



TUGAS AKHIR - SF 141501

Analisis Spektrum Stabilisator Timah dengan Variasi Konsentrasi *2-Ethylhexyl Thioglycolate* (2-EHTG) Menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) ^{119}Sn di PT Timah Industri Cilegon

Anny Bulan Purnama
NRP 01111440000009

Dosen Pembimbing
Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc
Andri Yulianto, S.Si, M.BA

Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018



TUGAS AKHIR - SF 141501

Analisis Spektrum Stabilisator Timah dengan Variasi Konsentrasi *2-Ethylhexyl Thioglycolate* (2-EHTG) Menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) ^{119}Sn di PT Timah Industri Cilegon

**Anny Bulan Purnama
NRP 0111144000009**

**Dosen Pembimbing
Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc
Andri Yulianto, S.Si, M.BA**

**Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

”halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 141501

**Spectrum Analysis of Tin Stabilizer with
Variation Concentration of 2-Ethylhexyl
Thioglycolate (2-EHTG) Using ^{119}Sn Nuclear
Magnetic Resonance (NMR) at PT Timah Industri
Cilegon**

**Anny Bulan Purnama
NRP 0111144000009**

**Dosen Pembimbing
Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc
Andri Yulianto, S.Si, M.BA**

**Department of Physics
Faculty of Natural Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

”halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN

**ANALISIS SPEKTRUM STABILISATOR TIMAH
DENGAN VARIASI KONSENTRASI 2-ETHYLHEXYL
THIOGLYCOLATE (2-EHTG) MENGGUNAKAN
NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE (NMR) 119SN DI PT
TIMAH INDUSTRI CILEGON**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Studi Fisika Medis dan Biofisika
Program Studi S1 Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

Anny Bulan Purnama
NRP.0111144000009

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc
NIP. 19780102 200312 2 002

(.....)

Andri Yulianto, S.Si, M.BA
NIP.-

(.....)



”halaman ini sengaja dikosongkan”

**ANALISIS SPEKTRUM STABILISATOR TIMAH
DENGAN VARIASI KONSENTRASI 2-ETHYLHEXYL
THIOGLYCOLATE (2-EHTG) MENGGUNAKAN
NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE (NMR) ^{119}Sn DI
PT TIMAH INDUSTRI CILEGON**

Penulis : Anny Bulan Purnama
NRP : 0111144000009
Departemen : Fisika FIA ITS
Dosen Pembimbing : Yanurita Dwi Hapsari,M.Sc

Abstrak

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari aspek fisika peralatan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) serta mengetahui kualitas produk stabilisator timah BANKASTAB menggunakan NMR ^{119}Sn yang ada di PT Timah Industri. Pada percobaan ini digunakan 5 variasi konsentrasi *2-Ethylhexyl Thioglycolate* (2-EHTG) yang ditambahkan pada produk stabilisator timah. Analisis dilakukan untuk mengetahui kandungan *monomethyltin trichloride* (MMT), *dimethyltin dichloride* (DMT), dan *trimethyltin chloride* (TMT) yang mempengaruhi kualitas stabilisator timah. Semakin besar persentase TMT pada stabilisator timah maka kualitasnya akan semakin menurun. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan kesimpulan bahwa hasil analisis stabilisator timah menggunakan NMR di Laboratorium PT Timah Industri menunjukkan bahwa stabilisator timah pada sampel C dan D mengandung TMT kurang dari 0,1% sehingga memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus. Sebaliknya sampel A, B, dan E mengandung TMT lebih dari 0,1% sehingga tidak memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus. Dari hasil analisis stabilisator timah didapatkan prosentase kandungan MMT, DMT dan TMT yang menunjukkan stabilisator dengan kualitas paling bagus adalah pada sampel C yang berarti semakin besar kandungan 2-EHTG maka kualitas stabilisator timah akan semakin bagus.

Kata Kunci: DMT, MMT, NMR, stabilisator timah, TMT, ^{119}Sn

”halaman ini sengaja dikosongkan”

SPECTRUM ANALYSIS OF TIN STABILIZER WITH VARIATION CONCENTRATION OF 2-ETHYLHEXYL THIOGLYCOLATE (2-EHTG) USING ¹¹⁹SN NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE (NMR) AT PT TIMAH INDUSTRY

Name : Anny Bulan Purnama
NRP : 0111144000009
Departement : Physics FIA ITS
Supervisors : Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc

Abstract

The aim of this research was to study the physical aspect of Nuclear Magnetic Resonance (NMR) and to observe the quality of tin stabilizer product, BANKASTAB using NMR ¹¹⁹Sn at PT Timah Industri. In this study, 2-Ethylhexyl Thioglycolate (2-EHTG) was added and 5 concentration variations of 2-EHTG was used. The spectrum analysis was performed to observe the quantity of monomethyltin trichloride (MMT), dimethyltin dichloride (DMT), and trimethyltin chloride (TMT) which affect the quality of tin stabilizers. The greater the percentage of TMT inside tin stabilizers, the quality will decrease. From the research, it can be concluded that tin stabilizers of Sample C and D contain TMT less than 0.1% thus they fulfill the requirements as good quality tin stabilizers. In contrary, samples A, B, and E contain TMT more than 0.1% thus they do not meet the requirements as good quality tin stabilizers. The percentages of MMT, DMT and TMT obtained from this study shows that the best tin stabilizer product was found in sample C which has higher concentration of 2-EHTG. It can be concluded that higher concentration of 2-EHTG will increase the quality of tin stabilizer product.

Kata Kunci : DMT, MMT, NMR, tin stabilizer, TMT, ¹¹⁹Sn

”halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat, petunjuk serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul **“Analisis Spektrum Stabilisator Timah dengan Variasi Konsentrasi 2-Ethylhexyl Thioglycolate (2-EHTG) Menggunakan Nuclear Magnetic Resonance (NMR) 119Sn di PT Timah Industri Cilegon”** dengan optimal dan tepat waktu. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan Strata Satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Atas bantuan, dorongan, dan juga bimbingan dari berbagai pihak akhirnya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan baik. Sehubungan dengan hal tersebut, maka penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada :

1. Yanurita Dwi Hapsari, M.Sc selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang telah membimbing serta memberikan pengarahan selama proses penelitian dan penyusunan laporan.
2. Pak Andri Yulianto selaku General Manager Laboratorium PT Timah Industri yang telah memberikan kesempatan untuk penulis memperoleh banyak pengetahuan serta kesempatan untuk pengambilan data di PT Timah Industri.
3. Bapak dan Ibu tersayang, serta segenap keluarga yang telah mendukung dan memberikan semua yang terbaik untuk penulis hingga saat ini.
4. Edo dan Randy, partner kerja praktek yang selalu membantu selama proses pengambilan data Di PT Timah Industri .
5. Mbak Atika selaku Supervisor di PT Timah Industri yang telah banyak membantu, berbagi pengalaman, serta mengarahkan selama proses pengambilan data.
6. Mas Akmal, Mas Rahmat, Mas Bayu, Mas Ojan, Mas Ipul, dll selaku analis Laboratorium PT Timah Industri yang telah membantu mempersiapkan sampel serta membantu

selama proses pengambilan data serta membimbing selama kerja praktek berlangsung.

7. Penghuni Laboratorium Fisika Medis & Biofisika yang telah membantu memberikan beberapa solusi serta saran dalam penyelesaian tugas akhir ini.
8. Teman-teman Antares yang telah memberi dukungan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
9. Penghuni kos kesayangan Kiki, Firda, Nilna, Meilani, Aini, Niken, Ila, Sisil, yang selalu memberikan dukungan dan motivasi dalam penyelesaian Tugas Akhir Ini.

Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan ini karena keterbatasan wawasan dan pengetahuan. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak agar lebih baik di masa yang akan datang. Semoga laporan penelitian tugas akhir ini dapat berguna dan dimanfaatkan dengan baik sebagai referensi bagi yang membutuhkan serta menjadi sarana pengembangan kemampuan ilmiah bagi semua pihak. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER	iii
HALAMAN PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
1.6 Sistematika Penulisan	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nuclear Magnetik Resonance (NMR)	5
2.1.1 Prinsip Kerja NMR	9
2.2 Spektroskopi NMR ¹¹⁹ Sn	11
2.3 Stabilisator Timah	11
2.3.1 Penyusun Stabilisator Timah	12
2.3.2 2-Ethylhexyl Thioglycolate (2-EHTG)	13
2.4 Interpretasi Spektra NMR	14
2.4.1 Kedudukan Sinyal	17
2.4.2 Intensitas Sinyal	17

2.4.3 Pemecahan Sinyal.....	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	19
3.1 Alat dan Bahan	19
3.1.1 Bahan.....	19
3.1.2 Alat	19
3.2 Prosedur Penelitian.....	22
3.2.1 Proses Sintesis Stabilisator Timah	25
3.2.2 Prosedur Analisis Spektrum ^{119}Sn NMR.....	31
BAB IV ANALISIS DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Hasil Analisis Spektrum Stabilisator Timah.....	31
4.2 Hasil Analisis Persentase Kandungan Senyawa MMT, DMT dan TMT.....	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43
BIODATA	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	(a) Spin inti atom (b) Keadaan spin tanpa dipengaruhi medan magnet dari luar (B_0) (c) Keadaan spin dengan dipengaruhi medan magnet dari luar (B_0) (Sumber : https://www.imaios.com)	6
Gambar 2. 2	Kondisi awal M_0 sejajar sumbu +Z (Sumber: http://bruker.com)	6
Gambar 2. 3	Sudut A pada bidang M_z dan M_{xy} (Sumber: http://bruker.com)	7
Gambar 2. 4	Sinyal FID (<i>Free Induction Decay</i>) (Sumber : http://triton.iqfr.csic.es)	8
Gambar 2. 5	Skema Peralatan NMR (Sumber : http://chem.sci.ubu.ac.th)	9
Gambar 2. 6	Mekanisme pembentukan spektrum (Sumber : http://chem.sci.ubu.ac.th)	10
Gambar 2. 7	Spektrum stabilisator timah	12
Gambar 2. 8	Struktur kimia <i>monomethyltin chloride</i>	13
Gambar 2. 9	Struktur kimia <i>dimethyltin dichloride</i>	13
Gambar 2. 10	Struktur senyawa <i>2-ethylhexil thioglycolate</i> (https://www.sigmaaldrich.com)	14
Gambar 2. 11	Energi absorpsi bila medan magnetik dari radiasi RF memenuhi persyaratan resonansi (Sastrohamidjojo,2013)	15
Gambar 2. 12	Contoh spektrum NMR proton untuk etanol(a)Spektrum resolusi rendah menunjukkan satu puncak lebar untuk setiap gugus proton yang ekuivalen (b) Dalam resolusi tinggi, pembelahan spin-spin memisahkan puncak untuk setiap gugus proton yang ekuivalen menjadi multiplet (Sastrohamidjojo,2013).	16
Gambar 3. 1	<i>Nuclear Magnetik Resonance 400 Mhz</i>	19
Gambar 3. 2	NMR tubes (Sumber : https://www.sigmaaldrich.com)	20
Gambar 3. 3	<i>Probe</i> (Sumber : http://web.mit.edu)	20

