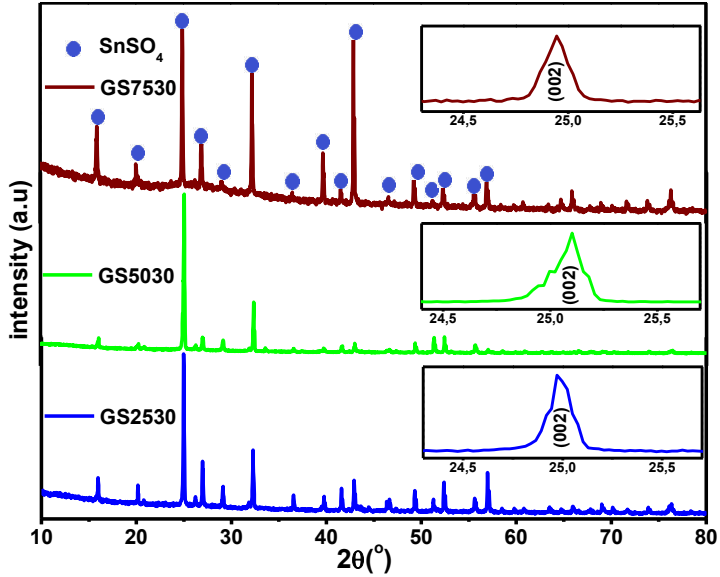
Perbedaan warna hasil sintesis serbuk SnSO₄ dari berbagai variasi konsentrasi dan waktu ditimbang massanya dan direaksikan dengan larutan *iodine* sebanyak 1 mL, sampai terlihat perbedaan warna mencolok. Gambar sampel pengujian berbasis *iodine* sampel SnSO₄ disajikan pada Lampiran 1. Hasil endapan berwarna putih yang menandakan keberadaan Sn²⁺ dari sintesis SnSO₄.

C. Karakterisasi Sampel SnSO_4

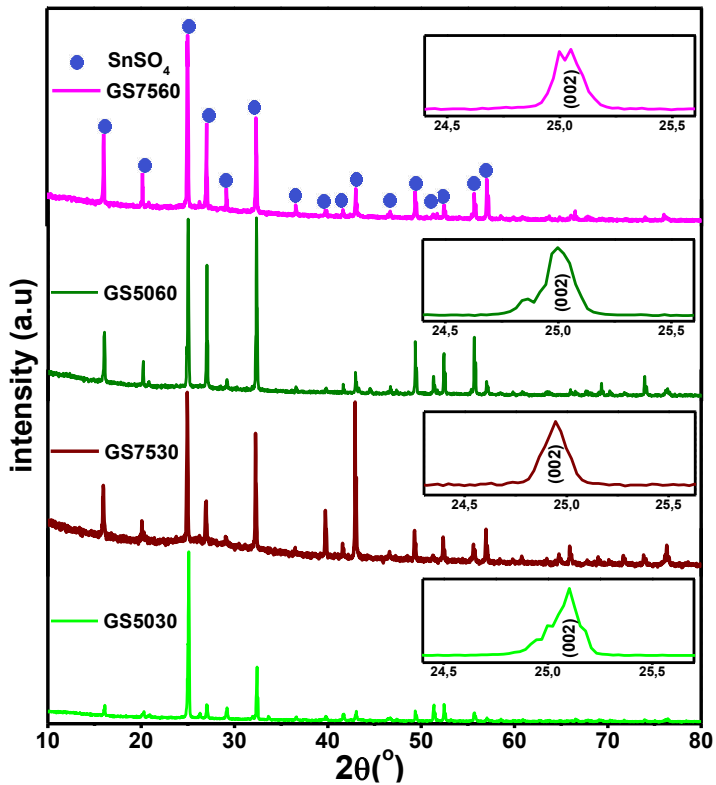
1. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)



Gambar 4.2 Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh waktu.



Gambar 4.3 Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh konsentrasi.



Gambar 4.4 Hasil karakterisasi XRD SnSO_4 pengaruh waktu dan konsentrasi.

Pola difraksi sinar-x untuk semua sampel disajikan pada Gambar 4.2; Gambar 4.3; Gambar 4.4. Semua sampel memiliki fase tunggal tanpa adanya puncak senyawa lain yang dikonfirmasi oleh JCPDS No. 04-016-5779 (Firdharini et al., 2024). Struktur kristal sampel SnSO_4 berupa *orthorhombic* dengan *space*

group Pnma. Puncak hkl dari sudut difraksi rendah ke sudut difraksi tinggi yaitu (001), (002), (102), (212), (202), dan (020). Pola difraksi semua sampel SnSO_4 menunjukkan puncak tertinggi disekitar sudut $24\text{-}25^\circ$. Puncak dengan intensitas tertinggi adalah hkl (002) ditunjukkan pada *inset* Gambar 4.2; Gambar 4.3; Gambar 4.4 yang memperlihatkan hasil pergeseran dan pelebaran sudut $^\circ 2\theta$ ke arah kiri. Hasil pergeseran dan pelebaran tersebut disebabkan adanya parameter *microstructure* seperti ukuran kristal, *micro-strain*, dan dislokasi kisi (Sumadiyasa, 2018).

Ukuran kristal sampel SnSO_4 dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Hasil perhitungan ukuran kristal disajikan pada Tabel 4.2. Berdasarkan Tabel 4.2 dari sampel SnSO_4 , maka peningkatan konsentrasi H_2SO_4 akan berpengaruh pada penurunan ukuran kristal yang disebabkan adanya peningkatan ionisasi dan mobilitas ion-ion Sn^{2+} dan SO_4^{2-} dalam larutan yang dapat mempercepat nukleasi (Singaravelan & Alwar, 2014; Wang et al., 2015). Ketika waktu elektrolisis lebih lama menyebabkan pertumbuhan kristal bertambah, sehingga ukuran kristal meningkat (Ahila et al., 2018). Akibat dari kedua pengaruh tersebut, puncak-puncak difraksi mengalami

perbedaan intensitas (Derman et al., 2009; Wang & Botte, 2014) seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2; Gambar 4.3; Gambar 4.4. Nilai dari ukuran kristal menurut metode *Debye-Scherrer* yaitu 53,68-99,85 nm.

Tabel 4.2 Hasil Analisis XRD Serbuk SnSO_4 *Size-Strain* Metode *Debye Scherrer*, *Stokes Wilson*, dan *Williamson-Hall*.

Sampel	<i>Debye Scherrer</i>		<i>Stokes Wilson</i>	<i>Williamson-Hall</i>	
	D (nm)	$\delta \times 10^{-4} \text{ (nm}^{-2}\text{)}$	$\epsilon (\times 10^{-5})$	D (nm)	$\epsilon (\times 10^{-4})$
GS2515	99,85	1,00	2,45	58,42	-0,62
GS2530	55,93	3,19	4,85	38,72	-0,99
GS5030	54,75	3,33	5,33	30,52	-1,55
GS7530	53,69	3,46	4,46	24,94	-2,42
GS5060	70,85	1,99	2,95	51,76	-0,83
GS7560	69,22	2,08	3,49	49,52	-0,67

Hasil sampel SnSO_4 melalui metode elektrolisis memperoleh hasil ukuran kristal yang mendekati dengan penelitian (Rathore et al., 2019a) melalui metode deposisi in-situ memperoleh hasil ukuran kristal SnSO_4 sekitar 45,00 nm. Kemudian penelitian yang telah dilakukan oleh (Firdharini et al., 2024) memperoleh hasil ukuran kristal SnSO_4 lebih besar melalui metode presipitasi sebesar ~666 nm.

Nanopartikel dipengaruhi oleh regangan akibat faktor dari cacat kristal, ukuran kristal, dislokasi, distorsi, cacat titik, batas butir, *triple junction*, dan *stacking faults* (Guo & Guo, 2024). Namun, berdasarkan perhitungan *Scherrer* secara eksklusif hanya mempertimbangkan pengaruh ukuran kristalit pada pelebaran puncak XRD dan tidak memperhitungkan pengaruh regangan. Sebaliknya, dengan mengaitkan regangan, ketidaksempurnaan dan distorsi dapat menggantikan ketergantungan $1/\cos\theta$ pada metode *Scherrer* seperti pada persamaan *Stokes-Wilson* $\varepsilon = \beta_{hkl}/4 \tan \theta$ (Patel et al., 2024). Pemaparan dari Cullity, (1977) & Stock, (2014) mengenai metode *Williamson-Hall* yaitu pelebaran dan pergeseran puncak disebabkan oleh ukuran kristal regangan kisi/*microstrain* seperti Gambar 4.2; Gambar 4.3; Gambar 4.4 maka kontribusi pelebaran ukuran kristal (β_D), pelebaran akibat regangan kisi yang diinduksi oleh dislokasi (β_S), dan pelebaran total puncak difraksi sinar-x (β_{hkl}) seperti Persamaan (4.9) (Cullity, 1977; Stock, 2014; Sundaram et al., 2020).

$$\beta_{hkl} = \beta_D + \beta_S \quad (4.9)$$

Dari persamaan tersebut terdapat beberapa model pendekatan yang merepresentasikan metode *Williamson-Hall* diantaranya seperti *Uniform*

Deformation Model (UDM). UDM dapat diasumsikan bahwa terdapat regangan konsisten dan isotropik yang terdistribusi di semua arah kristalografi dalam ketidaksempurnaan struktur kristal (Patel et al., 2024; Sundaram et al., 2020).

$$\beta_{hkl} = \left(\frac{k\lambda}{D \cos \theta} \right) + 4\epsilon \tan \theta \quad (4.10)$$

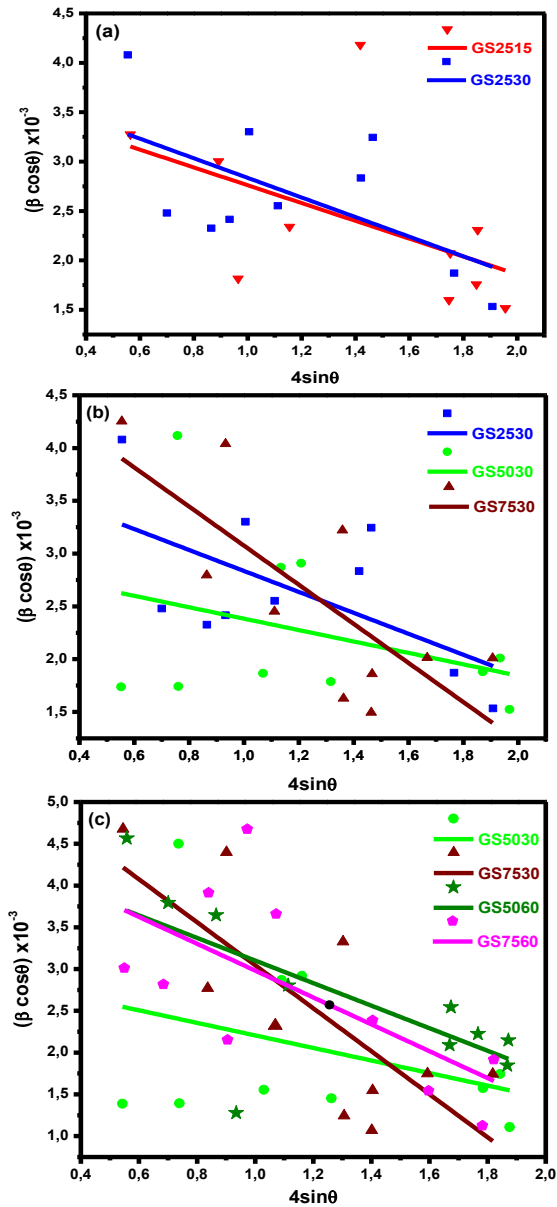
Atau setara dengan Persamaan (4.10)

$$\beta_{hkl} \cos \theta = \left(\frac{k\lambda}{D} \right) + 4\epsilon \sin \theta \quad (4.11)$$

