PENGARUH PENAMBAHAN *PLASTICIZER* PADA KESTABILAN SENYAWA *STANNOUS SULFATE*

TUGAS AKHIR SKRIPSI

Ditujukan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains





Disusun Oleh:

DESTA FAJRI DWI PURNOMO

16306144007

PROGRAM STUDI FISIKA JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

2020

PENGARUH PENAMBAHAN *PLASTICIZER* PADA KESTABILAN SENYAWA *STANNOUS SULFATE*

TUGAS AKHIR SKRIPSI

Ditujukan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta

untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Disusun Oleh:

DESTA FAJRI DWI PURNOMO

16306144007

PROGRAM STUDI FISIKA JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

2020

LEMBAR PERSETUJUAN

Tugas Akhir Skripsi dengan judul:

PENGARUH PENAMBAHAN *PLASTICIZER*PADA KESTABILAN SENYAWA *STANNOUS SULFATE*

Disusun oleh:

Desta Fajri Dwi Purnomo

NIM. 16306144007

Telah memenuhi syarat dan telah disetujui oleh Dosen Pembimbing

Untuk dilaksanakan Ujian Akhir Tugas Skripsi

bagi yang bersangkutan

Yogyakarta, 06 Februari 2020

Disetujui,

Pembimbing I

Wasar Sunu Brams Dwandaru, Msc., Ph.D

NIP. 198001292005011003

Pembimbing II

Dr. Wahyu Bambang Widayatno

NIP. 198209162006041002

Mengetahui,

Ketua Program Studi

Dr. Warsono, S.Pd., M.Si.

NIP. 196811011999031002

HALAMAN PENGESAHAN

Tugas Akhir Skripsi

PENGARUH PENAMBAHAN *PLASTICIZER* PADA KESTABILAN SENYAWA *STANNOUS SULFATE*

Disusun oleh Desta Fajri Dwi Purnomo NIM. 16306144007

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Tugas Akhir Skripsi Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Yogyakarta Pada tanggal 13 Februari 2020

TIM PENGUJI

Nama/Jabatan W.S. Brams D., M.Sc., Ph.D.

Ketua Penguji

Suparno, Ph.D.

Penguji I

Dr. Wahyu Bambang Widayatno

Penguji II

Tanda Tangan

Tanggal

20/2 2020

w/ ww

26/2 2020

Fakulas Waternafrika dan Ilmu Pengetahuan Alam

word wan, M.Si., DEA NIP. 195909141988031003 **SURAT PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Desta Fajri Dwi Purnomo

NIM : 16306144007

Program : Fisika

Judul TAS : Pengaruh Penambahan *Plasticizer* Pada Kestabilan

Senyawa Stannous Sulfate

Menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang telah lazim.

Yogyakarta, 04 Februari 2020

Yang menyatakan,

Desta Fajri Dwi Purnomo

NIM. 16306144007

MOTTO

"Be nice to everyone, always smile and appreciate things because it could be gone tomorrow"

(Ed Sheeran)

"Try not to become a person of success, but rather try to become a person of value"

(Albert Einstein)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Tugas Akhir Skirpsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya yang telah menyisihkan gaji bulanannya untuk biaya kuliah saya.

PENGARUH PENAMBAHAN *PLASTICIZER* PADA KESTABILAN SENYAWA *STANNOUS SULFATE*

Oleh: Desta Fajri Dwi Purnomo 16306144007

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk (1) menghasilkan senyawa SnSO₄ dari SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄, (2) mengetahui karakterisasi SnSO₄ dari reaksi SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄, dan (3) mengetahui pengaruh pemberian plasticizer terhadap kestabilan senyawa SnSO₄. Penelitian ini menghasilkan empat sampel SnSO₄ dengan variasi jenis plasticizer vaitu: PEG-6000, PEG-4000, Sorbitol, dan non plasticizer menggunakan teknik pengadukan selama 1 jam dengan kecepatan 300 rpm. Variasi jenis *plasticizer* diberikan dengan melarutkan *plasticizer* sebanyak 1gr ke dalam 10 ml aqua dm. Selanjutnya, larutan plasticizer ditambahkan sebanyak 1 ml ke dalam larutan SnSO₄ sebelum pengadukan. Hasil karakterisasi mikroskop optik menunjukkan terbentuknya kristal pada sampel SnSO₄ dengan penambahan PEG-6000 dan PEG-4000, sedangakn untuk non plasticizer dan penambahan sorbitol masih belum terbentuk kristal. Hasil analisis termal menggunakan DTA menghasilkan puncak endotermik pada suhu 300 °C pada keempat sampel SnSO₄. Hasil karakterisasi FTIR dilakukan pada sampel SnSO₄ sebelum kalasinasi dan setelah kalsinasi. Hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya ikatan sulphate group pada puncak ~1181 cm⁻¹ serta adanya ikatan N-H pada puncak ~1400 cm⁻¹ untuk sampel sebelum kalsinasi. Sedangkan untuk sampel setelah kalsinasi tidak terlihat adanya puncak ikatan N-H. Berdasarkan hasil karakterisasi tersebut dapat disimpulkan bahwa SnSO₄ dari reaksi SnCl₂+(NH₄)₂SO₄ berhasil disintesis. Pengaruh penambahan plasticizer pada proses reaksi pengadukan mampu mempermudah reaksi pengkristalan SnSO₄ serta mengontrol kadar air dari SnSO₄.