Gambar 3. 4 Pipet (Sumber : intimedikastore.com)	20
Gambar 3. 5 <i>Automatic Titrator</i> (Sumber: http://www.labindia-analytical.com).....	21
Gambar 3. 6 Gelas beker (Sumber : https://www.tokopedia.com)	21
Gambar 3. 7 Timbangan digital (Sumber : https://aliapa.com).....	21
Gambar 3. 8 Batang pengaduk (Sumber: https://www.tokopedia.com)	22
Gambar 3. 9 Diagram alir sintesis stabilisator timah.....	24
Gambar 3. 10 Mengaktifkan aplikasi TOPSPIN (Sumber : Bruker TOPSPIN)	25
Gambar 3. 11 Membuat data set baru.....	26
Gambar 3. 12 <i>Shimming</i> dan <i>Locking</i>	27
Gambar 3. 13 Menentukan <i>pulse program</i>	27
Gambar 3. 14 Menentukan <i>Number Of Scans</i>	28
Gambar 3. 15 Hasil spektrum	29
Gambar 3. 16 Diagram alir pengolahan data NMR.....	30
Gambar 4. 1 Spektrum keluaran sampel A.....	31
Gambar 4. 2 Spektrum keluaran sampel B	32
Gambar 4. 3 Spektrum keluaran sampel C	32
Gambar 4. 4 Spektrum keluaran sampel D.....	33
Gambar 4. 5 Spektrum keluaran sampel E.....	33
Gambar 4. 6 Integrasi puncak pada sampel A	38
Gambar 4. 7 Integrasi puncak pada sampel B.....	38
Gambar 4. 8 Integrasi puncak pada sampel C.....	39
Gambar 4. 9 Integrasi puncak pada sampel D	39
Gambar 4. 10 Integrasi puncak pada sampel E	40

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Sifat NMR pada isotop timah.....	11
Tabel 3. 1 Jenis sampel dan variasi konsentrasi <i>2-EHTG</i>	23
Tabel 4. 1 Persentase kandungan sampel stabilisator timah.....	35

"halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri timah sangat berkembang di Indonesia karena keberadaan timah di Indonesia cukup besar serta banyak manfaatnya dalam kehidupan sehari-hari. Salah satu industri timah di Indonesia yaitu PT Timah Industri yang merupakan anak perusahaan PT Timah yang bergerak di bidang industri timah dan berlokasi di Kawasan Industri Cilegon, Banten. Salah satu produk yang dihasilkan berupa stabilisator timah yang diberi label BANKASTAB yang banyak digunakan untuk penggulungan, pembentukan dan penyuntikan bahan cetakan PVC yang mempunyai sifat keras. Bahan ini juga digunakan dalam industri plastik pengepakan makanan dan produk PVC keras lainnya untuk industri bahan bangunan plastik seperti pintu, jendela plastik, pipa air dan bahan dekorasi. Beberapa keuntungan dari penggunaan stabilisator timah yaitu ramah lingkungan, aman untuk produk kemasan makanan, stabil pada kondisi temperatur tinggi serta penggunaannya lebih efisien.

Produk BANKASTAB terdiri dari senyawa *monomethyltin trichloride* (MMT) dan *dimethyltin dichloride* (DMT) dengan penambahan *2-Ethylhexyl Thioglycolate* (2-EHTG) sebagai katalis yang sangat berpengaruh pada kualitas produk. Produk BANKASTAB muncul sebagai solusi atas kebutuhan stabilisator timah yang lebih ramah lingkungan. Adanya peraturan lingkungan yang dikeluarkan oleh negara di Eropa, Amerika dan Jepang tentang pengurangan pemakaian timbal dan bahan berbahaya lainnya mensyaratkan persentase kandungan TMT sebesar maksimal 0,1%, MMT sebesar 10%-90%, serta DMT sebesar 10%-90%.

Dalam menganalisis hasil produknya PT Timah Industri menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) dengan nukleus ^{119}Sn yang menghasilkan spektrum dan dapat dianalisis

untuk mengetahui kuantitas senyawa-senyawa dalam produk tersebut. NMR dapat digunakan untuk menentukan struktur molekul dengan memanfaatkan fenomena resonansi magnetik pada spin-spin yang terdapat pada senyawa tersebut. Medan magnet dan frekuensi radio biasanya digunakan untuk memanipulasi spin dan menghasilkan sinyal yang dapat diukur. NMR ^{119}Sn dapat mendeteksi keberadaan *Trimethyltin Chloride* (TMT) pada produk BANKASTAB. Bila ditemukan persentase lebih dari 0,1% maka BANKASTAB tidak bisa dijual dipasaran Internasional.

Pada penelitian ini dilakukan analisis spektrum stabilisator timah menggunakan NMR ^{119}Sn di Laboratorium PT Timah Industri Cilegon. Pada penelitian ini juga dipelajari pengaruh variasi konsentrasi 2-EHTG pada produk stabilisator timah. Dari analisis spektrum dapat diketahui kuantitas senyawa penyusun stabilisator timah yaitu MMT, DMT dan TMT.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat diambil pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

- Bagaimana hasil analisis spektrum stabilisator timah dengan variasi konsentrasi 2-EHTG menggunakan NMR ^{119}Sn ?
- Bagaimana persentase kandungan senyawa MMT, DMT dan TMT pada produk-produk tersebut ?

1.3 Batasan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini dibatasi pada:

- Sampel yang digunakan adalah stabilisator timah produk dari PT Timah Industri dengan variasi konsentrasi 2-EHTG sebesar +2%(sebagai referensi) -5% , 0%, +2%(sebagai referensi) dan +5%.
- Instrument yang digunakan adalah NMR ^{119}Sn 400 MHz.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan diadakannya penelitian ini yaitu :

- Mengetahui hasil analisis spektrum stabilisator timah dengan variasi konsentrasi *2-EHTG* menggunakan NMR ^{119}Sn
- Mengetahui persentase kandungan *monomethyltin trichloride* (MMT), *dimethyltin dichloride* (DMT), dan *trimethyltin chloride* (TMT) pada senyawa stabilisator timah menggunakan NMR ^{119}Sn .

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah membantu PT Timah Industri dalam menganalisis hasil produk PT Timah Industri serta mengembangkan metode analisis menggunakan prinsip fisika.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika yang digunakan dalam penulisan laporan Tugas Akhir ini adalah sebagai berikut:

BAB I : Pendahuluan

BAB Pendahuluan ini berisi tentang latar belakang, rumusan masalah, tujuan, manfaat, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB II : Tinjauan Pustaka

BAB Tinjauan Pustaka berisi tentang teori dan konsep dasar penunjang penelitian mengenai sintesis senyawa stabilisator timah serta analisisnya

BAB III : Metodologi

BAB Metodologi berisi tentang metode yang digunakan dalam penelitian ini.

BAB IV : Analisa Dan Pembahasan

BAB Pembahasan ini berisi inti dari penulisan laporan Tugas Akhir tentang hasil penelitian mengenai analisis stabilisator timah menggunakan metode NMR.

BAB V : Penutup

BAB Penutup ini berisi kesimpulan umum dari hasil analisa dan disertai saran yang berlaku bagi penelitian selanjutnya.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nuclear Magnetik Resonance (NMR)

Nuclear Magnetik Resonance (NMR) merupakan suatu metode yang ditemukan pada tahun 1946 oleh Bloch dan Purcell serta dilakukan penelitian lebih lanjut oleh sekelompok peneliti di Amerika Serikat. NMR merupakan suatu gejala fisika yang didasarkan pada sifat magnetik dari inti atom (nukleus). Nukleus terdiri dari proton dan neutron. Pada dasarnya setiap nukleus memiliki spin yang terdapat pada proton. Spin pada pengertian umum merupakan properti magnetik pada inti yang memiliki arah maka disebut spin inti. Spin bergerak memutar sehingga memiliki sebuah momentum sudut (p) (Liang dkk, 2018). Besarnya momentum sudut yang diberikan oleh bilangan kuantum spin I adalah sebagai berikut:

$$|p| = h/2\pi \cdot \sqrt{I(I+1)} \quad (1)$$

Bilangan spin quantum (I) pada setiap atom tergantung dari nomor massanya (M)

$$M = Z + N \quad (2)$$

dimana : M = Nomor massa

Z = Jumlah proton (nomor atom)

N = Jumlah neutron

Pada M bernilai ganjil bilangan spin quantum (I) sebesar $1/2, 3/2, 5/2$, dst. Contohnya adalah ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn , ^{19}F , ^{31}P (dengan $I=1/2$) serta baik dianalisis menggunakan NMR. Momentum sudut (p) menyebabkan terjadinya momen magnetik (μ). Perbandingan antara momen magnetik dengan momentum sudut disebut rasio giromagnetik dan dirumuskan sebagai berikut:

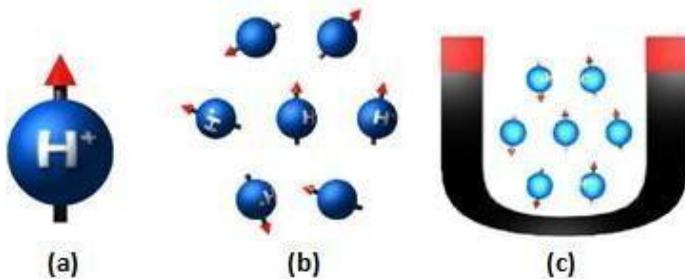
$$\mu = \gamma \cdot p \quad (3)$$

dimana : μ = Momen magnetik

γ = Rasio giromagnetik

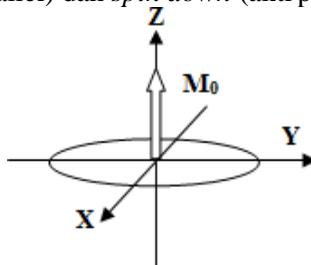
p = Momentum Sudut

Spin berperilaku sebagai magnet kecil yang berputar dan dilambangkan dengan vektor. Jumlah dari semua vektor magnetisasi setiap putaran (jumlah momen magnetik) disebut magnetisasi neto atau *Net Magnetization Vector* (NMV). Gambar 2.1 menggambarkan bagaimana spin berperilaku dalam medan magnet. Tanpa medan magnet luar maka momen magnetiknya di distribusikan ke segala arah sehingga jumlah magnetisasi neto adalah nol (Kartawiguna, 2015).



Gambar 2. 1(a) Spin inti atom (b) Keadaan spin tanpa dipengaruhi medan magnet dari luar (B_0) (c) Keadaan spin dengan dipengaruhi medan magnet dari luar (B_0) (Sumber : <https://www.imaios.com>)

Apabila ada medan magnet dari luar maka momen magnetiknya menjadi searah sehingga magnetisasi neto memiliki nilai. Magnetisasi neto pada NMR bernilai sekitar 10^{-6} dari total putaran spin. Oleh karena itu NMR merupakan spektroskopi yang memiliki tingkat sensitifitas yang tinggi dibandingkan jenis spektroskopi lainnya. Pada medan magnet yang searah dikenal dengan *spin up* (parallel) dan *spin down* (anti parallel).