Pada Persamaan (4.9) sering kali disebut sebagai persamaan *Williamson-Hall* model pendekatan *Uniform Deformation Model* (UDM). Sebuah grafik dari $\beta_{hkl} \cos \theta$ diplotkan terhadap $4 \sin \theta$ seperti diilustrasikan pada Gambar 4.5. Kemiringan plot grafik menunjukkan regangan pada SnSO_4 , sementara kebalikan dari nilai *intercept* memperoleh ukuran kristal. Kemiringan negatif dalam plot UDM menunjukkan kontraksi kisi atau regangan kompresif, sedangkan kemiringan positif ditandai adanya ekspansi kisi atau regangan tensile (Patel et al., 2024; Williamson & Hall, 1953). Jika kristal SnSO_4 mengalami *micro-strain* kompresif artinya dalam material tersebut mengalami penyusutan sehingga membuat kristal SnSO_4 berbentuk lebih kecil seperti pada Tabel 4.3. Faktor dari regangan kompresif pada

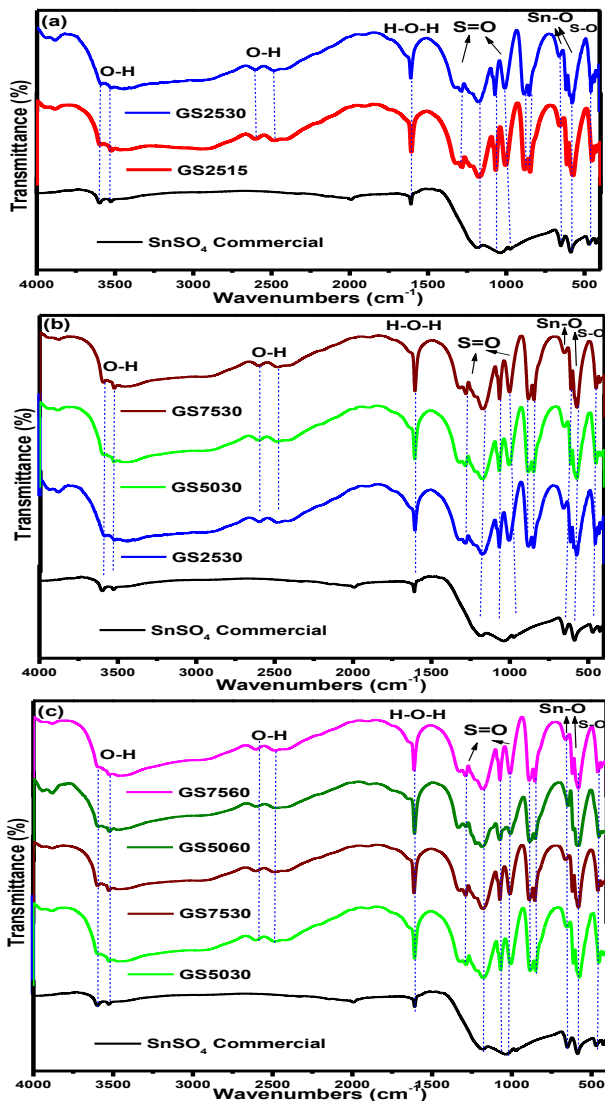
elektrolisis direpresentasikan adanya konsentrasi elektrolit (Singaravelan & Alwar, 2014), waktu elektrolisis (Gajendiran et al., 2024), tegangan, rapat arus (El Sayed et al., 2022), pengadukan, dan suhu pengeringan (Desai et al., 2021).

Seperti yang terlihat dari Tabel 4.2, ukuran kristal SnSO_4 yang diperoleh melalui metode *Scherrer* lebih besar dibandingkan dengan metode *Williamson-Hall*. Hal ini disebabkan oleh fakta bahwa metode *Williamson-Hall* mencakup pelebaran puncak serta cacat kisi dalam estimasi ukuran kristal sehingga nilai lebih akurat (Ebrahimi et al., 2024; Jiang et al., 1999). Ketika ukuran kristal SnSO_4 menyusut maka micro-strain yang dihasilkan cenderung membesar (Sumadiyasa, 2018). Faktor dari cacat kristal lainnya berupa dislokasi kisi, pada dislokasi kisi SnSO_4 bernilai tinggi akibatnya ukuran kristal SnSO_4 kecil seperti ditunjukkan Tabel 4.2 (Ćirović et al., 2015).



Gambar 4.5 Hasil Plot W-H SnSO_4 (a) Pengaruh Waktu, (b) Pengaruh Konsentrasi, (c) Pengaruh Waktu dan Konsentrasi.

2. Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)



Gambar 4.6 Hasil Spektrum Karakterisasi FTIR SnSO_4 (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi; (c) pengaruh waktu dan konsentrasi.

Tabel 4.3 Hasil Spektrum Bilangan Gelombang Gugus Fungsi Sampel SnSO_4

Sampel	Bilangan gelombang				
	Gugus Fungsi				
	S-O	Sn-O	S-O	H-O-H	O-H
GS2515	432.11	-	850.54	1608.69	2485.01
	454.27	614.37	885.54		2603.19
		659.12	1006.15		3525.65
			1069.36		
			1175.83		
			1285.83		
GS2530	433.21	-	850.98	1608.80	2483.33
	456.07	614.68	883.96		2601.64
		658.67	1005.59		3444.28
			1069.94		
			1178.85		
			1284.44		
GS5030	432.50	575.55	850.54	1608.89	2488.08
	454.01	614.99	885.13		2605.68
		653.33	1006.39		3524.85
			1069.70		
			1178.78		
			1285.26		
GS7530	431.86	576.28	850.73	1608.42	2485.47
	454.27	614.17	885.03		2604.62
		655.47	1006.38		3525.21
			1069.56		
			1176.98		
			1283.91		
GS5060	430.37	584.72	850.76	1608.99	2481.57
	450.57	613.34	885.40		2603.07
		645.66	1006.35		3524.97
			1071.24		2481.57
			1184.50		
			1284.95		
GS7560	431.78	576.22	850.66	1609.02	2485.88
	455.00	614.06	885.38		2603.26
		657.99	1006.47		3449.64
			1069.51		
			1177.24		
			1284.32		

Berdasarkan grafik Gambar 4.6 dan Tabel 4.3 menunjukkan panjang gelombang dari 400-4000 cm^{-1} , sementara pada panjang gelombang dari *range* 1600-4000 cm^{-1} terdapat gugus fungsi O-H yang berarti hasil dari SnSO_4 bersifat higroskopis. Hasil spektrum FTIR eksperimen menunjukkan gugus fungsi S-O *deformation* (400-500 cm^{-1}) terdeteksi di sekitar 431-456 cm^{-1} dalam sampel SnSO_4 , mengindikasikan adanya vibrasi deformasi gugus S-O (SO_4^{2-}) (He & Zhang, 2020; Purwita, 2023). Gugus fungsi Sn-O (555-670 cm^{-1}) muncul pada 576-659 cm^{-1} , yang sesuai dengan vibrasi *stretching* Sn-O (Sn^{2+}) (Petrov et al., 2012; Rathore et al., 2019b; Suwanpanchoo et al., 2024). S-O *stretching* (900-1500 cm^{-1}) diidentifikasi dengan beberapa puncak signifikan di sekitar 850, 885, 1006, 1069, 1175, dan 1285 cm^{-1} , yang menegaskan keberadaan ikatan S-O dalam struktur sulfat (Anthony et al., 1995; Rathore et al., 2019a). H-O-H bending ($\sim 1600 \text{ cm}^{-1}$) ditemukan disekitar 1608-1609 cm^{-1} , menunjukkan kemungkinan adanya kandungan air (H_2O) dalam sistem karena teradsorpsi. O-H *stretching* (2409-3650 cm^{-1}) dengan puncak signifikan di sekitar 2603, 3448, dan 3525 cm^{-1} , mengindikasikan keberadaan gugus hidroksil (O-H) yang berasal dari air atau interaksi dengan H_2SO_4 (Robbiola et al., 2008;

Sakai et al., 2017). Pada SnSO_4 Komersial menunjukkan spektrum 426.43; 471.66; 586.88; 651.33; 974.73; 1038.31; 1181.31; 1609.00; 1993.54; 352.43; 3599.17 (Firdharini et al., 2024; Rathore et al., 2019a), sehingga hasil spektrum FTIR menunjukkan kesamaan antara SnSO_4 eksperimen dengan SnSO_4 komersial.

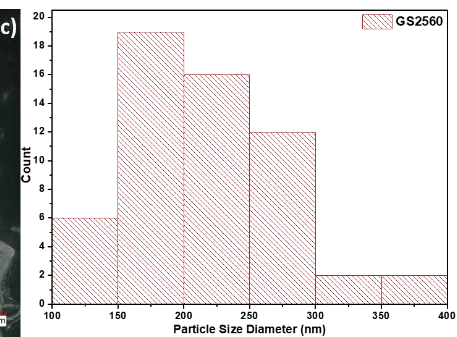
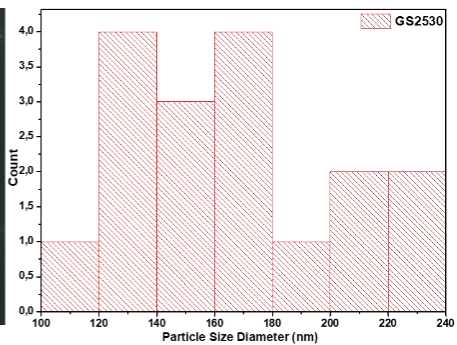
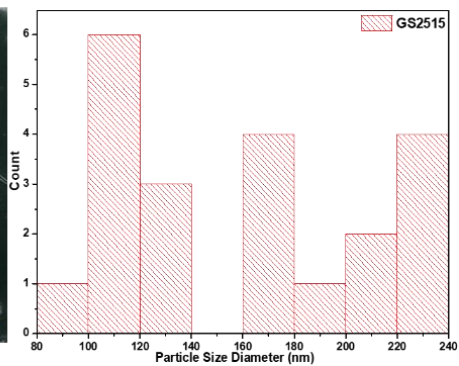
3. Karakterisasi 3D-Optical Microscope (3D-OM)

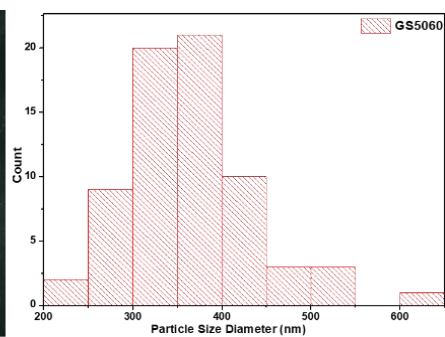
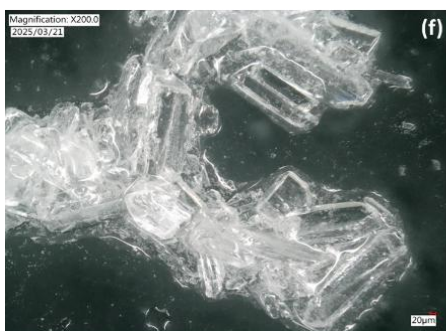
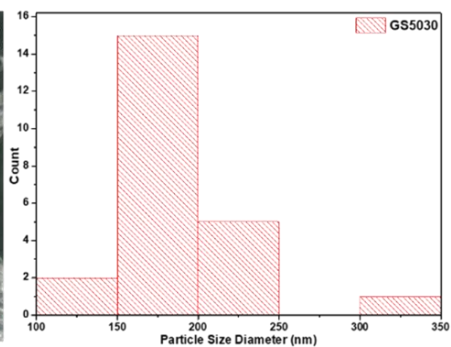
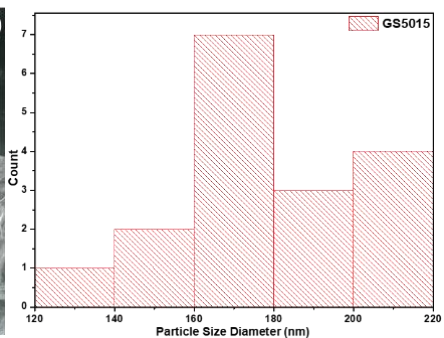
Analisis struktur morfologi serbuk kristal SnSO_4 menggunakan 3D-OM. Pengujian sampel material dilaksanakan di Laboratorium Imaging Fisika Maju BRIN Serpong melalui perbesaran 200x sampai 1000x agar diameter serbuk kristal tampak lebih jelas. Hasil tampilan 3D-OM disajikan menggunakan ImageJ kemudian diolah dengan Microsoft excel lalu diplot menggunakan Origin 8.5.