Gambar 2. 2 Kondisi awal M_0 sejajar sumbu +Z
(Sumber:<http://bruker.com>)

Pada kondisi awal, magnetisasi (M_0) sejajar pada sumbu +Z. Perputaran spin oleh medan magnet eksternal yang menyerupai gerakan sebuah gasing diatas sumbu vertikal yang bergerak membuat bentuk seperti kerucut disebut dengan precesi. Gerakan precesi tersebut mengikuti frekuensi Larmor yang besarnya sebanding dengan kuat medan magnetik. Frekuensi Larmor dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\Omega_0 = \gamma_I B_0 \quad (4)$$

dimana : ω_0 = frekuensi larmor

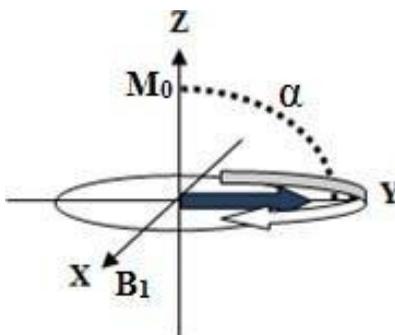
γ_I = rasio giromagnetik

B_0 = medan magnet

I = nucleus

Dengan demikian frekuensi Larmor tergantung pada nukleus serta rasio giromagnetiknya.

Magnetisasi neto atau NMV pada spin membentuk sudut α pada bidang M_z dan M_{xy} (Gambar 2.3). Manetisasi neto pada spin terbagi menjadi dua komponen yaitu komponen longitudinal pada bidang Z dan komponen transversal pada bidang XY.



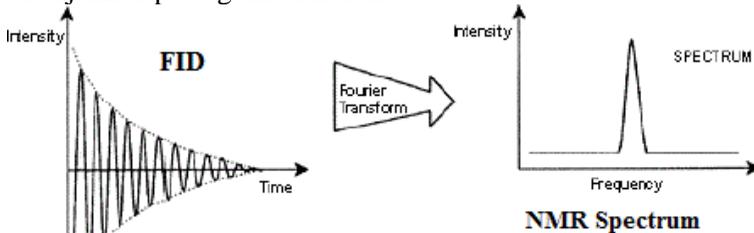
Gambar 2. 3 Sudut α pada bidang M_z dan M_{xy} (Sumber:<http://bruker.com>)

Setelah itu spin diberikan gelombang radio frekuensi (RF) hingga magnetisasi spin bergerak miring menjauhi sumbu +Z menuju sumbu XY. Magnetisasi yang terjadi pada sumbu XY disebut M_{xy} . Selama eksitasi berlangsung, magnetisasi longitudinal melakukan gerakan precesi kearah bidang XY dan membentuk magnetisasi transversal (membentuk sudut 90^0).

Magnetisasi longitudinal (M_z) merupakan arah M_0 sebelum mengalami simpangan (sama dengan arah medan magnet luar (B_0)). Magnetisasi transversal (M_{xy}) didefinisikan sebagai magnetisasi ketika M_0 mengalami simpangan pada bidang XY (tegak lurus arah medan magnet luar (B_0)) (Bruker, 2015).

Pada saat spin berputar diperlukan waktu yang singkat untuk memutar magnetisasi tegak lurus B_1 . Pada NMR bidang tegak lurus B_1 dibuat pada koil Radio Frekuensi (RF) yang berada di kepala probe. Koil tersebut dipasang dengan sumbu yang diorientasikan sepanjang sumbu X dan kemudian diberi arus bolak balik. Medan magnet B_1 berorientasi secara linier sepanjang sumbu X. Medan B_1 yang berorientasi terdiri dari 2 komponen rotasi yang berlawanan terletak pada bidang XY. M_0 yang berputar dari sumbu Z kemudian berputar sepanjang bidang B_1 . Setiap magnetisasi neto sejajar dengan bidang B_1 (Bruker, 2015).

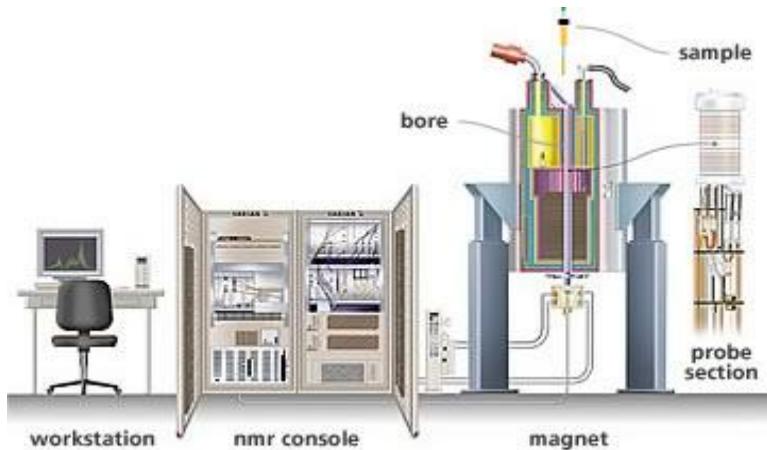
Magnetisasi pada bidang XY inilah yang memungkinkan pembentukan sinyal *Free Induction Decay* (FID). Dari sinyal FID kemudian dilakukan transformasi Fourier. Pada Gambar 2.4 menunjukkan operasi matematika transformasi Fourier menampilkan informasi dalam domain waktu yang ditunjukkan pada gambar kiri (FID) atau dalam domain frekuensi yang ditunjukkan pada gambar kanan.



Gambar 2. 4 Sinyal FID Sumber : (<http://triton.iqfr.csic.es>)

2.1.1 Prinsip Kerja NMR

Berikut merupakan skema peralatan NMR (Gambar 2.5)



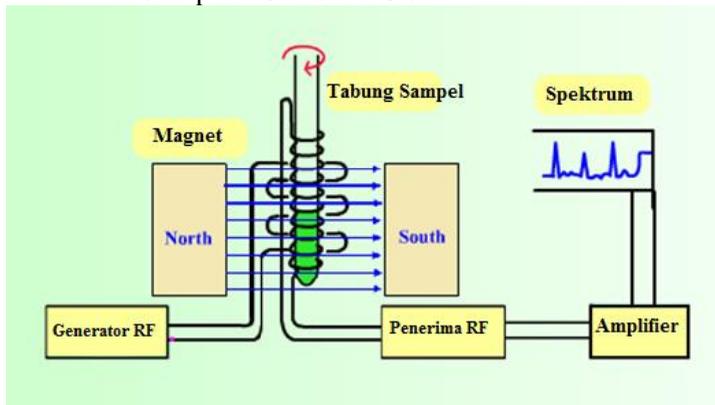
Gambar 2. 5 Skema peralatan NMR(Sumber : <http://chem.sci.ubu.ac.th>)

Komponen – komponen NMR terdiri dari:

- Probe NMR adalah antena penghubung RF antara sampel dan perangkat NMR lainnya. *Probe* ditempatkan pada pusat medan magnet. Sampel diradiasi dengan energi RF dan kemudian sampel menghasilkan respon RF yang sangat lemah yang dikirim ke *console*.
- Komputer sebagai media aplikasi pengolahan data yang terhubung pada NMR. Spektrometer NMR memanfaatkan banyak komputer dan perangkat lunak, baik untuk mengendalikan berbagai pulsa RF, serta untuk menyimpan dan memproses data NMR. Sinyal NMR dikenai algoritma pemrosesan sinyal digital yang kompleks, termasuk transformasi fourier, untuk mengkonversi informasi NMR ke dalam bentuk yang mudah ditafsirkan oleh pengguna akhir. Sinyal ditampilkan sebagai serangkaian puncak, atau spektrum, pada monitor computer.
- Konsol NMR: Konsol NMR berfungsi sebagai pemancar, penerima, penguat. Sebagai pemancar, berfungsi mengirimkan RF sebagai pulsa yang dikirim untuk mempengaruhi sampel

dalam probe. Sebagai penerima dan amplifier, berfungsi menerima sinyal respon dan kemudian menguatkan sinyal satu juta kali dan mengirimkannya ke komputer.

Proses di dalam NMR untuk mendapatkan spektrum ditampilkan dalam mekanisme pada Gambar 2.6 berikut ini:



Gambar 2. 6 Mekanisme pembentukan spektrum
(Sumber : <http://chem.sci.ubu.ac.th>)

Mekanisme pembentukan spektrum NMR:

1. Sampel dimasukkan ke dalam tabung NMR. Tabung NMR ditempatkan pada medan magnet yang kuat. Selanjutnya spin pada inti atom berinteraksi dengan medan magnet. Medan magnet mengalir dari kutub utara ke selatan.
2. Pada generator frekuensi radio menghasilkan pulsa frekuensi radio (RF) yang selanjutnya digunakan untuk pergerakan spin pada inti atom sehingga menghasilkan gerakan yang presisi.
3. Selama pergerakan spin dari sumbu Z ke sumbu XY Inti atom mengabsorpsi energi dan terjadi proses resonansi dan kembali pada posisi setimbang (pada sumbu Z) sehingga mengalami relaksasi apabila RF dimatikan.
4. Selama proses resonansi dihasilkan arus listrik yang kemudian mengalir ke kumparan penerima.
5. Pergerakan pada sumbu XY menghasilkan sinyal yang disebut dengan FID. Sinyal yang dihasilkan kemudian diperkuat dengan penguat *Amplifier*.

6. Selanjutnya sinyal FID diubah ke Transformasi Fourier dan di dihasilkan spektrum.

2.2 Spektroskopi NMR ^{119}Sn

Dalam tiga dekade terakhir senyawa timah telah banyak dibutuhkan dalam penelitian dasar maupun dalam bidang industri. Ada begitu banyak aspek menarik dari kimia timah anorganik diantaranya spektroskopi timah NMR mempunyai tiga isotop magnetis aktif ($i = 4$) isotop timah (^{115}Sn , ^{117}Sn , ^{119}Sn) (Tabel 2.1).

Tabel 2. 1 Sifat NMR Pada Isotop Timah

Isotope	Natural abundance (%)	Magnetic moment (μ/μ_N)	Magnetogyric ratio γ ($10^7 \text{ rad T}^{-1} \text{ sec}^{-1}$)	NMR frequency ^a (Ξ , Hz)	Relative receptivity ^b (D^P, D^S)
^{115}Sn	0.35	-1.582	-8.7475	—	1.22×10^{-4} , 0.7
^{117}Sn	7.61	-1.723	-9.530	35632295	3.44×10^{-3} , 19.5
^{119}Sn	8.58	-1.803	-9.971	37290665	4.44×10^{-3} , 25.2

Timah unik karena memiliki tidak kurang dari tiga spin $\frac{1}{2}$ nukleus pada NMR yang aktif, ^{115}Sn , ^{117}Sn dan ^{119}Sn , yang menghasilkan sinyal sempit. Walaupun tidak ada masalah dalam mengamati resonansi Sn faktor kelimpahan alam yang rendah membuat pengukuran resonansi Sn kurang diminati tetapi sangat penting untuk beberapa hal, misalnya untuk menganalisis stabilisator timah (Wrackmeyer, 1985).