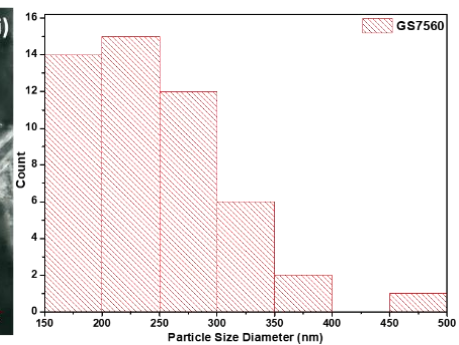
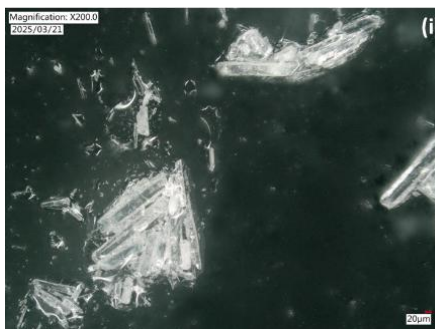
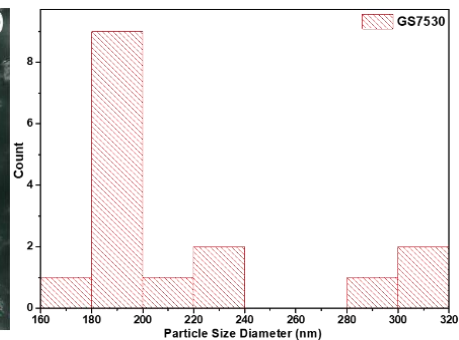
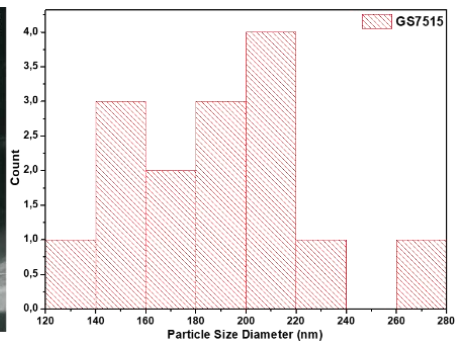
Struktur morfologi kristal SnSO_4 ditunjukkan pada Gambar 4.7. Struktur morfologi merepresentasikan serbuk kristal yang berbentuk prisma, berwarna putih jernih dan mengkilat. Pada hasil penelitian yang telah dilakukan oleh (Firdharini et al., 2024) melalui metode presipitasi menghasilkan serbuk SnSO_4 berbentuk prisma, sedangkan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh (Rathore et al., 2019a)

melalui metode deposisi in-situ menghasilkan serbuk SnSO_4 cenderung berbentuk *agglomerate* atau gumpalan sehingga akan sulit untuk melihat struktur morfologi SnSO_4 .

Dari hasil struktur morfologi pada Gambar 4.7 mendapatkan hasil ukuran prisma berbeda-beda yang disebabkan adanya pengaruh konsentrasi H_2SO_4 dan pengaruh waktu elektrolisis. Maka Tabel 4.4 merepresentasikan hasil ukuran rata-rata distribusi partikel SnSO_4 . Hasil ukuran rata-rata partikel SnSO_4 cenderung mengecil disebabkan adanya konsentrasi H_2SO_4 yang meningkat dan waktu elektrolisis yang lama. Konsentrasi H_2SO_4 yang tinggi meningkatkan ionisasi dan mobilitas ion Sn^{2+} dan SO_4^{2-} , sedangkan waktu elektrolisis yang lebih lama mengakibatkan pertumbuhan ion Sn^{2+} dan ion SO_4^{2-} semakin banyak sehingga ukuran partikel cenderung membesar. Seperti pada Tabel 4.4 hasil ukuran rata-rata distribusi partikel SnSO_4 bernilai dari 158,2 sampai 244,9 nm.







Gambar 4.7 Hasil 3D-OM dan grafik persebaran distribusi SnSO_4 (a) GS2515 (b) GS2530 (c) GS2560 (d) GS5015 (e) GS5030 (f) GS5060 (g) GS7515 (h) GS7530 (i) GS7560.

Berdasarkan hasil penelitian yang sudah dilakukan oleh (Firdharini et al., 2024) melalui metode presipitasi bahwa ukuran partikel SnSO_4 yang didapat sebesar 2,32 μm . Kemudian hasil penelitian yang telah dilakukan oleh (Rathore et al., 2019a) melalui metode deposisi in-situ memperoleh ukuran rata-rata partikel SnSO_4 sebesar 45 nm. Lalu hasil penelitian yang sudah dilakukan oleh (Gao et al., 2018) melalui *mechanical method* menghasilkan ukuran rata-rata partikel SnSO_4 sebesar 20 μm .

Tabel 4.4 Hasil ukuran rata-rata distribusi partikel SnSO_4

Sampel	Ukuran rata-rata distribusi partikel (nm)
GS2515	187,6
GS2530	214,7
GS2560	244,9
GS5015	179,1
GS5030	183,4
GS5060	236,3
GS7515	158,2
GS7530	166,7
GS7560	216,7

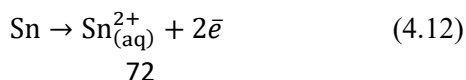
D. Proses Pemurnian Timah dengan *Electrorefining*

Timah batangan kemurnian 63,500% dimurnikan agar bisa menghilangkan unsur lain seperti timbal, fosfor, tembaga dan lainnya. Salah satu metode untuk memurnikan logam dengan cara *electrolytic refining* (Lee et al., 2015; Son et al., 2015). Proses *electrorefining* timah menggunakan chamber *electrorefining* seperti pada Gambar 4.8 yang dialiri arus dan tegangan. Anoda yang digunakan dari timah batangan 63,500% dan katoda yang digunakan berupa karbon (unsur inert) (Yang et al., 2016). Pada eksperimen yang akan dilakukan menggunakan elektrolit dari serbuk SnSO_4 dengan pelarut DI water dan H_2SO_4 (Lee et al., 2015).



Gambar 4.8 Proses pemurnian Timah Murni melalui *Electrorefining*.

Di anoda, logam timah 63,500% akan teroksidasi menjadi ion Sn^{2+} dan larut ke dalam larutan seperti Persamaan (4.12)



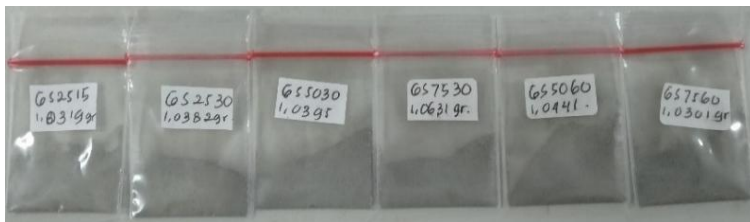
Ion Sn^{2+} yang telah berada dalam larutan kemudian bergerak ke katoda. Di katoda, ion-ion ini mendapatkan elektron kembali dan berubah menjadi logam timah murni yang mengendap di permukaan katoda seperti Persamaan (4.13)



Dalam proses *electrorefining* timah terdapat elemen-elemen lain yang mengalami proses potensial elektroda standar (E°) untuk reduksi ion timah ($\text{Sn}^{2+} + 2e^- \leftrightarrow \text{Sn}$) adalah -0,1375 V seperti Tabel 4.5 hal ini menunjukkan bahwa reduksi timah solder menjadi logam murni berlangsung pada potensial yang relatif rendah dibandingkan beberapa elemen lainnya. Seperti halnya pada elemen-elemen timbal (Pb, $E^\circ = -0,12$ V), bismuth (Bi, $E^\circ = 0,308$ V), perak (Ag, $E^\circ = 0,7996$ V), dan tembaga (Cu, $E^\circ = 0,521$ V) memiliki potensial elektroda standar yang lebih tinggi daripada timah. Hal ini menandakan selama proses *electrorefining*, elemen-elemen ini akan tetap teroksidasi dan tidak direduksi di katoda. Sebagai gantinya, elemen-elemen tersebut membentuk “slime anoda” berupa lapisan pengotor yang mengendap di sekitar anoda (Kekesi, 2013; Rimaszeki et al., 2012).

Untuk memisahkan Pb dari timah di perlukan beberapa parameter yang mempengaruhi proses pemisahan dalam pemurnian logam dapat dilihat dari rapat arus, tegangan, konsentrasi elektrolit, penambahan *metal sources*,

pengadukan, waktu pemurnian dan lainnya seperti Persamaan reaksi 4.8 (Dobó et al., 2012; Kekesi, 2013; Lee et al., 2015; Rimaszeki et al., 2012).



a



b

Gambar 4.9 Hasil proses *electrorefining* untuk mendapatkan timah murni (a) dengan penambahan $\text{SnSO}_4 + \text{DI}$; (b) dengan penambahan $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$.

Tabel 4.5 Potensial Standar Elektroda Pada Elemen-
Elemen Logam Anoda Sn

Reaksi elemen	E^0 (V)	Referensi
$\text{Sn}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Sn}$	-0,1375	
$\text{Pb}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Pb}$	-0,12	
$\text{Al}^{3+} + 3e \leftrightarrow \text{Al}$	-1,662	(Lee et al., 2015)
$\text{Bi}^+ + e \leftrightarrow \text{Bi}$	0,5	
$\text{Bi}^{3+} + 3e \leftrightarrow \text{Bi}$	0,308	
$\text{Cd}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Bi}$	-0,49	(Mayer & Holze, 2001)
$\text{Cl}_2 + 2e \leftrightarrow 2\text{Cl}^-$	1,358	(Budi & Kim, 2019)
$\text{Cu}^+ + e \leftrightarrow \text{Cu}$	0,521	(Lee et al., 2015)
$\text{Fe}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Fe}$	-0,45	(Park et al., 2018)
$\text{In}^{3+} + 3e \leftrightarrow \text{In}$	-0,34	(Rocchetti et al., 2016)
$\text{Mg}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Mg}$	-2,36	(Chen et al., 2015)
$\text{Ni}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Ni}$	-0,26	(Park et al., 2018)
$\text{P} + 3\text{H}^+ + 3e \leftrightarrow \text{PH}_3$	0,150	(Kwolek & Dychto, 2022)
$\text{Sb}^{3+} + 3e \leftrightarrow \text{Sb}$	0,10	(Son et al., 2015)
$\text{SiO}_2 + 4\text{H}^+ + 4e \leftrightarrow \text{Si} + 2\text{H}_2\text{O}$	-0,888	(Lee et al., 2015)
$\text{S} + 2\text{H}^+ + 2e \leftrightarrow \text{H}_2\text{S}$	-0,14	(Yang et al., 2016)
$\text{Zn}^{2+} + 2e \leftrightarrow \text{Zn}$	-0,76	(Park et al., 2018)
$\text{Ag}^+ + e \leftrightarrow \text{Ag}$	0,7996	(Son et al., 2015)

Hasil *electrorefining* dengan larutan ($\text{SnSO}_4 + \text{DI}$) Gambar 4.9 (a) sebagai media elektrolit menunjukkan bahwa reduksi timah yang diperoleh lebih halus dan terang dibandingkan dengan hasil *electrorefining* dengan larutan ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) seperti Gambar 4.9 (b) reduksi timah cenderung kurang halus dan lebih gelap. Berat kuantitas hasil reduksi dari proses *electrorefining* timah Gambar 4.9 (b) lebih melimpah daripada hasil reduksi Gambar 4.9 (a), oleh karena itu hasil tersebut memicu adanya penambahan asam ataupun tanpa asam pada pelarutnya seperti pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Kekesi, 2013; Lee et al., 2015; Son et al., 2015). Penambahan DI *water* pada elektrolit untuk *electrorefining* timah menghasilkan deposisi yang lebih lambat sehingga pertumbuhan timah lebih halus, sedangkan penambahan larutan asam dapat mempercepat pelepasan ion Sn^{2+} dari anoda dan deposisi di katoda oleh sebab itu lebih banyak menghasilkan pemurnian timah.