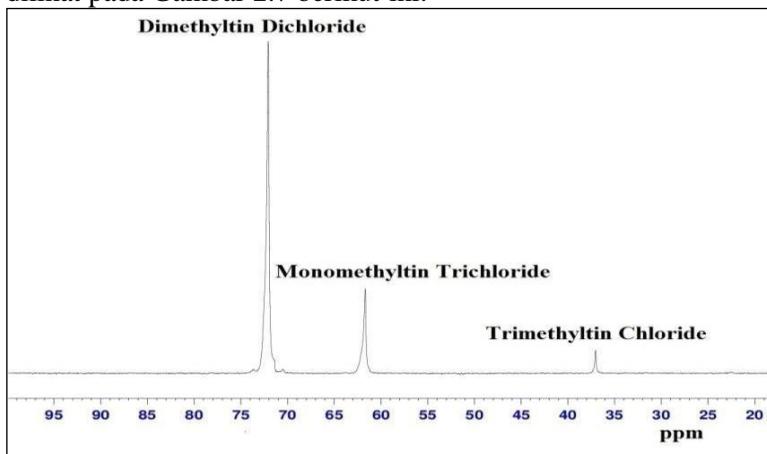
2.3 Stabilisator Timah

Stabilisator timah umumnya digunakan sebagai stabilisator panas pada PVC untuk membuat lembaran, botol, profil, perlengkapan injeksi, kartu kredit dan wadah makanan. Mereka juga digunakan untuk pembuatan pipa PVC dan *fitting*, PVC *films*, *hose pipes*, dan *soft tubes*. Stabilisator timah adalah pengganti stabilisator panas beracun yang sebelumnya digunakan dalam senyawa PVC. Stabilisator timah juga dicampur dengan *vinyl polymers* untuk menciptakan produk jadi. Karakteristik secara fisik yang harus dimiliki oleh stabilisator timah yang bagus diantaranya berwarna bening, tekstur kepadatannya mencapai

48%-52%, serta kandungan kloridanya sekitar 16%-21.7%. Stabilisator timah pada umumnya terdiri dari beberapa komponen yang disebut *monomethyltin trichloride* (MMT), *dimethyltin dichloride* (DMT) dan *trimethyltin chloride* (TMT). Dalam hal ini masing-masing memiliki porsi yaitu pada MMT pada stabilisator timah yang normal memiliki kandungan 10% - 90%. DMT pada stabilisator timah yang normal memiliki kandungan 10%-90%, serta TMT pada stabilisator timah yang normal memiliki kandungan 0,1%. Berikut merupakan bahan pembuatan stabilisator timah (Wypych, 2008).

2.3.1 Penyusun Stabilisator Timah

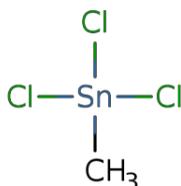
Stabilisator timah tersusun atas beberapa senyawa yaitu *monomethyltin trichloride* (MMT), *dimethyltin dichloride* (DMT) serta penambahan 2-EHTG sebagai katalis. Pada stabilisator timah juga terdapat kandungan *trimethyltin chloride* (TMT) yang bersifat toksik. Gambar spektrum MMT, DMT dan TMT dapat dilihat pada Gambar 2.7 berikut ini.



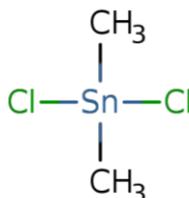
Gambar 2. 7 Spektrum Stabilisator Timah (Sumber : PT Timah Industri)

Pada spektrum tertinggi merupakan senyawa DMT dengan rumus $(\text{CH}_3)_2\text{SnCl}_2$ yaitu sebagai konsentrat dalam pembuatan stabilisator timah (Coates dkk, 1979). Sedangkan Pada spektrum

kedua merupakan senyawa MMT dengan rumus CH_3SnCl_3 . Struktur kimia MMT ditunjukkan pada Gambar 2.8 (Allendorf dkk, 2000). Sedangkan DMT yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 berikut ini.



Gambar 2. 8 Struktur Kimia MMT
(Sumber : <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov>)

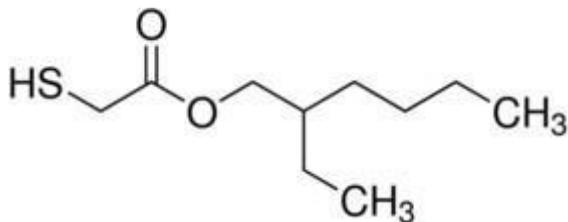


Gambar 2. 9 Struktur kimia DMT
(<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov>)

Pada spektrum paling kanan merupakan senyawa TMT merupakan senyawa dengan rumus $(\text{CH}_3)_3\text{SnCl}$ dan berbentuk padatan putih yang beracun dan berbau busuk. TMT bersifat racun ketika dihirup, atau ketika bersentuhan dengan kulit serta dapat menyebabkan iritasi dan luka bakar pada kulit dan mata (Arnett dkk, 1995).

2.3.2 2-Ethylhexyl Thioglycolate (2-EHTG)

2-Ethylhexyl Thioglycolate merupakan cairan yang tidak berwarna dan banyak digunakan sebagai perantara dalam produksi massal, zat berskala besar dan bahan kimia. Produk ini berbahaya jika tertelan, menyebabkan iritasi kulit dan sangat toksik bagi kehidupan akuatik dengan efek jangka panjang, zat ini harus ditangani dan disimpan dengan hati-hati untuk menjaga kesehatan manusia dan lingkungan hidup. Senyawa ini telah lama dikenal sebagai stabilisator panas yang sangat baik untuk PVC (Zakir, 2018).

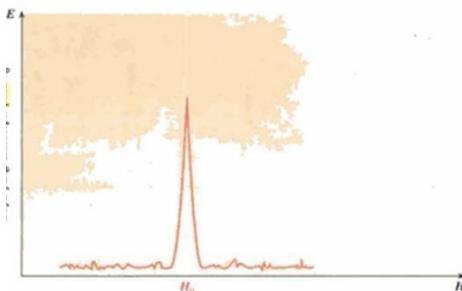


Gambar 2. 10 Struktur senyawa 2-ethylhexil thioglycolate
(<https://www.sigmaaldrich.com>)

2.4 Interpretasi Spektra *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR)

Spektrum NMR dapat direkam dengan berbagai cara. Spektrometer NMR komersial yang pertama beroperasi dalam metode gelombang kontinyu, sampel diradiasi pada frekuensi tetap ν sementara medan magnetik disapukan melalui suatu kisaran nilai tertentu. Instrumen keluaran baru dibuat berdasarkan pada spektroskopi transformasi Fourier (NMR FT), yang mana sampel yang diletakkan pada suatu medan magnetik yang tetap diradiasi dengan daya RF yang pendek dan kuat, dengan kisaran frekuensi yang cukup lebar untuk merangsang terjadinya banyak transisi.

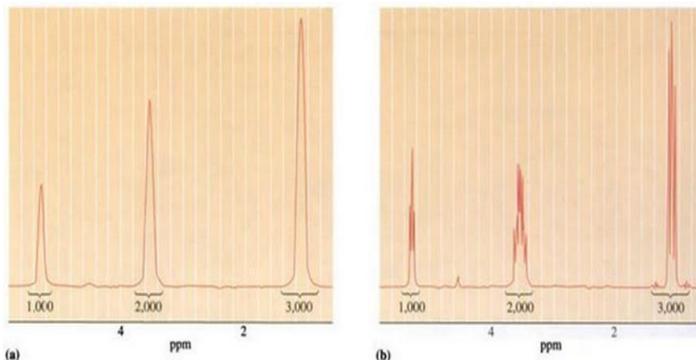
Frekuensi spesifik dari semua transisi yang banyak ini diukur secara simultan dan disimpan di dalam memori komputer. Spektrum yang lengkap dapat diperoleh hanya dalam beberapa detik. Pengukuran dapat diulang berkali kali dan hasilnya dirata-ratakan dalam memori komputer untuk mengurangi efek dari *noise* latar belakang yang acak. Spektrometer NMR FT mendeteksi banyak sekali nukleus di samping ^1H diantaranya juga ^{119}Sn yang juga berperan penting (Sastrohamidjojo, 2013).



Gambar 2. 11 Energi absorpsi bila medan magnetik dari radiasi RF memenuhi persyaratan resonansi (Sastrohamidjojo, 2013)

Spin nukleus peka terhadap lingkungan kimia suatu nukleus sebab elektron – elektron yang bergerak di dekat nukleus tersebut menyebabkan munculnya medan magnetik internal yang memodifikasi medan magnetik efektif lokal yang dirasakan oleh setiap proton dengan suatu nilai yang berbeda dari medan yang diberikan secara eksternal. Pergeseran kimia (*chemical shift*) yang dihasilkan menyebabkan proton-proton dalam satuan struktural molekul yang berbeda dapan menunjukkan puncak NMR pada nilai medan magnetik yang berbeda. Semua proton dalam lingkungan kimia yang ekuivalen akan menghasilkan satu puncak absorpsi dalam spektrum . Area relatif dibawah puncak absorpsi berbanding lurus dengan jumlah proton dalam setiap gugus yang ekuivalen. Dengan tujuan membakukan prosedur, nilai pergeseran kimia direkam relatif terhadap senyawa rujukan trimetilsilana (TMS) dengan menambahkan sedikit sekali TMS ke dalam sampel (Sastrohamidjojo, 2013).

Spin nukleus juga peka terhadap spin nukleus di dekatnya. Karena setiap spin berperilaku sebagai medan magnet batang yang kecil, masing-masing mempengaruhi nilai medan magnetik local yang dirasakan oleh spin lain di dekatnya. Hasilnya ialah pembelahan spn-spin yang memecah setiap puncak lebar dari setiap gugus proton yang ekuivalen menjadi suatu multiplet yang terdiri dari puncak-puncak yang lebih tajam dan sempit (Sastrohamidjojo, 2013).



Gambar 2. 12 Contoh spektrum NMR proton untuk etanol(a)spektrum resolusi rendah menunjukkan satu puncak lebar untuk setiap gugus proton yang ekuivalen (b) dalam resolusi tinggi, pembelahan spin-spin memisahkan puncak untuk setiap gugus proton yang ekuivalen menjadi multiplet (Sastrohamidjojo, 2013).

Melalui pergeseran kimia dan pembelahan spin-spin, spektroskopi NMR menawarkan suatu cara yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus pengikatan dalam suatu molekul dan menafsirkan struktur molekulnya (Oxtoby, 2012).

Ada beberapa langkah yang ditempuh untuk menginterpretasi spektrum NMR proton. Langkah-langkah tersebut meliputi pengertian-pengertian :

- Jumlah sinyal yang menerangkan ada berapa macam /tipe perbedaan proton yang terdapat dalam molekul
- Kedudukan sinyal yang menerangkan tentang lingkungan elektronik dari setiap macam proton
- Intensitas sinyal yang menerangkan berapa banyak proton dari setiap spektrum proton yang ada
- Pemecahan (*splitting*) dari sebuah sinyal menjadi beberapa puncak yang menerangkan tentang lingkungan dari sebuah proton dengan lainnya, yaitu proton-proton yan berdekatan

Dalam suatu molekul, proton-proton dengan lingkungan yang sama akan menyerap tenaga pada kuat medan yang sama. Proton-proton yang memiliki lingkungan yang berbeda akan menyerap energiyang berbeda pula. Proton-proton dengan lingkungan yang

sama dikatakan ekuivalen. Jumlah sinyal dalam spektrum NMR juga dapat menerangkan berapa banyak kelompok proton yang ekuivalen yang terkandung dalam suatu molekul (Sastrohamidjojo, 2013).