Dari hasil timah murni dari proses *electrorefining* menggunakan variasi larutan $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ dan $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ seperti Tabel 4.6, penggunaan pengaruh waktu elektrolisis seperti sampel GS2515, GS2530 dan pengaruh konsentrasi seperti sampel GS2530, GS5030, GS7530 memperoleh hasil signifikan yang disebabkan oleh setiap hasil timah murni dari proses *electrorefining* meningkat. Sedangkan pada penggunaan pengaruh waktu

dan konsentrasi seperti sampel GS5030, GS7530, GS5060, GS7560 terdapat penurunan hasil timah murni pada larutan $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ dan $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ seperti sampel GS7560. Penurunan hasil timah murni ini dikarenakan hasil sampel GS7560 berwarna putih kekuningan. Berdasarkan hal tersebut menandakan bahwa semakin lama waktu elektrolisis maka konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan semakin kecil, begitupula dengan penggunaan konsentrasi H_2SO_4 yang kecil bisa memperpanjang waktu elektrolisis.

Tabel 4.6 Hasil Timah Murni dari Proses *Electrorefining* Timah

Sampel	Larutan	
	$\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$	$\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
GS2515	1,0319	1,0609
GS2530	1,0382	1,0661
GS5030	1,0395	1,0669
GS7530	1,0631	1,0674
GS5060	1,0441	1,0679
GS7560	1,0301	1,0661

G. Karakterisasi Sampel Timah Murni dari Proses *Electrorefining*.

1. Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Berdasarkan hasil XRF pemurnian timah sebelum dilakukan proses *electrorefining*, elektroda karbon

memiliki kemurnian timah sebesar 63,500%. Ketika proses *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI}$) dilakukan pada Tabel 4.7 memperlihatkan kemurnian dari hasil proses *electrorefining* meningkat cukup signifikan. Kondisi optimal pada pemurnian logam timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) melalui proses *electrorefining* terdapat pada sampel SnSO_4 dengan konsentrasi 0,50 M dan waktu elektrolisis 60 menit (GS5060) menghasilkan kemurnian logam timah sebesar 93,40%.

Tabel 4.7 Hasil Karakterisasi XRF Pada *Electrorefining* Timah
(SnSO_4 +DI)

Unsur	Sebelum		Sesudah GS2515		Sesudah GS2530		Sesudah GS5030		Sesudah GS7530		Sesudah GS5060		Sesudah GS7560	
	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)
Sn	63,50	93,13	92,80	93,25	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10	93,10
Pb	36,20	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Al	0,001	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
As	0,030	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Bi	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Cd	0,002	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Cl	0,000	0,30	0,30	0,30	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Cu	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fe	0,005	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
In	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mg	0,000	1,10	1,40	1,40	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70
Ni	0,010	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
P	0,000	0,80	0,80	0,90	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80
Sb	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Si	0,000	0,40	0,50	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
S	0,000	3,50	4,10	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60
Zn	0,001	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Ag	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Sedangkan pada *electrorefining* timah menggunakan larutan dari $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ Tabel 4.8 mendapat kemurnian lebih besar dibanding sebelumnya seperti pada sampel GS5060 yaitu 93,70%. Selain itu

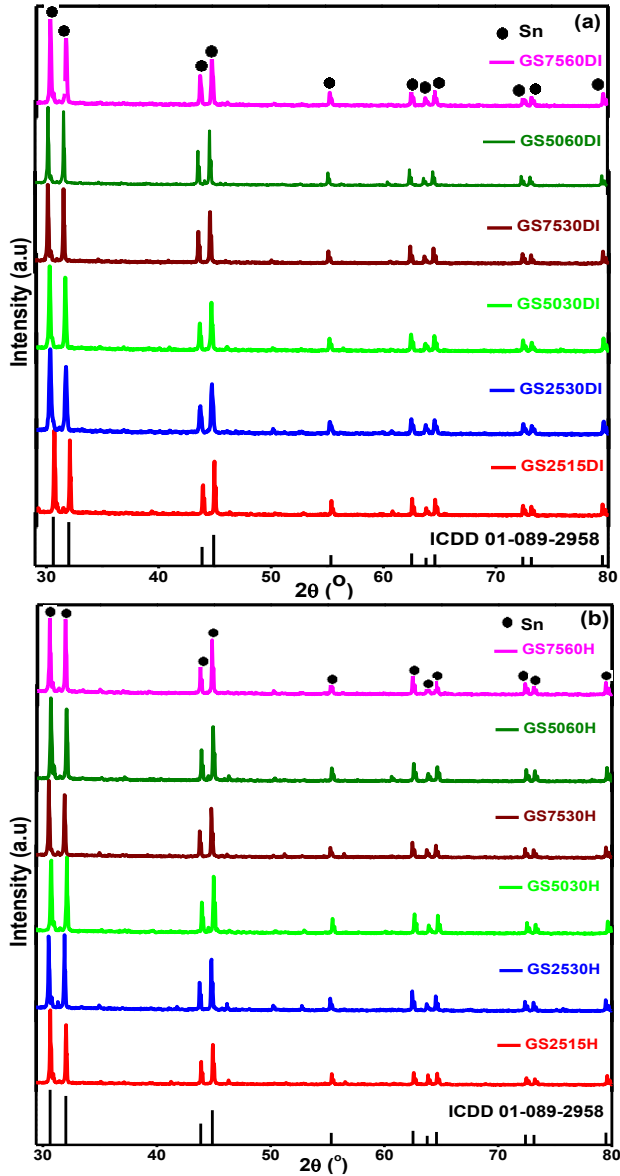
menurut data standar level dari bursa perdagangan di london (*London Metal Exchange*) minimum sebesar 99,85% dilakukan pemurnian sebanyak tiga kali (Kekesi, 2013; Xia et al., 2023), sedangkan untuk hasil pemurnian timah eksperimen dimurnikan sebanyak satu kali. Hal ini menunjukkan proses *electrorefining* berhasil meningkatkan kemurnian timah dalam larutan. Peningkatan kemurnian Sn dibanding dengan elemen-elemen logam pengotor lainnya disebabkan oleh potensial reduksi Sn reduksi (Tabel 4.5) lebih rendah dibandingkan potensial reduksi elemen-elemen logam lainnya (Lee et al., 2015).

Tabel 4.8 Hasil Karakterisasi XRF Pada *Electrorefining* Timah
($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$)

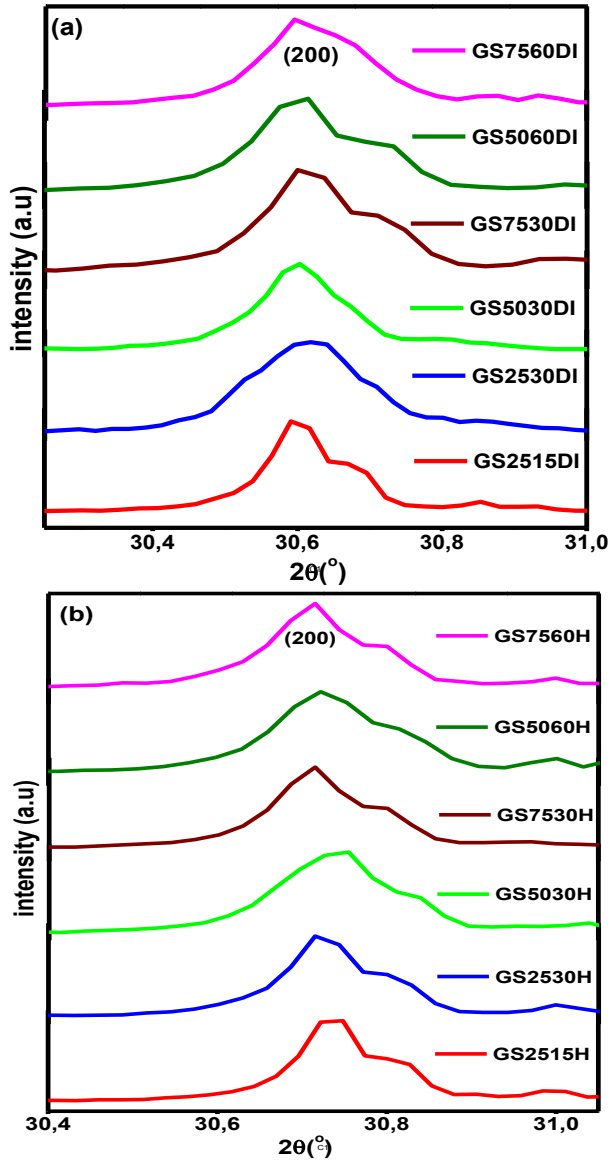
Unsur	Sebelum		Setelah GS2515		Setelah GS2530		Setelah GS5030		Setelah GS7530		Setelah GS5060		Setelah GS7560	
	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)	Komposisi (%)
Sn	63,50	93,40	93,40	93,20	93,20	93,60	93,60	93,50	93,50	93,70	93,70	92,90	92,90	92,90
Pb	36,20	0,00	0,00	0,10	0,10	0,00	0,00	0,10	0,00	0,00	0,00	0,10	0,10	0,10
Al	0,001	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
As	0,030	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Bi	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Cd	0,002	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Cl	0,000	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
Cu	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fe	0,005	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
In	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mg	0,000	1,70	1,70	1,80	1,80	2,10	2,10	2,10	2,10	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80
Ni	0,010	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
P	0,000	0,80	0,80	0,90	0,90	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,90	0,90	0,90
Sb	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Si	0,000	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
S	0,000	3,50	3,50	3,32	3,32	2,67	2,67	2,90	2,90	3,00	3,00	3,60	3,60	3,60
Zn	0,001	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Ag	0,050	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

2. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pada Gambar 4.10 (a) dan Gambar 4.10 (b) memperlihatkan hasil fase yang sama atau *single phase* antara hasil pola difraksi sinar-x *electrorefining* eksperimen dan pola difraksi sinar-x *electrorefining* referensi berupa Sn murni (ICDD 01-089-2958). Struktur kristal sampel Sn murni berupa *tetragonal* dengan *space group* I41/amd. Puncak hkl dari sudut difraksi sampel Sn murni yaitu (200), (101), (220), (211), (301), (112), (400), (321), (420), (411), dan (312). Pola difraksi semua sampel Sn murni yang dihasilkan dari reduksi pada katoda menunjukkan puncak tertinggi disekitar sudut 30° . Puncak dengan intensitas tertinggi adalah hkl (200) ditunjukkan pada Gambar 4.10. Gambar 4.10 (a) memperlihatkan hasil pergeseran sudut 2θ ke arah kiri, sedangkan Gambar 4.10 (b) menunjukkan hasil pergeseran sudut 2θ ke arah kanan.



Gambar 4.10 Hasil karakterisasi XRD timah murni dari proses *electrorefining* (a) pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$; (b) pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$.



Gambar 4.11. Salah satu puncak hkl (200) kristal pada hasil *electrorefining* timah yang mengalami regangan kisi (a) $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ (b) $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$.

Perbedaan antara hasil *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) dengan *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) dapat diidentifikasi dengan analisis kuantitatif oleh *debye scherrer*, stokes wilson, dan Williamson-Hall.

Tabel 4.9 Hasil Analisis *Electrorefining* Timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) dan *Electrorefining* Timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) *Size-Strain* Metode *Debye Scherrer*, *Stokes Wilson*, dan *Williamson-Hall*.

Sampel	Larutan	<i>Debye Scherrer</i>		Stokes Wilson	Williamson Hall	
		D (nm)	$\delta \times 10^{-4}$ (nm^{-2})	$\varepsilon (\times 10^{-5})$	D (nm)	$\varepsilon (\times 10^{-4})$
GS2515	$\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$	97,95	1,04	1,81	66,74	-4,07
GS2530		45,57	4,81	3,61	26,63	-11,13
GS5030		70,50	2,01	2,35	42,05	-7,21
GS7530		90,63	1,21	2,16	40,94	-11,65
GS5060		99,70	1,01	1,69	59,16	-5,46
GS7560		61,13	2,67	2,91	39,89	-6,85
GS2515	$\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$	91,63	1,19	2,11	255,13	+0,64
GS2530		87,84	1,29	2,12	479,05	+2,5
GS5030		85,17	1,37	2,29	251,68	+0,97
GS7530		86,38	1,34	2,32	254,46	+1,01
GS5060		83,05	1,44	2,26	386,57	+2,31
GS7560		87,90	1,29	2,09	520,86	+2,62

Berdasarkan Tabel 4.9 hasil ukuran kristalit *electrorefining* timah pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ dan pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ menunjukkan perbedaan cukup signifikan. Untuk hasil ukuran kristalit oleh *Debye Scherrer* bahwa Sn murni pada katoda dari proses

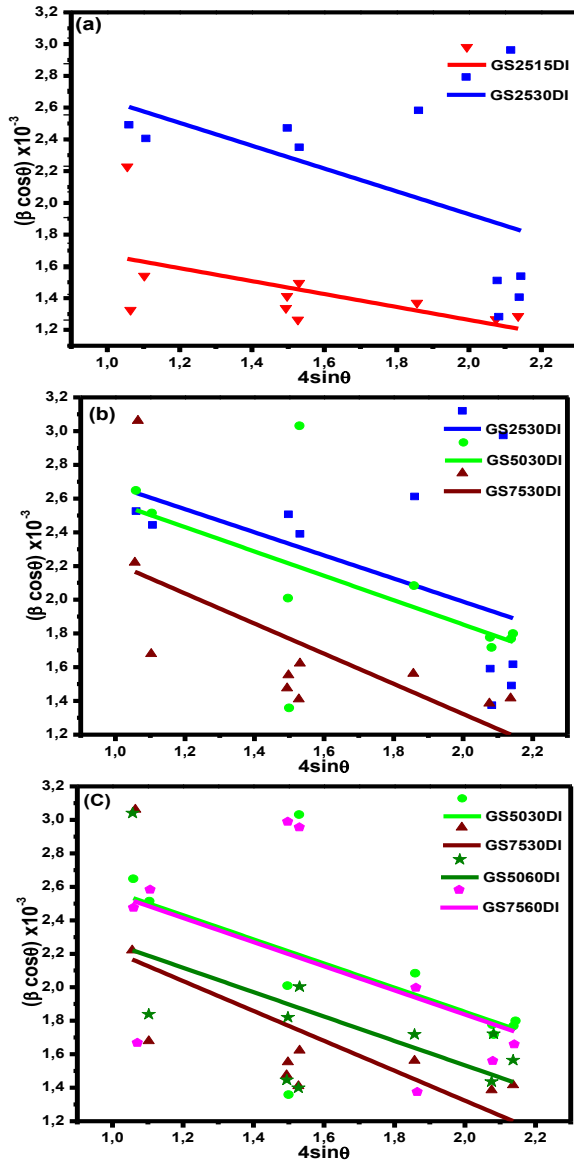
electrorefining timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) lebih linear dibandingkan dengan *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$). Pada hasil ukuran kristalit menurut *Debye Scherrer* dan Williamson-Hall pemurnian timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) kurang linear dari 45,57-99,70 nm dan 26,63-66,74 nm disebabkan oleh penambahan pelarut *DI Water* yang kurang konduktif untuk melepaskan ion Sn^{2+} , sehingga pertumbuhan kristal yang baik dalam lingkungan asam sulfat. Dalam lingkungan asam sulfat untuk *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) ukuran kristalit cenderung linear dan lebih stabil seperti Tabel 4.9. Sedangkan pada ukuran kristalit *electrorefining* timah pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$ dan pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ menurut metode Williamson-Hall terkadang lebih kecil atau lebih besar dikarenakan adanya penambahan perhitungan pada *micro-strain*.

Pengukuran *micro-strain* menurut metode stokes wilson Tabel 4.9 menunjukkan hasil *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) lebih stabil dibandingkan hasil *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$). Untuk hasil *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) memperlihatkan *micro-strain* lebih besar yang disebabkan oleh tegangan internal, sehingga hasil

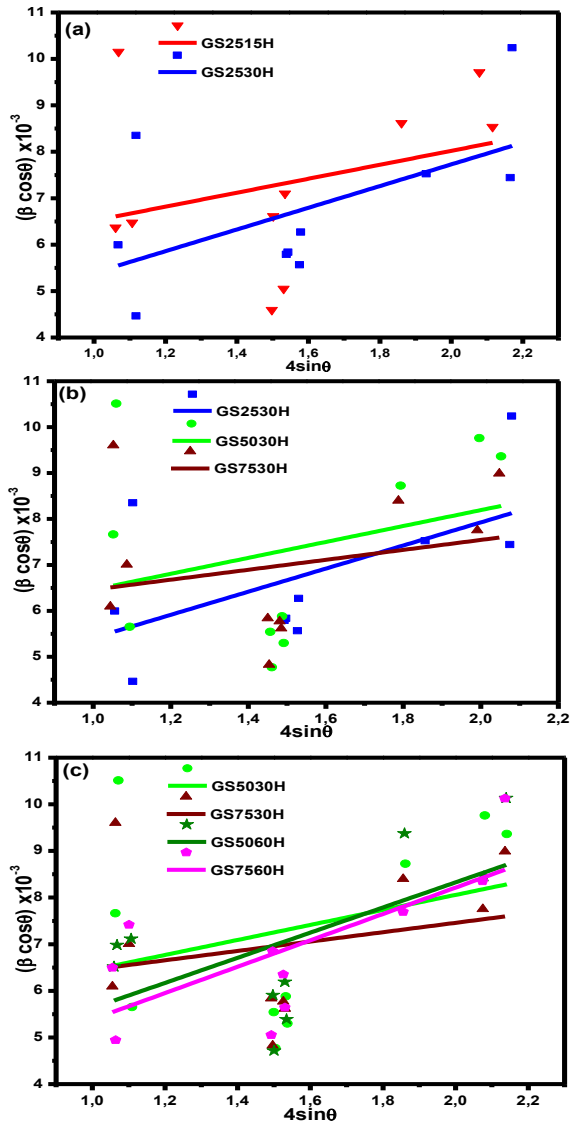
ukuran kristal kurang stabil. Sedangkan hasil *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) membuktikan micro-strain lebih kecil dan lebih stabil secara struktural maka menghasilkan logam dengan sifat lebih baik.

Hasil *electrorefining* timah dianalisis menggunakan metode Williamson-Hall untuk mengetahui perbedaan antara micro-strain menurut stokes wilson dengan williamson-hall. Pada metode Williamson-Hall dapat merepresentasikan jenis regangan yang terjadi dalam kristal tersebut seperti pada hasil antara uji *electrorefining* timah ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) dengan ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$). Hasil plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* ($\text{SnSO}_4 + \text{DI Water}$) disajikan pada Gambar 4.11 membuktikan jenis micro-strain berupa regangan compressive yang menandakan grafik plot W-H turun (nilai micro-strain negatif) dan ukuran kristal cenderung kurang stabil, akan tetapi ukuran kristal mengecil dapat berakibat kurang stabilnya dalam pertumbuhan kristal yang menimbulkan dislokasi yang besar pula. Sedangkan hasil plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* disajikan Gambar 4.12 ($\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) memperlihatkan jenis micro-strain dalam bentuk

regangan *tensile* yang mengindikasikan grafik plot W-H naik (nilai micro-strain positif) dan ukuran kristal cenderung meningkat, ketika ukuran kristal meningkat dapat menimbulkan pertumbuhan kristal yang lebih stabil dan nilai micro-strain dan dislokasi cenderung lebih kecil.



Gambar 4.12 Hasil Plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* dengan pelarut SnSO_4 +DI (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi (c) pengaruh konsentrasi dan waktu.



Gambar 4.13 Hasil Plot W-H dari timah murni melalui proses *electrorefining* dengan pelarut $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (a) pengaruh waktu; (b) pengaruh konsentrasi (c) pengaruh konsentrasi dan waktu.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

1. Peningkatan konsentrasi larutan cenderung meningkatkan efisiensi pembentukan SnSO_4 , namun konsentrasi yang terlalu tinggi dapat menyebabkan *over-oxidation*. Pengaruh konsentrasi optimal untuk mendapatkan SnSO_4 berupa 0,50 M menghasilkan struktur kristal *orthorhombic*, mengindikasikan adanya ikatan S-O, Sn-O, S-O sebagai gugus fungsi SnSO_4 . Struktur morfologi produk SnSO_4 yang dihasilkan berbentuk prisma. Peningkatan konsentrasi dapat memperkecil hasil ukuran partikel salah satunya 187,6-158,7 nm.
2. Waktu yang optimal memungkinkan pembentukan kristal SnSO_4 yang lebih terdefinisi dan murni. Namun, waktu yang terlalu singkat dapat menyebabkan penurunan efisiensi energi dan degradasi material *elektrode*. Pengaruh waktu elektrolisis yang optimal untuk pembentukan SnSO_4 berupa 30 dan 60 menit menghasilkan struktur kristal *orthorhombic*, mengindikasikan adanya ikatan S-O, Sn-O, S-O sebagai gugus fungsi SnSO_4 . Struktur morfologi produk SnSO_4 yang dihasilkan berbentuk prisma. Peningkatan

waktu elektrolisis dapat memperbesar hasil ukuran partikel SnSO_4 salah satunya dari ukuran partikel 187,6-244,9 nm.

3. SnSO_4 yang dihasilkan menunjukkan performa yang baik sebagai larutan elektrolit dalam proses *electrorefining* timah menggunakan elektrolit dari $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ berupa GS5060. Hasil berat kuantitas yang optimal diperoleh dari $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ yaitu 1,0609-1,0679 gr. Hasil XRF yang optimal dari elektrolit $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ yaitu 93,70%. Hasil XRD menunjukkan struktur tetragonal dengan ukuran kristal 45,57-99,70. Penggunaan elektrolit $\text{SnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ dapat memperbanyak kuantitas dan kemurnian, akan tetapi dapat memperbesar partikel sampel.

B. Saran

1. Pada konsentrasi elektrolit yang rendah dan waktu elektrolisis yang lebih lama ataupun sebaliknya bisa menghasilkan SnSO_4 yang optimal.
2. Pada proses pengeringan sebaiknya dilakukan dengan menggunakan *freeze drying* agar sampel terhindar dari higroskopis.