2.4.1 Kedudukan Sinyal

Jumlah sinyal dalam suatu spektrum NMR menerangkan ada beberapa macam/tipe proton yang terdapat dalam suatu molekul. Kedudukan sinyal-sinyal akan membantu menerangkan tipe dari proton-proton tersebut: primer, sekunder, tersier, benzil, vinil, asetilena, berdekatan dengan halogen atau atom-atom atau gugus-gugus lain. Tipe proton yang berbeda ini memiliki lingkungan elektronik yang berbeda dan lingkungan elektronik ini yang menentukan letak/kedudukan serapan sebuah proton dalam spektrum. Dalam suatu molekul, proton-proton dengan lingkungan yang berbeda (proton-proton tidak ekuivalen) memiliki pergeseran kimia yang berbeda. Proton-proton dengan lingkungan yang sama (proton-proton ekuivalen) akan memiliki pergeseran kimia yang sama. Lebih lanjut, diketahui bahwa sebuah proton dengan lingkungan tertentu menunjukkan pergeseran kimia yang sangat bersamaan (Sastrohamidjojo, 2013).

2.4.2 Intensitas Sinyal

Pada sinyal NMR, luasan di bawah sinyal NMR berbanding langsung dengan jumlah proton yang menimbulkan sinyal. Luasan di bawah sinyal dilakukan dengan menggunakan integrator elektronik yang digambarkan pada kertas grafik spektrum NMR dalam bentuk kurva bertingkat. Ketinggian atau tingkatan sebanding dengan luasan puncak. Dengan menggunakan kertas grafik NMR, akan mudah menentukan ketinggian tingkatan dengan jalan mengitung segi empat dalam kertas grafik atau dengan cara mengukur jarak dari garis dasar grafik atau hingga akhir grafik dengan mistar. Hasil pengukuran akan diperoleh sekelompok angka yang menunjukkan persesuaiannya dengan macam-macam /tipe proton yang berbeda (Sastrohamidjojo, 2013).

2.4.3 Pemecahan Sinyal

Pada spektrum NMR menunjukkan sebuah sinyal untuk setiap tipe proton dari sebuah molekul. Apabila diamati lebih lanjut ternyata banyak dari spectra NMR jauh lebih kompleks dari pada yang baru dipelajari di awal (Sastrohamidjojo, 2013).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Bahan

Pada penelitian ini bahan yang digunakan dalam proses sintesis Stabilisator Timah adalah *Dimethyltin Dichloride* (DMT), *Monomethyltin Trichloride* (MMT), *2-Ethylhexyl Thioglycolate* (2- EHTG), *Ammonia* (NH₃).

3.1.2 Alat

Pada penelitian ini peralatan yang digunakan adalah sebagai berikut:

- *Nuclear Magnetik Resonance 400 MHz*
Spektrometer ini memiliki magnet 400 MHz dari sistem lama yang dipadukan dengan konsol elektronik yang digunakan untuk menganalisis stabilisator timah pada penelitian ini.



Gambar 3. 1 *Nuclear Magnetik Resonance 400 MHz*

- *NMR tubes*
NMR tubes adalah tabung berdinding kaca tipis yang digunakan untuk menampung sampel stabilisator timah dalam spektroskopi NMR.



Gambar 3. 2 NMR tubes (Sumber: <http://www.sigmaaldrich.com>)

- *Probe* NMR

Probe NMR adalah sebuah alat untuk menempatkan dengan tepat suatu tempat sampel stabilisator timah pada medan magnet .



Gambar 3. 3 *Probe* (sumber: <http://web.mit.edu/speclab>)

- Pipet

Pipet berfungsi sebagai suatu alat laboratorium yang digunakan untuk memindahkan volume stabilisator timah yang terukur yaitu dengan perbandingan 1:2 antara pelarut CDCl_3 dengan stabilisator timah.



Gambar 3. 4 Pipet (Sumber : intimedikastore.com)

- *Automatic Titrator*

Automatic Titrator adalah alat laboratorium untuk titrasi NH_3 dengan analisis tinggi akurasi pada penelitian ini.



Gambar 3. 5 *Automatic Titrator* (Sumber: <http://www.labindia-analytical.com>)

- Gelas beker

Gelas beker berfungsi untuk wadah penampung yang digunakan untuk mengaduk, mencampur dan memanaskan senyawa.



Gambar 3. 6 Gelas Beker (Sumber: <http://www.tokopedia.com>)

- Timbangan digital

Timbangan digital dalam hal ini adalah untuk mengukur penambahan kadar pada sintesis Stabilisator Timah.



Gambar 3. 7 Timbangan digital (Sumber: <http://aliapa.com/>)

- Batang pengaduk

Pengaduk merupakan sebuah peralatan laboratorium yang digunakan untuk mencampur bahan kimia dan cairan untuk keperluan laboratorium.



Gambar 3. 8 Batang pengaduk(Sumber: <http://www.tokopedia.com>)

3.2 Prosedur penelitian

3.2.1 Proses sintesis Stabilisator Timah

Langkah pertama yang dilakukan dalam melakukan sintesis stabilisator timah yaitu bahan direaksikan terlebih dahulu dengan formula yang sudah ditetapkan PT Timah Industri menggunakan rumus stoikhiometri . Stabilisator timah pada umumnya terdiri dari beberapa komponen yang disebut *monometyltin trichloride* (MMT), *dimetyltin dichloride* (DMT), *trimethyltin chloride* (TMT). Porsi yang dibutuhkan yaitu *monometyltin trichloride* memiliki kandungan 10% - 90%, *dimetyltin dichloride* 90% - 10%, serta *trimethyltin chloride* 0,1%. Perbandingan MMT dan DMT pada sintesis stabilisator timah diberikan sebesar $\pm 1:3$. Secara umum bahan yang dicampurkan adalah DMT dan 2-*Ethylhexyl Thioglycolate* (2- EHTG). Untuk sintesis stabilisator timah diperlukan DMT dan 2- EHTG dengan perbandingan kurang lebih 1:1. Berikut merupakan perbandingan dari jumlah DMT sebanyak 20 gram dan 2-EHTG dengan menggunakan variasi konsentrasi 2-EHTG (Tabel 3.1).

Tabel 3. 1 Jenis sampel dan variasi konsentrasi 2-EHTG

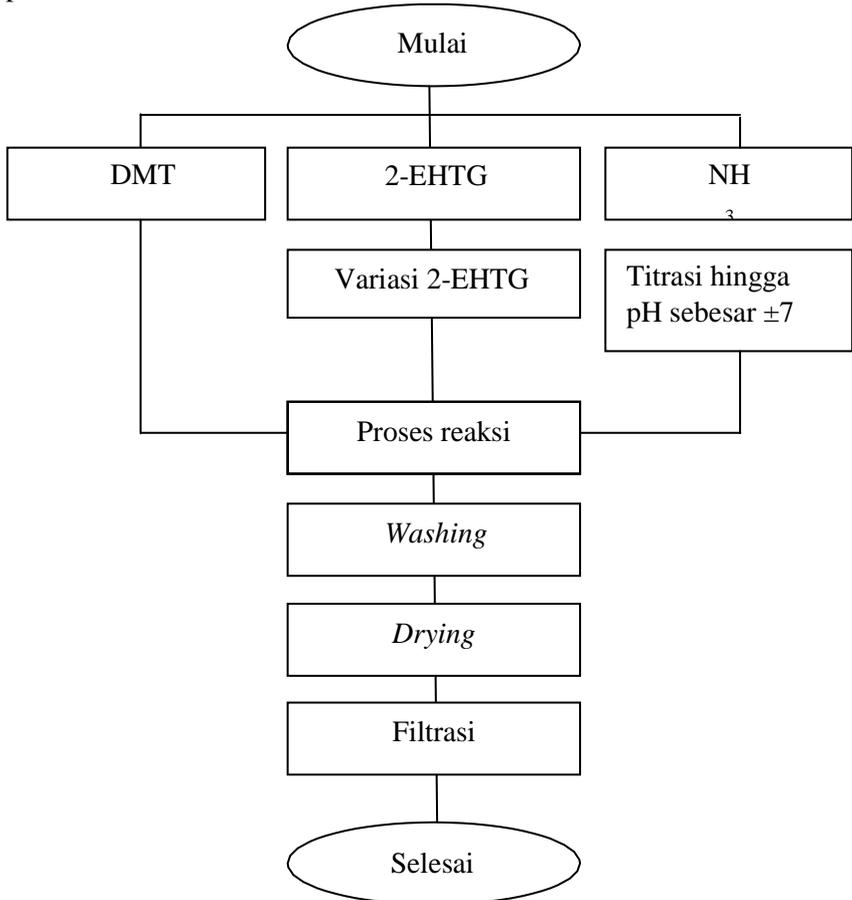
Jenis sampel				
Variasi konsentrasi		2-EHTG	Tanpa variasi konsentrasi 2-EHTG	
A	B	C	D	E
2-EHTG -5%	2-EHTG 0%	2-EHTG +5%	2-EHTG +2% (referensi)	2-EHTG +2% (disimpan selama 30 hari)

Dalam pembuatan Stabilisator Timah selain senyawa DMT dan 2-EHTG juga ditambahkan senyawa NH_3 melalui proses titrasi menggunakan alat *Automatic Titrator* hingga diperoleh derajat keasaman (pH) sebesar ± 7 (netral). Setelah ketiga senyawa direaksikan langkah selanjutnya yaitu proses *washing* dimana proses *washing* digunakan untuk mengurangi kadar air dalam senyawa dengan menambahkan aquades pada proses *washing* sehingga air dalam senyawa tersebut ikut larut bersama *aquades*.

Dalam skala laboratorium proses *washing* membutuhkan waktu ± 20 menit. Dalam proses sintesis Stabilisator Timah proses *washing* masih belum cukup sehingga dilakukan proses selanjutnya yaitu *drying*. Proses *drying* dapat dikatakan juga sebagai pelengkap proses *washing* karena kadar air dalam senyawa dapat berkurang banyak apabila dilakukan dengan kedua proses tersebut, tetapi pada proses *drying* kandungan air dalam senyawa harus kurang dari 2%. Proses *drying* membutuhkan waktu ± 4 jam. Dalam hal ini semakin kecil kadar air maka kualitas produk Stabilisator Timah akan semakin bagus. Proses terakhir yaitu filtrasi, hasil dari filtrasi nantinya berupa garam yang mana semakin sedikit garam yang dihasilkan maka produk yang dihasilkan semakin bagus pula. Dari proses filtrasi ini dapat dihasilkan produk Stabilisator Timah yang berkualitas.

Selanjutnya, Stabilisator Timah yang telah jadi kemudian di

analisis menggunakan NMR untuk mengetahui adanya kandungan TMT dalam senyawa Stabilisator Timah. Perlu diketahui bahwa TMT disini merupakan senyawa toksik yang membuat kualitas dari Stabilisator Timah berkurang dan persentase kandungannya tidak boleh lebih dari 0,1 %. Secara singkat diagram alir proses sintesis stabilisator timah dapat dilihat pada Gambar 3.9.



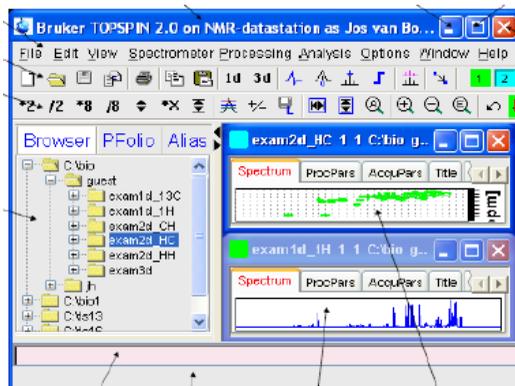
Gambar 3. 9 Diagram alir sintesis stabilisator timah

3.2.2 Prosedur Analisis Spektrum ^{119}Sn NMR

Untuk mendapatkan spektrum NMR digunakan aplikasi TOPSPIN yang terhubung dengan instrumen NMR. Berikut merupakan langkah-langkahnya :

a.) Mengaktifkan aplikasi TOPSPIN

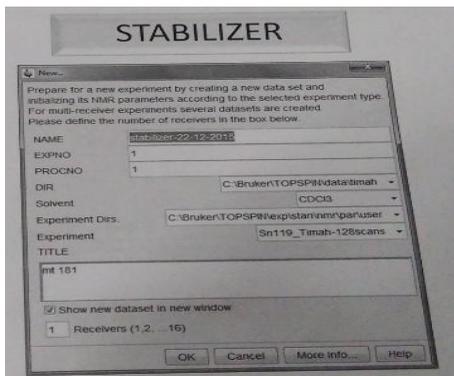
Klik dua kali ikon TOPSPIN untuk memulai perangkat lunak TOPSPIN. Maka akan muncul seperti di bawah ini.



Gambar 3. 10 Mengaktifkan aplikasi TOPSPIN (Sumber : BRUKER TOPSPIN)

b.) Membuat dataset baru

- Selanjutnya, membuat dataset baru dengan menekan perintah *edit current data set* (edc) pada kotak perintah kiri bawah sehingga muncul:

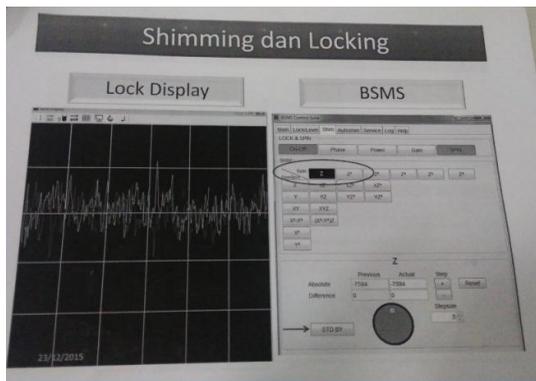


Gambar 3. 11 Membuat data set baru

- Untuk panduan analisis Stabilisator Timah isikan kotak dialog sesuai gambar diatas dengan kotak “name”. Untuk setiap sampel yang akan dianalisis harus memiliki data set berbeda untuk setiap sampelnya sesuai waktu pembuatan. Kemudian klik OK. Selanjutnya, ketik “atmm”(*automatic tune and match* secara manual) lalu pilih nucleus selection “BB (119Sn)” kemudian pastikan sinyal dalam keadaan seimbang dengan mengatur *tuning* dan *matching*nya.

c.) *Shimming dan Locking*

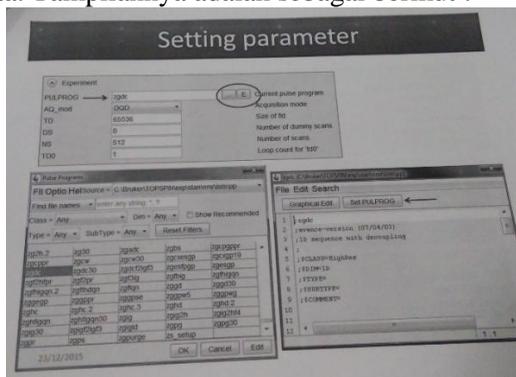
- Selanjutnya yaitu *shim* dan *locking* , dengan klik tombol di menu alat bagian atas untuk membuka jendela layar kunci. Pada kotak BSMS pilih *shim* kemudian atur sumbu ke sumbu Z dan pastikan sinyal seimbang dengan mengatur tombol *previous* dan *actual* di bagian bawah. Setelah sinyal seimbang kemudian klik “STDBY”.



Gambar 3. 12 *Shimming dan locking*

d.) Cara mendapatkan sinyal FID dan memodifikasi parameter akuisisi

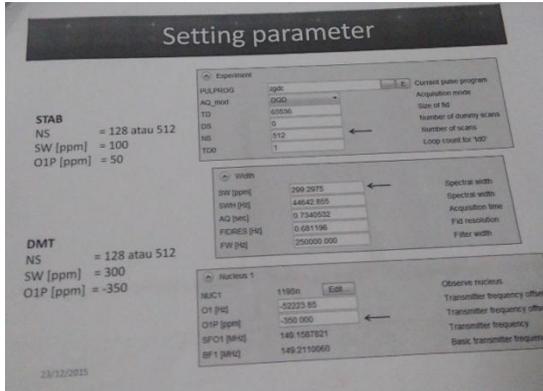
- Selanjutnya untuk mendapatkan sinyal FID dan memodifikasi parameter akuisisi ketik "rga" di baris perintah, lalu ketikkan **zgdc** di pulprog(pulse program) kemudian *double click* pada pilihan zgdc lalu klik **set PULPROG**. Terkadang perlu untuk memodifikasi parameter akuisisi. Memodifikasi parameter akuisisi dengan mengklik tab **acqparms** di tab jendela data. Tampilannya adalah sebagai berikut :



Gambar 3. 13 Menentukan *pulse program*

- Selain pada kotak pulprog untuk senyawa Stabilisator Timah kotak *number of scans* (NS) juga diubah menjadi 128 atau 512 tergantung pengguna, tetapi yang biasa digunakan

adalah 512 karena akan didapatkan hasil yang lebih akurat tetapi membutuhkan waktu yang cukup lama, serta nilai sw dan O1p yang telah ditentukan seperti Gambar 3.14 di bawah ini.



Gambar 3. 14 Menentukan *number of scans*

e.) Memproses spektrum 1D dan memodifikasi parameter proses

• Proses spektrum 1D serta memodifikasi parameter proses dengan beberapa langkah yaitu dengan : merubah parameter proses, transformasi Fourier, koreksi fase, kalibrasi pergeseran kimia ,integrasi, dan hasil puncaknya .

- **Merubah parameter proses** : klik **procpars** pada bilah tab jendela data atau ketik **edp** pada baris perintah.
- **Transformasi fourier** : ketik **efp** pada baris perintah.
- **Koreksi fase**: dapat dilakukan dengan mengetik **apk** di baris perintah untuk menjalankan koreksi fase otomatis.
- **Integrasi** : klik tombol  di toolbar bagian atas.

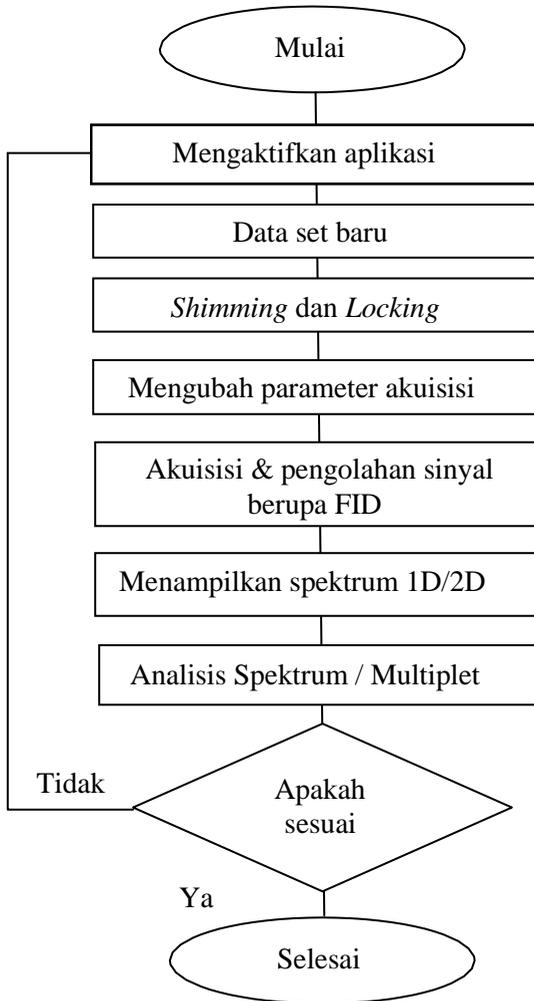
f.) Menampilkan Spektrum 1D/2D

- Klik tombol  pada bagian atas toolbar
- Kemudian tambahkan dataset dengan klik kanan dataset di browser dan pilih **display** dari menu popup

g.) Cara melakukan analisis multiplet

- Pada menu bar dengan cara klik *analysis* → *structure*

Secara ringkas dapat dilihat pada diagram alir berikut ini:

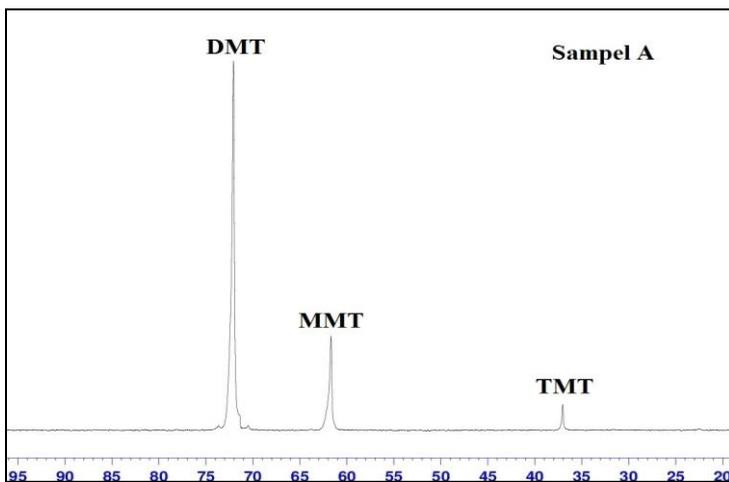


Gambar 3. 16 Diagram Alir Pengolahan Data NMR

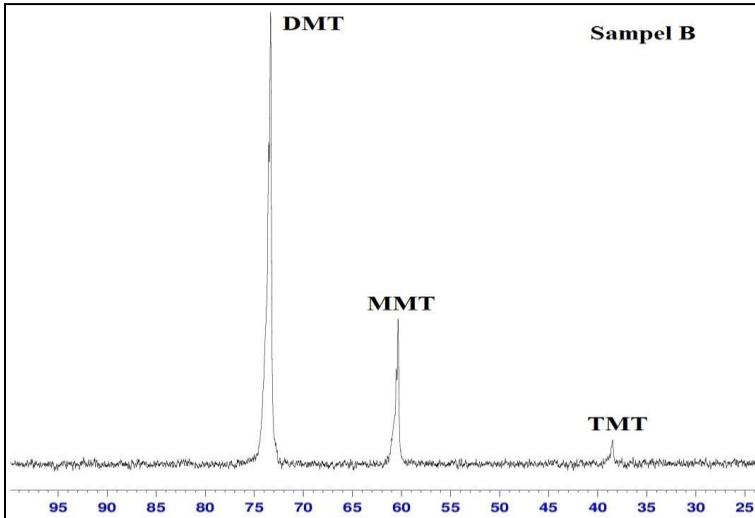
BAB IV ANALISA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Analisis Spektrum Stabilisator Timah