DAFTAR PUSTAKA

- Acquafredda, P. (2019). XRF technique. *Physical Sciences Reviews*, 4(8), 1–20. <https://doi.org/10.1515/psr-2018-0171>
- Acquafredda, P., Muntoni, I. M., & Pallara, M. (2018). Reassessment of WD-XRF method for obsidian provenance shareable databases. *Quaternary International*, 468, 169–178. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2017.08.020>
- Afandi, Y. K., Arief, I. S., Teknik, J., Perkapalan, S., & Kelautan, F. T. (2015). Analisa Laju Korosi pada Pelat Baja Karbon dengan Variasi Ketebalan Coating. *Jurnal Korosi*, 4(1), 1–5.
- Ahila, M., Malligavathy, M., Subramanian, E., & Pathinettam Padiyan, D. (2018). Effect of anodization time on the growth of twinned pyramid crystals of bismite from polyhedral bismuth particle by facile electrolysis-based oxidation. *Particulate Science and Technology*, 36(6), 655–659. <https://doi.org/10.1080/02726351.2017.1287793>
- Ahmed, M. A. K., Fjellvåg, H., & Kjekshus, A. (1998). Synthesis and characterization of tin sulfates and oxide sulfate. *Acta Chemica Scandinavica*, 52(3), 305–311. <https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.52-0305>
- Aji, A. T., Aromaa, J., & Lundström, M. (2020). The optimum electrolyte parameters in the application of high current

- density silver electrorefining. *Metals*, 10(12), 1–13.
<https://doi.org/10.3390/met10121596>
- Anggraini, M., Nawawi, F. W., & Widana, K. S. (2019). Penentuan Kondisi Optimum Proses Ekstraksi Uranium dan Torium dari Terak II Timah dengan Metode Pelindian Asam Sulfat dan Solvent Extraction Trioctylamine (TOA). *Eksplorium*, 40(1), 11. <https://doi.org/10.17146/eksplorium.2019.40.1.5378>
- Antao, S. M. (2012). The crystal structure of tin sulphate, SnS_4 , and comparison with isostructural SrS_4 , PbS_4 , and BaS_4 . *Powder Diffraction*, 27(3), 179–183.
<https://doi.org/10.1017/S0885715612000450>
- Anthony, S. E., Tisdale, R. T., Disselkamp, R. S., Tolbert, M. A., & Wilson, J. C. (1995). FTIR studies of low temperature sulfuric acid aerosols. *Geophysical Research Letters*, 22(9), 1105–1108. <https://doi.org/10.1029/95GL01031>
- Araki, T. (2017). The history of optical microscope. *Mechanical Engineering Reviews*, 4(1), 16-00242-16–00242.
<https://doi.org/10.1299/mer.16-00242>
- Aromaa, J. (2022). Electrorefining in Sustainable Metals Production. *Metals*, 12(3), 10–11.
<https://doi.org/10.3390/met12030372>
- Astuti, A. (2016). *Bab IV Karakterisasi Material*. July, 1–12.

<https://doi.org/10.13140/RG.2.1.1589.6567>

Bani, G. A., Armus, R., Tinggi, S., & Nusantara, T. (2023). *KIMIA INDUSTRI Efbertias Sitorus Neny Rochyani Safa ' ah Nurfa ' izin GET* (Nomor December).

Bezuidenhout, G. A., Eksteen, J. J., Akdogan, G., Bradshaw, S. M., & De Villiers, J. P. R. (2013). Pyrometallurgical upgrading of PGM-rich leach residues from the Western Platinum base metals refinery through roasting. *Minerals Engineering*, 53, 228–240. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.04.002>

Budi, F., & Kim, I. (2019). *Study on 4-bromophenol degradation using wet oxidation in-situ liquid ferrate (VI) in the aqueous phase Study on 4-bromophenol degradation using wet oxidation in-situ liquid ferrate (VI) in the aqueous phase. March.* <https://doi.org/10.5004/dwt.2017.11428>

Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299. <https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>

Burton, N. A., Padilla, R. V., Rose, A., & Habibullah, H. (2021). Increasing the efficiency of hydrogen production from solar powered water electrolysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 135(August 2020), 110255.

<https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.110255>

Chen, Q., Li, J., & Li, Y. (2015). A review of plasma-liquid interactions for nanomaterial synthesis. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 48(42), 424005. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/48/42/424005>

Cheng, Y.-L., Lee, C.-Y., Huang, Y.-L., Buckner, C. A., Lafrenie, R. M., Dénomée, J. A., Caswell, J. M., Want, D. A., Gan, G. G., Leong, Y. C., Bee, P. C., Chin, E., Teh, A. K. H., Picco, S., Villegas, L., Tonelli, F., Merlo, M., Rigau, J., Diaz, D., ... Mathijssen, R. H. J. (2016). Electrolysis. *Intech, 11*(tourism), 13. <https://www.intechopen.com/books/advanced-biometric-technologies/liveness-detection-in-biometrics>

Ćirović, N., Spasojević, P., Ribić-Zelenović, L., Mašković, P., & Spasojević, M. (2015). Synthesis, structure and properties of nickel-iron-tungsten alloy electrodeposits part I: Effect of synthesis parameters on chemical Composition, Microstructure and Morphology. *Science of Sintering*, 47(3), 347–365. <https://doi.org/10.2298/SOS1503347C>

Cullity, B. D. (1977). Elements of X-RAY DIFFRACTION Second Edition. In *Addison-Wesley Series in Metallurgy and Materials* (Vol. 13, Nomor 5).

Daniel, B. K., & Harland, T. (2017). Higher Education Research Methodology. *Higher Education Research Methodology*.

<https://doi.org/10.4324/9781315149783>

- Deddy, M., Adriyanto, A., Djoko Andreas, R. N., Ekonomi Pertahanan, P., & Manajemen Pertahanan, F. (2023). Strategi Hilirisasi Di Indonesia Dalam Menghadapi Kebijakan Larangan Ekspor Bijih Nikel Terhadap Tingkat Pengangguran Dan Cadangan Devisa Negara. *Jurnal Ilmu Sosial dan Pendidikan (JISIP)*, 7(3), 2026–2032. <https://doi.org/10.58258/jisip.v7i1.5137/http>
- Derman, M. N., Nasuha, M., Halim, A., & Shamsudin, S. R. (2009). The influence of sulphuric acid concentration on hard anodising process on powder metallurgy Al-Mg. *Journal of Nuclear and Related Technologies*, 6(1), 224–229.
- Desai, K. R., Alone, S. T., Wadgane, S. R., Shirsath, S. E., Batoo, K. M., Imran, A., Raslan, E. H., Hadi, M., Ijaz, M. F., & Kadam, R. H. (2021). X-ray diffraction based Williamson–Hall analysis and rietveld refinement for strain mechanism in Mg–Mn co-substituted CdFe₂O₄ nanoparticles. *Physica B: Condensed Matter*, 614(April). <https://doi.org/10.1016/j.physb.2021.413054>
- Dobó, Z., Kulcsár, T., & Kékesi, T. (2012). *Electrorefining of Tin in Pure Acid Solutions By Mechanically Controlled Cathode Deposition and Solar Power Utilization*. 37, 19–26.
- Donaldson, J. D., & Moser, W. (1960). 789. Pure tin(II) sulphate.

Journal of the Chemical Society (Resumed), 4000, 4000–4003. <https://doi.org/10.1039/jr9600004000>

Donaldson, & Puxley. (1972). The crystal structure of tin(II) sulphate. *Acta Crystallographica Section B Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, 28(3), 864–867. <https://doi.org/10.1107/s0567740872003322>

Ebrahimi, S., Rezvani Jalal, M., & Hosseini, S. F. (2024). Optical, Structural and Mechanical Properties of Ag₂O₂/Ag₂CO₃ Nanocomposite Synthesized by Air-Plasma Electrolysis. *Iranian Journal of Science*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s40995-024-01720-x>

El Sayed, M. A., Ibrahim, M. A. M., T. Elazab, N., & Gassoumi, M. (2022). Electrochemical Synthesis of Nanocrystalline CuAg Coatings on Stainless Steel from Cyanide-Free Electrolyte. *Processes*, 10(10). <https://doi.org/10.3390/pr10102134>

Fatimah, S., Ragadhita, R., Al Husaeni, D. F., & Nandiyanto, A. B. D. (2022). How to Calculate Crystallite Size from X-Ray Diffraction (XRD) using Scherrer Method. *ASEAN Journal of Science and Engineering*, 2(1), 65–76. <https://doi.org/10.17509/ajse.v2i1.37647>

Firdharini, C., Yulizar, Y., Wismogroho, A. S., & Widayatno, W. B. (2024). Facile Synthesis of Tin (II) Sulphate using

- Precipitation Method: Effect on Sulfuric Acid Concentration, Heating Temperature and Time, and Effect of Oxygen. *Trends in Sciences*, 21(8), 7871. <https://doi.org/10.48048/tis.2024.7871>
- Fuad, I. S., Asmawi, B., & Ananda, H. (2019). Pengaruh Asam Sulfat Terhadap Stabilitas Campuran Aspal Laston Wearing Course (Ac-Wc) Dengan Alat Marshall. *Jurnal Desiminasi Teknologi*, 7(1), 65–75.
- Gajendiran, J., Gnanam, S., Shynu, R. K., Ramana Ramya, J., Kavimani, V., Vijayalakshmi, R., Ramachandran, K., Thanigai Arul, K., Henini, M., Selvalakshmi, S., Venkatesh Bharathi, N., Gokul Raj, S., & Ramesh Kumar, G. (2024). Impact of calcined temperatures on the crystalline parameters, morphological, energy band gap, electrochemical, antimicrobial, antioxidant, and hemolysis behavior of nanocrystalline tin oxide. *Journal of the Indian Chemical Society*, 101(11), 101370. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2024.101370>
- Gao, Y., Song, Z., & Xu, Q. (2018). Effect of SnSO₄ on physical and chemical properties of cement. *Construction and Building Materials*, 168, 490–500. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.160>
- Getman, F. H. (1928). The color of iodine solutions¹. *Journal of*

- the American Chemical Society*, 50(11), 2883–2890.
<https://doi.org/10.1021/ja01398a005>
- Guo, H., & Guo, S. (2024). Strain Engineering of Multimetallic Nanomaterials for Advanced Electrocatalysis. *CCS Chemistry*, 1–19.
<https://doi.org/10.31635/ccschem.024.202404677>
- Hakim, L., Sari, R., Fadli, Fajar, Safrizal, Selvy, & Emma. (2023). Hydrogen production from seawater using H₂SO₄ catalyst by photovoltaic-electrolysis method. *Materials Today: Proceedings*, 87, 315–320.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.03.289>
- Harahap. (2016a). Restorasi Lahan Pasca Tambang Timah Di Pulau Bangka. *Society*, 4(1), 61–69.
<https://doi.org/10.33019/society.v4i1.36>
- Harahap, M. R. (2016b). Sel Elektrokimia: Karakteristik dan Aplikasi. *CIRCUIT: Jurnal Ilmiah Pendidikan Teknik Elektro*, 2(1), 177–180.
<https://doi.org/10.22373/crc.v2i1.764>
- He, X., & Zhang, Y. H. (2020). Kinetics study of heterogeneous reactions of O₃ and SO₂ with sea salt single droplets using micro-FTIR spectroscopy: Potential for formation of sulfate aerosol in atmospheric environment. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 233,

118219. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2020.118219>

Holder, C. F., & Schaak, R. E. (2019). Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials. *ACS Nano*, 13(7), 7359–7365. <https://doi.org/10.1021/acsnano.9b05157>

Hsieh, H., Han, Q., Brenes, D., Bishop, K. W., Wang, R., Wang, Y., Poudel, C., Glaser, A. K., Freedman, B. S., Vaughan, J. C., Allbritton, N. L., & Liu, J. T. C. (2025). Imaging 3D cell cultures with optical microscopy. *Nature Methods*. <https://doi.org/10.1038/s41592-025-02647-w>

Ilham, B. M., & Fadhilah. (2021). Pengaruh Tegangan Listrik Dan Konsentrasi Larutan Elektrolit Pada Proses Pemurnian Timah (Sn) Berdasarkan Metoda Electrolytic Refining di Unit Metalurgi PT. Timah Tbk, Mentok, Bangka Barat, Bangka Belitung. *Jurnal Bina Tambang*, 6(2), 198–207.