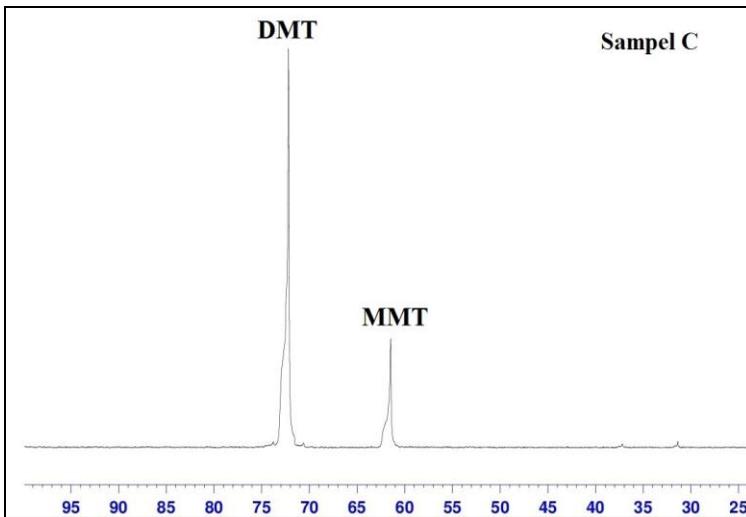
Stabilisator timah merupakan salah satu produk dari PT Timah Industri. Pada spektrum stabilisator timah yang dianalisis menggunakan NMR ^{119}Sn hasil keluaran merupakan grafik antara pergeseran kimia dan energi absorpsi. Pada sumbu y menginterpretasikan energi absorpsi yang mana semakin tinggi maka semakin besar absorpsinya. Energi absorpsi yang dimaksud adalah ketika suatu sampel stabilisator timah dapat mengabsorpsi radiasi elektromagnetik pada daerah RF, pada frekuensi yang tergantung dari sifat-sifat sampel. Pada sumbu x menginterpretasikan pergeseran kimia (*chemical shift*) dengan satuan ppm. Pergeseran kimia merupakan salah satu parameter yang dapat memberikan informasi mengenai resonansi oleh spin inti pada lingkungan kimia yang berbeda pada suatu senyawa dan ditunjukkan dalam bentuk grafik. Spektrum hasil NMR dapat dilihat pada gambar berikut ini.



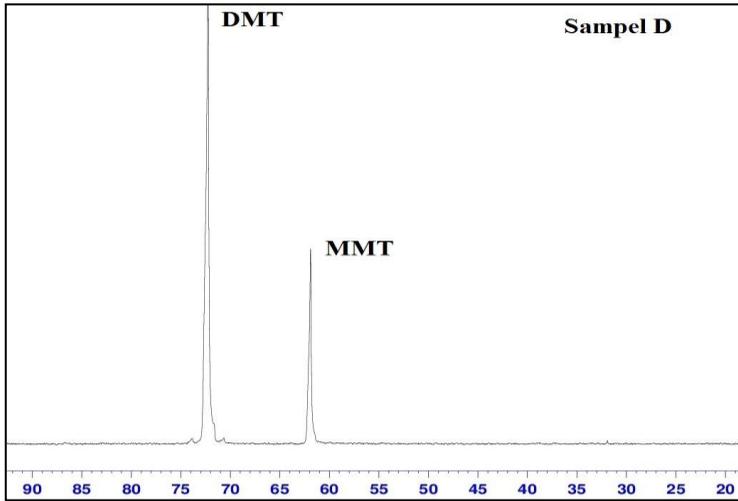
Gambar 4. 1 Spektrum Keluaran Sampel A



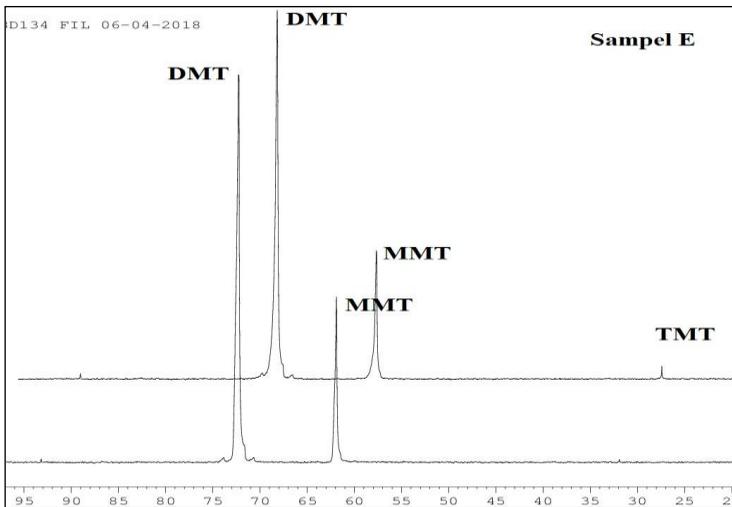
Gambar 4. 2 Spektrum Keluaran Sampel B



Gambar 4. 3 Spektrum Keluaran Sampel C



Gambar 4. 4 Spektrum Keluaran Sampel D



Gambar 4. 5 Spektrum Keluaran Sampel E

Informasi yang diperoleh dari hasil spektrum dapat ditinjau dari parameter-parameternya. Parameter yang terdeteksi pada NMR ^{119}Sn meliputi jumlah sinyal atau kedudukan sinyal, integritasi puncak serta pergeseran kimia. Parameter-parameter ini memberikan informasi yang dibutuhkan dalam pembacaan spektrum pada NMR. Pada percobaan ini nukleus yang digunakan adalah ^{119}Sn yang mana untuk mendeteksi unsur Sn dalam senyawa stabilisator timah.

Hasil analisis spektrum stabilisator timah dengan variasi 2-EHTG dapat dilihat pada gambar 4.1 hingga 4.5. Ditinjau dari pergeseran kimia, stabilisator timah berada pada pergeseran kimia antara 0-100 ppm. Pada unsur timah (^{119}Sn) memiliki spektrum yang lebih sederhana apabila dibandingkan dengan unsur ^1H . Pergeseran kimia semakin menjauhi TMS maka akan terbentuk spektrum yang semakin kompleks. Pada spektrum yang menunjukkan senyawa DMT berada pada pergeseran kimia antara 70 – 75 ppm. Pada sampel A berada di 72,06 ppm, sampel B pada 74 ppm, sampel C 72,5 ppm, sampel D 72,26 ppm dan sampel E 72 ppm. Sedangkan pada spektrum yang menunjukkan senyawa MMT berada pada 60 - 65 ppm.

Pada sampel A menunjukkan pergeseran kimia pada 62 ppm, sampel B pada 61 ppm, sampel C pada 61,5 ppm, sampel D 62,2 ppm dan sampel E 62 ppm. Pada beberapa sampel ditemukan spektrum TMT yaitu pada sampel A, B dan E yang berada antara 35 - 40 ppm. Pada sampel A menunjukkan pergeseran kimia 37,02 ppm, sampel B 38,7 ppm dan sampel E 30 ppm. Spektrum TMT yang muncul mengindikasikan bahwa pada senyawa stabilisator timah yang diproduksi mengandung senyawa yang bersifat toksik. Senyawa tersebut membuat kualitas dari stabilisator timah berkurang.

Ditinjau dari jumlah sinyal yang muncul pada spektrum NMR yang terlihat pada gambar 4.1 sampai 4.5 menunjukkan jumlah unsur Sn yang terdeteksi oleh NMR. Oleh karena komposisi yang ada di dalam senyawa stabilisator timah merupakan campuran dari MMT dan DMT sehingga terdapat 2

peak (puncak) yang muncul. Sedangkan pada sampel A,B,dan E terdapat 3 puncak yang menunjukkan adanya TMT. Pada puncak MMT yang memiliki rumus kimia $\text{CH}_3\text{Cl}_3\text{Sn}$ hanya terdapat satu sinyal yang menandakan bahwa terdapat 1 unsur Sn yang mengikat unsur lainnya seperti pada gambar 4.1-4.5 . Pada puncak DMT yang memiliki rumus kimia $(\text{CH}_3)_2\text{Cl}_2\text{Sn}$ Sn yang mengikat unsur lainnya seperti pada Gambar 4.1- 4.5.

4.2 Hasil Analisis Persentase Kandungan Senyawa MMT, DMT dan TMT.

Hasil spektrum yang diperoleh menunjukkan informasi mengenai persentase kandungan penyusun sampel MMT, DMT dan TMT. Ditinjau dari persentase kandungan yang dihasilkan , dapat dilihat pada Tabel 4.1 di bawah ini.

Tabel 4. 1 Persentase Kandungan Sampel Stabilisator Timah

Sampel	DMT (%)	MMT(%)	TMT(%)
A	77.66	19.20	3.15
B	76.90	20.70	2.40
C	79.65	20.35	-
D	76.66	23.34	-
E	78.5	19.50	2

Pada sampel A merupakan kadar senyawa 2-EHTG yang konsentrasinya dikurangi sebanyak 5% dari kadar yang

ditetapkan. Berdasarkan teori yang ada stabilisator timah dengan kadar 2-EHTG yang dikurangi dari kadar normalnya akan memiliki kualitas yang kurang baik. Hal ini dapat dilihat dengan hasil spektrum yang telah diuji menggunakan metode NMR ^{119}Sn pada gambar 4.1. Sampel A memiliki kandungan DMT, sebesar 77,66 %, MMT sebesar 19,20%, TMT sebesar 3.15%.

Sampel B merupakan kadar senyawa 2-EHTG yang sudah ditetapkan oleh PT Timah Industri. Ditinjau dari persentase kandungan yang dihasilkan , dapat dilihat pada Sampel B memiliki kandungan DMT sebesar 76,90 %, MMT sebesar 20,70% dan TMT sebesar 2.40%.

Sampel C merupakan kadar senyawa 2-EHTG yang konsentrasinya ditambah sebanyak 5% dari kadar yang ditetapkan. Ditinjau dari persentase kandungan yang dihasilkan , dapat dilihat pada sampel memiliki kandungan DMT sebesar 79,65 %, MMT sebesar 20.35% dan TMT sebesar 0%.

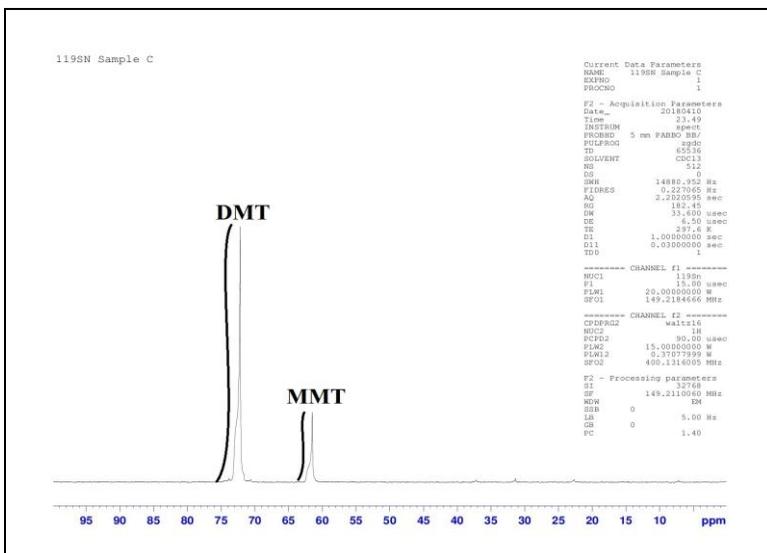
Sampel D merupakan kadar senyawa 2-EHTG yang konsentrasinya telah ditetapkan oleh PT Timah Industri yaitu kadar 2-EHTG ditambah sebanyak 2%-3% dari kadar yang ditetapkan. Ditinjau dari persentase kandungan yang dihasilkan , dapat dilihat pada Sampel D memiliki kandungan DMT sebesar 76,66 %, MMT sebesar 23,34% dan TMT sebesar 0%.

Sampel E merupakan Stabilisator Timah dari sampel D yang sudah disimpan selama 30 hari pada suhu ruangan hingga membentuk endapan berkabut . Endapan ini yang kemudian dianalisis untuk dilihat hasil spektrum yang keluar . Untuk percobaan dengan variasi ini masih belum ada teori yang membahas tentang ini tetapi hal ini dapat dilihat dari hasil spektrum yang telah diuji menggunakan metode NMR ^{119}Sn yang mana dapat dilihat pada Gambar 4.5. Terdapat 2 spektrum yang dibandingkan pada Gambar 4.5 yaitu stabilisator normal dengan stabilisator yang menjadi endapan. Ditinjau dari persentase kandungan yang dihasilkan, dapat dilihat pada Sampel E memiliki kandungan DMT sebesar 78,5 %, MMT sebesar 19,50% dan TMT sebesar 2%.

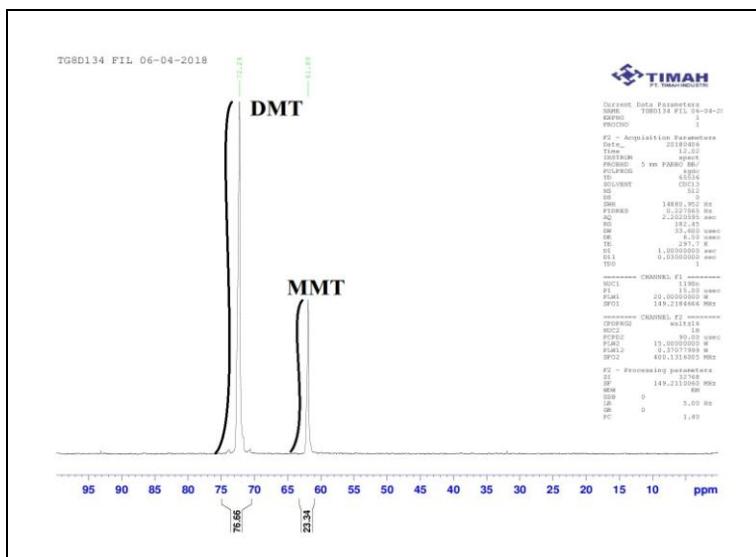
Berdasarkan penjelasan sebelumnya persentase untuk MMT dan DMT yang terbaca pada Sampel A,B,C,D dan E dikatakan normal karena sesuai dengan persentase yang telah dijelaskan sebelumnya. Untuk TMT yang terbaca lebih besar dari 0,1% hanya pada sampel A,B dan E yang mengindikasikan sampel tersebut tidak memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus. Sedangkan pada sampel C dan D persentase TMT adalah sebesar 0% sehingga memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus.

Dari hasil spektrum yang di dapatkan diperoleh pula kesimpulan bahwa pada sampel C dan D yang memiliki konsentrasi 2-EHTG lebih dari 2% memiliki kualitas yang lebih bagus dibandingkan sampel A, B dan E yang memiliki konsentrasi 2-EHTG dibawah 2% sehingga penambahan konsentrasi 2-EHTG sangat berpengaruh terhadap kualitas stabilisator timah.

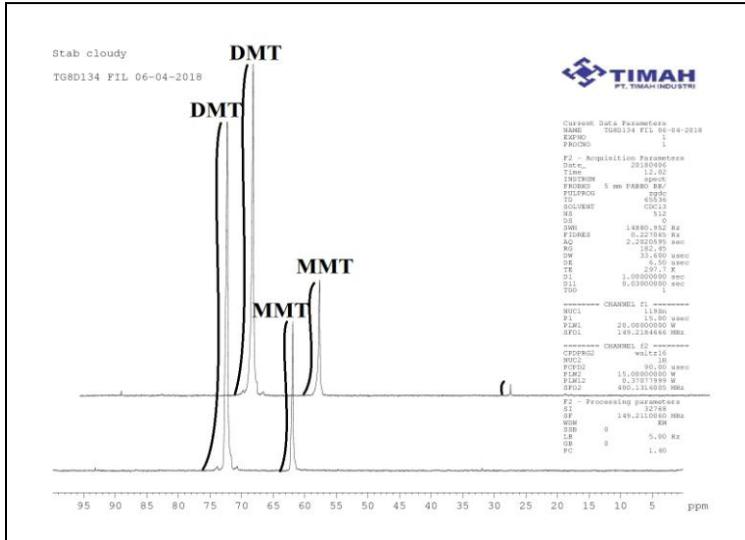
Ditinjau dari integrasi puncak pada spektrum ^{119}Sn NMR dapat diketahui dari perbandingan jumlah atom dalam setiap tipe tertentu pada resolusi tinggi yang menghasilkan *peak* yang tajam. Pada spektrum NMR terdapat garis integrator yang mana adalah garis perbandingan tinggi relatif. Garis integrator pada spektrum ini menunjukkan perbandingan kadar Sn pada senyawa stabilisator timah dalam bentuk *peak*. Garis integrator yang dapat dihitung hanya pada MMT dan DMT. Integrasi puncak pada stabilisator timah dapat dilihat pada Gambar 4.6-4.10 dibawah ini:



Gambar 4. 8 Integrasi Puncak Pada Sampel C



Gambar 4. 9 Integrasi Puncak Pada Sampel D



Gambar 4. 10 Integrasi Puncak pada Sampel E

Gambar 4.6 sampai dengan 4.10 menunjukkan integrasi puncak dari masing masing sampel. Masing-masing integrasi menunjukkan jumlah relatif Sn dan menghitung luasan area di bawah puncak. Pada tabel 4.1 pada sampel A memiliki persentase DMT:MMT yang ditunjukkan oleh garis integrator dengan persentase 19,20% dan 77,6 % sehingga apabila dibuat suatu perbandingan adalah 1: 4,04. Pada sampel B memiliki persentase 20,70% dan 76,9 % sehingga apabila dibuat suatu perbandingan adalah 1:3,71. Kemudian pada sampel C memiliki persentase 20,35% dan 79,65% sehingga perbandingannya adalah 1: 3,91. Selanjutnya pada sampel D memiliki persentase 23,34% dan 76,66 % sehingga apabila dibuat suatu perbandingan adalah 1: 3,28. Pada sampel E memiliki persentase 19,5% dan 78,5 % sehingga apabila dibuat suatu perbandingan adalah 1:4,02. Stabilisator timah yang bagus memiliki kandungan DMT yang besar dan MMT yang kecil dengan perbandingan $\pm 1 : 3,9$ % yaitu pada sampel C.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

- a. Hasil analisis stabilisator timah menggunakan NMR menunjukkan bahwa stabilisator timah pada sampel C dan D mengandung TMT kurang dari 0,1% sehingga memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus sedangkan A, B, dan E mengandung TMT lebih dari 0,1% sehingga tidak memenuhi persyaratan sebagai stabilisator timah yang berkualitas bagus.

- b. Hasil analisis stabilisator timah didapatkan prosentase kandungan MMT, DMT dan TMT , yang menunjukkan stabilisator dengan kualitas paling bagus adalah pada sampel C yang berarti semakin besar penambahan 2-EHTG akan menghasilkan stabilisator timah dengan kualitas yang semakin bagus.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya diharapkan perlu adanya variasi konsentrasi 2-EHTG yang lebih banyak agar didapatkan data yang lebih valid serta hasil yang lebih akurat.

"halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Allendorf MD, Hitchman ML. 2000. Proceedings of the Fifteenth International Symposium on Chemical Vapor Deposition. The Electrochemical Society, California.
- Arnett E, Emmet B, 1995. Prudent Practice in the Laboratory. National Academy Press, Washington.
- Bruker, 2015. Magnetic Resonance NMR DNP-NMR.
- Edwards J.1998."Principles of NMR". New York:Chapman and Hall,.
- [Http://chem.sci.ubu.ac.th/](http://chem.sci.ubu.ac.th/)
- [Http://chem4823.usask.ca/shimming.html](http://chem4823.usask.ca/shimming.html)
- [Http://bruker.com/](http://bruker.com/)
- [Http://NMR.chem.uiowa.edu/](http://NMR.chem.uiowa.edu/)
- [Http://www.acornNMR.com/sam/shimintro.htm](http://www.acornNMR.com/sam/shimintro.htm)
- Horale P.2006.kimia.jakarta:yudhistira
- Kartawiguna D, 2015. Tomografi Resonansi Magnetik Inti.Graha Ilmu, Jakarta.
- Liang B, Tamm L, 2018. Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. Center for Membrane and Cell Physiology and Department of Molecular Physiology and Biological Physics, University of Virginia School of Medicine, Charlottesville, VA 22908, U.S.A.
- Maulana Y .2016.Dasar-Dasar Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Data Spektrum ^1H & ^{13}C NMR.Bandung:Laboratorium Spektroskopi Massa dan NMR FMIPA,ITB
- Mlynarik V. 2016. "Introduction to nuclear magnetic resonance." High Field MR Centre, Department of Biomedical Imaging and Image- Guided Therapy, Medical University of Vienna, 1090 Vienna, Austria 4–9M. M. Abell."mikes method for magnet shimming".
- Oxtoby D.2012.Principle of Modern Chemistry7th Edition.USA:Cengage Learning.
- Harris RK, dkk. 1978. NMR and the periodic table, edited by R. K. Harris and B. E. Mann. Academic press, new york .
- Sastrohamidjojo H. 2013.Dasar-Dasar Spektroskopi. Yogyakarta:gajah mada university press. Hal 146-150

- Claridge T. 1999."High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry". Pergamon press,pages 87-94.
- Varian. 2003 . "vNMRj liquids NMR user guide". Varian inc.. Section 3.9.
- Wrackmeyer, B. 1985. ^{119}Sn -NMR Parameters. Academic Press, London.
- Yoeniwati Y. 2012. Pencitraan pada Tumor Otak Modalitas dan Interpretasinya. Malang: UB Press.

BIODATA PENULIS



Anny Bulan Purnama yang biasa dipanggil Anny merupakan penulis tugas akhir ini. Penulis merupakan kelahiran Tuban, 23 september 1995 . Merupakan anak kedua dari dua bersaudara dan berdomisili di surabaya. Penulis memulai pendidikannya di TK Dewi Sartika, SDN Jarorejo 1 , kemudian penulis melanjutkan di SMPN 1 KEREK. Pendidikan menengah atas dilanjutkan di SMAN 2 Tuban. Selain dibidang akademik penulis juga aktif dalam kegiatan non akademik yang dilaksanakan di internal kampus dan eksternal kampus. Organisasi internal kampus yang penulis ikuti meliputi himpunan mahasiswa fisika ITS (HIMASIKA ITS), Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS (BEM FMIPA ITS). Sedangkan organisasi eksternal kampus yang penulis ikuti adalah Forum Mahasiswa Ronggolawe Tuban (RUMAH ROTAN). Selain itu banyak kepanitiaan yang diikuti selama kuliah di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Diharapkan dengan ditulisnya penelitian ini dapat bermanfaat untuk para mahasiswa ITS serta PT Timah Industri. Untuk kritik, saran, maupun pertanyaan dapat dikirimkan melalui email annybulan2@gmail.com.