Irzon, R. (2021). Penambangan timah di Indonesia: Sejarah, masa kini, dan prospeksi. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 17(3), 179–189. <https://doi.org/10.30556/jtmb.vol17.no3.2021.1183>

Jiang, H. G., Rühle, M., & Lavernia, E. J. (1999). On the applicability of the x-ray diffraction line profile analysis in extracting grain size and microstrain in nanocrystalline materials. *Journal of Materials Research*, 14(2), 549–559.

<https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0079>

Kaiho, T. (2014). Iodine Chemistry and Applications. *Iodine Chemistry and Applications*, 9781118466(2), 1–636.
<https://doi.org/10.1002/9781118909911>

Kekesi, T. (2013). Electrorefining in aqueous chloride media for recovering tin from waste materials. *Acta Metallurgica Slovaca*, 19(3), 196–205.
<https://doi.org/10.12776/ams.v19i3.161>

Khan, M. A., Zhao, H., Zou, W., Chen, Z., Cao, W., Fang, J., Xu, J., Zhang, L., & Zhang, J. (2018). Recent Progresses in Electrocatalysts for Water Electrolysis. In *Electrochemical Energy Reviews* (Vol. 1, Nomor 4). Springer Singapore.
<https://doi.org/10.1007/s41918-018-0014-z>

Khumkoa, S., Ma-Ud, N., Patcharawit, T., & Yingnakorn, T. (2024). Tin, silver, and copper sulfate compound extraction from lead-free solder dross by reduction with petroleum coke, electrorefining, cementation, and crystallization process. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 34(4), 1–9.
<https://doi.org/10.55713/JMMM.V34I4.2007>

Kwolek, P., & Dychto, K. (2022). *Gallic Acid as a Potential Green Corrosion Inhibitor for Aluminum in Acidic Solution*.

Lee, K.-W., Kim, H.-I., Ahn, H.-J., Ahn, J.-W., & Son, S.-H.

- (2015). Produce of High Purity Tin from Spent Solder by Electro Refining. *Journal of the Korean Institute of Resources Recycling*, 24(2), 62–68. <https://doi.org/10.7844/kirr.2015.24.2.62>
- Lokkiluoto, A., Taskinen, P. A., Gasik, M., Kojo, I. V., Peltola, H., Barker, M. H., & Kleifges, K. H. (2012). Novel process concept for the production of H₂ and H₂SO₄ by SO₂-depolarized electrolysis. *Environment, Development and Sustainability*, 14(4), 529–540. <https://doi.org/10.1007/s10668-012-9342-z>
- López, F. A., García-Díaz, I., Largo, O. R., Polonio, F. G., & Llorens, T. (2018). Recovery and purification of tin from tailings from the Penouta Sn-Ta-Nb deposit. *Minerals*, 8(1), 1–13. <https://doi.org/10.3390/min8010020>
- Mayer, P., & Holze, R. (2001). Electrocatalysis of redox reactions by metal nanoparticles on graphite electrodes. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 5(6), 402–411. <https://doi.org/10.1007/s100080000169>
- Meibuhr, S., Yeager, E., Kozawa, A., & Hovorka, F. (1963). The Electrochemistry of Tin. *Journal of The Electrochemical Society*, 110(3), 190. <https://doi.org/10.1149/1.2425709>
- Moosavi-Khoonsari, E., & Mostaghel, S. (2024). Thermodynamic assessment of tin-smelting from cassiterite concentrates.

- Canadian Metallurgical Quarterly*, 63(3), 901–914.
<https://doi.org/10.1080/00084433.2023.2266209>
- Mukaromah, S., Sapitri, E., Tauhidayah, I., & Septia, R. B. (2024).
Upaya Pemerintah Dalam Pembangunan Ulang Terhadap Tambang Timah Ilegal di Bangka Belitung. 02(02), 24–35.
- Mulyani, R. H., Tanjung, Y. C., & Prajitno, D. H. (2019). Pengaruh Variasi Arus dan Waktu terhadap Pembuatan Serbuk Timah Putih (Sn) melalui Proses Elektrodeposisi. *Jurnal Kartika Kimia*, 2(1). <https://doi.org/10.26874/jkk.v2i1.21>
- Muttaqin, R. (2023). Pengembangan Buku Panduan Teknik Karakterisasi Material: X-ray Diffractometer (XRD) Panalytical Xpert3 Powder. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(1), 9. <https://doi.org/10.22146/ijl.v1i1.78970>
- Na, S. H., & Park, C. H. (2010). First-principles study of the structural phase transition in Sn. *Journal of the Korean Physical Society*, 56(12), 494–497.
<https://doi.org/10.3938/jkps.56.494>
- Nakhaei, F., Sam, A., Mosavi, M. R., & Nakhaei, A. (2012). Prediction of XRF analyzers error for elements on-line assaying using Kalman Filter. *International Journal of Mining Science and Technology*, 22(4), 595–601.
<https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2012.01.025>

- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret fir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>
- Park, J., Kwon, T., Kim, J., Jin, H., Kim, H. Y., Kim, B., Joo, S. H., & Lee, K. (2018). Hollow nanoparticles as emerging electrocatalysts for renewable energy conversion reactions. *Chemical Society Reviews*, 47(22), 8173–8202. <https://doi.org/10.1039/c8cs00336j>
- Patel, K., Patel, A., Jethwa, V. P., Patel, H., & Solanki, G. K. (2024). X-ray diffraction analysis of orthorhombic SnSe nanoparticles by Williamson–Hall, Halder–Wagner and Size–Strain plot methods. *Chemical Physics Impact*, 8(November 2023). <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2024.100547>
- Perdana, D., Wahyudi, S., & Mubarak, M. Z. (2023). Analysis of the Particle Size and Morphology of Tin Powder Synthesized by the Electrolytic Method. *ACS Omega*. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c05179>
- Pereira, C. O., Portilho, M. F., Henriques, C. A., & Zotin, F. M. Z. (2014). SnSO₄ as catalyst for simultaneous transesterification and esterification of acid soybean oil. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 25(12), 2409–

2416. <https://doi.org/10.5935/0103-5053.20140267>

Petrov, T., Markova-Deneva, I., Chauvet, O., Nikolov, R., & Denev, I. (2012). Sem and ft-ir spectroscopy study of Cu, Sn and Cu-Sn nanoparticles. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 47(2), 197–206.

Petrus, H. T. B. M., Sutijan, S., Sujoto, V. S. H., Tangkas, I. W. C. W. H., Sumardi, S., & Astuti, W. (2022). Pengaruh Tegangan Operasi dan Konsentrasi Larutan Elektrolit terhadap Sintesis Timah(II) Sulfat dengan Metode Elektrolisis. *Metal Indonesia*, 44(2), 42. <https://doi.org/10.32423/jmi.2022.v44.42-50>

Pourbaix, M., Zhang, H., & Pourbaix, A. (1997). Presentation of an Atlas of chemical and electrochemical equilibria in the presence of a gaseous phase. *Materials Science Forum*, 251–254, 143–148. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.251-254.143>

Pramudita, M., Pitaloka, A. B., Rahmayetti, R., Jayanudin, J., Saepurahman, S., Kurniawan, T., & Andadari, S. A. (2023). Sintesis, Karakterisasi Dan Aplikasi Timah Tetraklorida Pentahidrat. *Jurnal Integrasi Proses*, 12(2), 81. <https://doi.org/10.36055/jip.v12i2.22830>

Prasetyo, A., Islam, U., Maulana, N., Ibrahim, M., Jannah, A., Islam, U., Maulana, N., Ibrahim, M., Barroroh, H., Islam, U.,

- Maulana, N., Ibrahim, M., Yulianti, E., Islam, U., Maulana, N., & Ibrahim, M. (2021). *Ensiklopedia kimia sistem periodik unsur golongan utama. November.*
- Prihatin, & Pratiwi. (2023). Kajian Mineral Cassiterite dan Mineral Ikutan Pada Bijih Timah Dengan Metode Grand Counting Analysis Di Bidang Pengolahan Mineral Unit Metalurgi Muntok PT. Timah Tbk. *Jurnal Ilmiah Teknik dan Sains*, 1(1), 41–44. <https://doi.org/10.62278/jits.v1i1.8>
- Purwita, E. (2023). Journal of the Indian Chemical Society The FTIR image comparison of zirconium sulfate synthesis products from the pathways of Na_2ZrO_3 and zirconium oxychloride compounds. *Journal of the Indian Chemical Society*, 100(7), 101029. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2023.101029>
- Putri, A. H., Hasibuan, N. H., Mudia, novera elsi, & Hawari, F. Y. (2019). Preparasi Asam Sulfat Skala Industri Di Indonesia. *universitan Negri Padang, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 1–27.
- Rathore, S., Madhav, H., & Jaiswar, G. (2019a). Efficient nano-filler for the phase transformation in polyvinylidene fluoride nanocomposites by using nanoparticles of stannous sulfate. *Materials Research Innovations*, 23(4), 183–190. <https://doi.org/10.1080/14328917.2017.1406572>

- Rathore, S., Madhav, H., & Jaiswar, G. (2019b). Efficient nano-filler for the phase transformation in polyvinylidene fluoride nanocomposites by using nanoparticles of stannous sulfate. *Materials Research Innovations*, 23(4), 183–190. <https://doi.org/10.1080/14328917.2017.1406572>
- Rimaszeki, G., Kulcsar, T., & Kekesi, T. (2012). Investigation and optimization of tin electrorefining in hydrochloric acid solutions. *Journal of Applied Electrochemistry*, 42(8), 573–584. <https://doi.org/10.1007/s10800-012-0433-1>
- Robbiola, L., Tran, T. T. M., Dubot, P., Majerus, O., & Rahmouni, K. (2008). Characterisation of anodic layers on Cu-10Sn bronze (RDE) in aerated NaCl solution. *Corrosion Science*, 50(8), 2205–2215. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.06.003>
- Rocchetti, L., Amato, A., & Beolchini, F. (2016). Recovery of indium from liquid crystal displays. *Journal of Cleaner Production*, 116, 299–305. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.12.080>
- Sahlman, M., Aromaa, J., & Lundström, M. (2021). Copper cathode contamination by nickel in copper electrorefining. *Metals*, 11(11). <https://doi.org/10.3390/met11111758>
- Sakai, H., Ikemoto, Y., Kinoshita, T., Moriwaki, T., & Yoshida, K. T. (2017). Fourier-transform spectra of metal salts of phytic

- acid in the mid- to far-infrared spectral range. *Vibrational Spectroscopy*, 92, 215–219.
<https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2017.07.003>
- Selfi Monica Aura, R. Z. (2018). *KARAKTERISASI DAN INTERAKSI MOLEKULAR ASAM SULFAT*. 1–46.
<https://doi.org/10.31227/osf.io/tnjxb>
- Setyowati, V. A., & Widodo, E. W. R. (2017). Analisis Kekuatan Tarik dan Karakteristik Xrd pada Material Stainless Steel dengan Kadar Karbon yang Berbeda. *Jurnal Teknik Mesin Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya, October 2017*, 57–62.
- Shukla, U. (2025). Fourier transform infrared spectroscopy: A power full method for creating fingerprint of molecules of nanomaterials. *Journal of Molecular Structure*, 1322(P2), 140454. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2024.140454>
- Singaravelan, R., & Alwar, S. B. S. (2014). Effect of reaction parameters in synthesis, characterisation of electrodeposited zinc nanohexagons. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 4(4), 109–117. <https://doi.org/10.1007/s40097-014-0121-2>
- Siombo, M. (2023). Kajian Hukum Hilirisasi dan Penghentian Ekspor Mineral Logam. *Jurnal Ilmu Sosial dan Pendidikan (JISIP)*, 7(2), 2598–9944.
<https://doi.org/10.58258/jisip.v7i2.4915/http>

- Son, S. H., Park, S. C., Kim, J. H., Kim, Y. H., Lee, M. S., & Ahn, J. W. (2015). Study on the electro-refining of tin in acid solution from electronic waste. *Archives of Metallurgy and Materials*, 60(2), 1217–1220. <https://doi.org/10.1515/amm-2015-0101>
- Stock, B. D. C. S. R. (2014). Elements of X-Ray Diffraction Third Edition. In *Pearson Education Limited* (Vol. 108, Nomor 2). [https://doi.org/10.1016/0014-5793\(79\)80596-7](https://doi.org/10.1016/0014-5793(79)80596-7)
- Stuart, B. H. (2005). Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications. In *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications* (Vol. 8). <https://doi.org/10.1002/0470011149>
- Su, Z., Zhang, Y., Liu, B., Lu, M., Li, G., & Jiang, T. (2017). Extraction and Separation of Tin from Tin-Bearing Secondary Resources: A Review. *Jom*, 69(11), 2364–2372. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2509-1>
- Sulistiyono, E., Firdiyono, F., & Suharyanto, A. (2017). Proses Pelarutan Asam Sulfat dan Asam Klorida terhadap Hasil Reduksi Terak Timah. *Majalah Metalurgi*, 197–204.
- Sumadiyasa, M. (2018). *Determining Crystallite Size Using Scherrer Formula , Williamson-Hull Plot , and Particle Size with SEM.* October. <https://doi.org/10.24843/BF.2018.v19.i01.p06>

- Sundaram, P., Sangeetha, T., Rajakarthiyan, S., Vijayalakshmi, R., Elangovan, A., & Arivazhagan, G. (2020). XRD structural studies on cobalt doped zinc oxide nanoparticles synthesized by coprecipitation method: Williamson-Hall and size-strain plot approaches. *Physica B: Condensed Matter*, 595(April), 412342. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412342>
- Surya, K., Yusuf, M., Teknikspertambangan, J., & Srayaspalembang-Prabumulihskm, J. (2020). *Potensi Investasi Tin Can Dalam Peningkatan Nilai Tambah Logam Timah Bangka Belitung Potential of Tin Can Investment To Increase Value of Tin Metal in Bangka Belitung*. 4(2). <http://ejournal.ft.unsri.ac.id/index.php/JP>
- Suwanpanchoo, C., Pusitthiakkachot, T., Raksa, P., & Tubtimtae, A. (2024). Effects of Sn doping on the structural , optical , photoluminescence , and electrical properties of transparent - SeO₂ thin films. *Applied Physics A*, 130(8), 1–18. <https://doi.org/10.1007/s00339-024-07749-4>
- Syahputra, I. (2018). Strategi Media Relations Perusahaan Pertambangan Timah dan Agenda Setting Media di Bangka Belitung. *Jurnal Kajian Komunikasi*, 6(1), 91. <https://doi.org/10.24198/jkk.v6i1.15233>
- Tajuddin, C. A., Amal, M. I., Widayatno, W. B., Wulandari, N., Purnomo, D. F. D., & Nasikin, M. (2021). Stannous chloride

- (SnCl₂) and stannous sulfate (SnSO₄) synthesis from tin powderization waste. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 749(1), 0–6.
<https://doi.org/10.1088/1755-1315/749/1/012025>
- Vander Voort, G. F. (2005). Optical Microscopy. *Encyclopedia of Condensed Matter Physics*, 175–182.
<https://doi.org/10.1016/B0-12-369401-9/00579-9>
- Vidakovic-koch, T. (2020). Electrolysis Processes. In *Electrolysis Processes*. <https://doi.org/10.3390/books978-3-03936-387-2>
- Wang, Aji, A. T., Wilson, B. P., Jørstad, S., Møll, M., & Lundström, M. (2021). Modelling the effect of solution composition and temperature on the conductivity of zinc electrowinning electrolytes. *Metals*, 11(11).
<https://doi.org/10.3390/met11111824>
- Wang, D., & Botte, G. G. (2014). In situ X-ray diffraction study of urea electrolysis on nickel catalysts. *ECS Electrochemistry Letters*, 3(9), 2–6. <https://doi.org/10.1149/2.0031409eel>
- Wang, Liu, J., Yang, D., Yuan, X., Li, L., Zhu, X., Zhang, W., Hu, Y., Sun, X., Liang, S., Hu, J., Kumar, R. V., & Yang, J. (2015). Stannous sulfate as an electrolyte additive for lead acid battery made from a novel ultrafine leady oxide. *Journal of Power Sources*, 285, 485–492.
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2015.03.125>

- Wartmann, R., & Schreiber, L. (2020). Mikroskopie. *Handbuch Bauelemente der Optik*, 4(2), 353–382. <https://doi.org/10.3139/9783446461260.011>
- Wau, T., Andriaskiton, M., Wau, M., Fau, J. F., Raya, U. N., Bisnis, S. T. M., Sarana, M., Administrasi, M., & Dalam, T. (2024). *ANALISIS STRATEGIS KEBIJAKAN HILIRISASI MINERAL : Implikasi Ekonomi dan Pengaruhnya terhadap Perekonomian Indonesia*. 7(3), 1215–1224.
- Widodo, A., & Syari'udin, A. (2024). Analisis Kontribusi Daya Saing Timah Nasional Di Pasar Global Terhadap Nilai Ekspor Indonesia. *EKUILNOMI: Jurnal Ekonomi Pembangunan*, 6(1), 2614–7181.
- Wilcox, G. D., & Gabe, D. R. (1992). Faraday's Laws of Electrolysis. *Transactions of the IMF*, 70(2), 93–94. <https://doi.org/10.1080/00202967.1992.11870951>
- Williamson, G. K., & Hall, W. H. (1953). X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metallurgica*, 1(1), 22–31. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90006-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90006-6)
- Xia, Q., Song, Q., & Xu, Z. (2023). Electrorefining and electrodeposition for metal separation and purification from polymetallic concentrates after waste printed circuit board smelting. *Waste Management*, 158(September 2022), 146–152. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2023.01.014>

- Xiang, C., Zhu, S., Song, J., Li, Y., Luo, T., Chang, C., Qu, J., Yang, S., Wang, C., & Chen, Y. (2022). Green Electrorefining of Crude Lead with High-Quality Deposits in an Additive-Assisted Methanesulfonic Acid System. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 10(34), 11223–11231. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.2c02922>
- Yang, N., Waldvogel, S. R., & Jiang, X. (2016). Electrochemistry of Carbon Dioxide on Carbon Electrodes. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 8(42), 28357–28371. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b09825>
- Yick, S., Murdock, A. T., Martin, P. J., Kennedy, D. F., Maschmeyer, T., & Bendavid, A. (2018). Tuning the plasmonic response of TiN nanoparticles synthesised by the transferred arc plasma technique. *Nanoscale*, 10(16), 7566–7574. <https://doi.org/10.1039/c7nr09309h>
- Zhang, Y., He, K., Jin, B., & Luan, J. (2024). Electrorefining of Crude Solder for the Production of Fine Solder in Methanesulfonic Acid Medium: Electrolyte Conductivity and Electrorefining Process. *ACS Omega*. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c08470>
- Zhang, Zhao, X., Chen, S., Chang, L., Wang, J., Bao, W., & Wang, H. (2018). Direct electrolysis of Bunsen reaction product HI/H₂SO₄/H₂O/toluene mixture for hydrogen production: Pt

electrode characterization. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43(30), 13702–13710.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.02.079>

LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1. Gambar Hasil Pengujian Kualitatif *Iodine* Pada SnSO_4 .

A = SnSO_4 dengan konsentrasi elektrolit H_2SO_4 0,25 M; 0,50 M; 0,75 M dan waktu elektrolisis 15 menit



A1

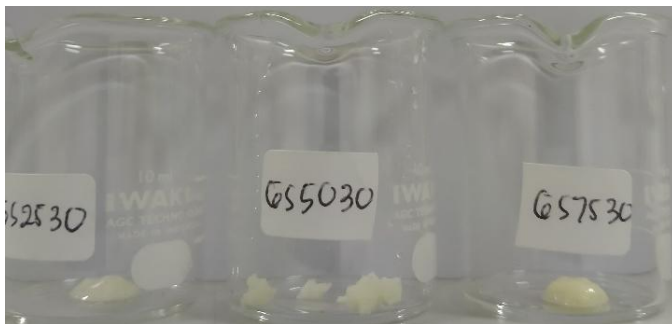


A2



A3

B= SnSO_4 dengan konsentrasi elektrolit H_2SO_4 0,25 M; 0,50 M; 0,75 M dan waktu elektrolisis 30 menit



B1

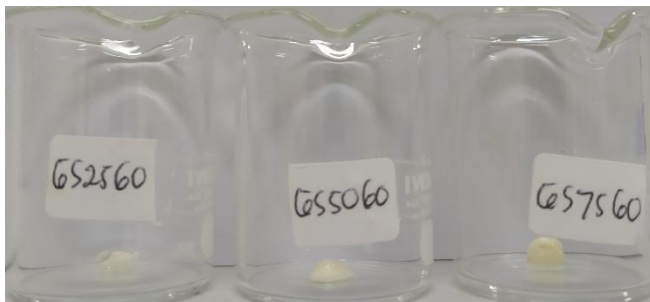


B2



B3

C = SnSO_4 dengan konsentrasi elektrolit H_2SO_4 0,25 M; 0,50 M; 0,75 M dan waktu elektrolisis 60 menit



C1



C2



C3

Lampiran Turnitin

15%	13%	4%	6%
SIMILARITY INDEX	INTERNET SOURCES	PUBLICATIONS	STUDENT PAPERS
PRIMARY SOURCES			
1	eprints.walisongo.ac.id Internet Source		4%
2	repository.its.ac.id Internet Source		1%
3	Submitted to Universitas Pertamina Student Paper		1%
4	text-id.123dok.com Internet Source		1%
5	etheses.uin-malang.ac.id Internet Source		1%
6	ejournal.unp.ac.id Internet Source		1%
7	Submitted to Sriwijaya University Student Paper		1%
8	123dok.com Internet Source		<1%
9	Muhammad Irfan Fathurrohman, Norma Arisanti Kinasih, Santi Puspitasari, Dewi Kusuma Arti. "PENGUNAAN		<1%

RIWAYAT HIDUP

A. Identitas Diri

1. Nama : Siti Nurfadhilah Murtado
2. Tempat, Tanggal Lahir: Cirebon, 10 Oktober 2002
3. Alamat : Jl. Cisanggarung RT/RW 02/06
Desa Mulyasari Kecamatan Losari Kabupaten Cirebon
4. No. Hp : 0881023304350
5. E-mail : fadhilah10adel@gmail.com

B. Riwayat Pendidikan

Pendidikan Formal:

1. SMP Negeri 01 Losari Brebes (2014-2017)
2. MA Al-Hikmah 02 Brebes (2017-2020)

Pendidikan Non-Formal:

1. PP. Al-Hikmah 2 Brebes (2017-2020)
2. Language Center Pare (2020-2021)

C. Prestasi Akademik

1. Gold medal di *Physics Olympiad in international Walisongo Science Competition at UIN Walisongo* 2023
2. Juara 1 Lomba Cerdas Cermat dalam kegiatan Dies Natalis HMJ Fisika ke XVI UIN Walisongo

Semarang, 04 Juni 2025

Penulis

Siti Nurfadhilah Murtado
NIM 2108026040