Kata kunci: Plasticizer, Stannous Sulfate, SnSO₄.

THE EFFECT OF ADDITION PLASTICIZER IN THE STABILITY OF STANNOUS SULFATE COMPOUND

By: Desta Fajri Dwi Purnomo 16306144007

ABSTRACT

This research aims to (1) produce SnSO₄ compounds from Sncl₂ and (NH₄)₂SO₄, (2) know the characterization of SnSO₄ of the reaction SnCl₂ and (NH₄)₂SO₄, and (3) Knowing the influence of *plasticizer* Administration Stability of the SnSO₄ compound. This study resulted in four SnSO₄ samples with a variation of the plasticizer type: PEG-6000, PEG-4000, sorbitol, and non plasticizer using stirring techniques for 1 hour with a speed of 300rpm. Variations of the *plasticizer* type are administered by dissolving the *plasticizer* as much as 1gr into 10 ml of aqua DM. Furthermore, the Plasticizer solution is added as much as 1 ml into the SnSO₄ solution before stirring. The results of optical microscope characterization indicate the formation of crystals on a SnSO₄ sample with the addition of PEG-6000 and PEG-4000, While for non plasticizer and the addition of Sorbitol is still not formed Crystals. Thermal Analysis results using DTA, resulting an endotermic Peak at 300°C at all four SnSO₄ samples. FTIR characterization results are performed on the SnSO₄ samples before calcination and after calcination. The result of FT-IR characterization indicates the presence of sulphate group at the peak of ~ 1181 cm⁻¹ as well as the presence of N-H bonds at ~ 1400 cm⁻¹ for pre-calcination samples. As for samples after calcination, there is no noticeable peak of N-H bonds. Based on the results of such characterization can be concluded that SnSO₄ from the reaction of SnCl₂+(NH₄)₂SO₄ successfully synthesized. The effect of adding *plasticizer* to the stirring reaction process is able to facilitate The crystalization reaction of SnSO₄ and control the moisture content of SnSO₄.

Keywords: Plasticizer, Stannous Sulfate, SnSO₄.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir Skripsi (TAS) dengan lancar. TAS yang berjudul "Pengaruh Penambahan Plasticizer Pada Kestabilan Senyawa Stannous Sulfate" dibuat sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi pada Program Studi Fisika di Universitas Negeri Yogyakarta.

Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada berbagai pihak yang telah membersamai dan mendukung dalam pelaksanaan penelitian dan penulisan TAS ini. Ucapan terima kasih ini penulis berikan kepada:

- Dr. Ariswan, M.Si., DEA, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) yang telah memberikan persetujuan pelaksanaan TAS.
- Dr. Warsono selaku Kepala Jurusan Pendidikan Fisika yang telah memberikan arahan serta kelancaran administrasi dalam pelaksanaan TAS.
- Dr. Wahyu Bambang Widayatno, Dr. Agus Sukarto, Charis Chairul T.,
 S.T. selaku pembimbing penelitian selama di P2F LIPI-Serpong,
 merupakan suatu kebanggan bagi penulis dapat dibimbing oleh grup
 peneliti terbaik LIPI 2019.

- 4. Wipsar Sunu Brams Dwandaru, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing TAS yang telah memberikan bimbingan, petunjuk dan arahan sehingga TAS ini dapat diselesaikan.
- 5. Rita Prasetyowati, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan arahan dan motivasi.
- 6. Suparno, Ph.D. selaku penguji utama yang telah banyak memberi masukan terkait potensi pemanfaatan serta aplikasi penelitian ini.
- 7. Rodra Family, selaku orang yang telah memberikan fasilitas selama penulis melakukan penelitian.
- 8. Anak-anak Kopi Susu Bu Lurah Setia Budi yang telah memberikan fasilitas dalam melakukan penulisan skripsi.
- 9. Mas *Cashmadi* dan mas Guntur, selaku rekan yang telah membantu selama penulis melakukan penelitian di LIPI.
- 10. Synta Kusuma Wardani selaku orang yang telah memberikan dukungan secara moral selama pengerjaan TAS.
- 11. Mas Haris selaku Laboran Laboraturium Fisika yang telah memberikan fasilitas baik alat maupun ruangan.
- 12. Arum, Ian, dan Fenty orang yang telah banyak membantu dalam menyusun penulisan skripsi.
- 13. Teman-teman Fisika E 2016 yang saling mendukung dan memberi semangat dalam pengerjaan TAS.
- 14. Grup GGS yang saling mendukung dan memberikan doa dalam pengerjaan TAS.

15. Semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak

langsung dalam pengerjaan TAS ini yang tidak dapat disebutkan satu

per satu.

Penulis menyadari bahwa dalam pengerjaan penelitian maupun penulisan

TAS ini masih banyak kekurangan sehingga penulis berharap untuk kritik, saran,

serta masukannya. Semoga TAS ini bermanfaat bagi para pembacanya.

Yogyakarta, 04 Februari 2020

Yang menyatakan,

Desta Fajri Dwi Purnomo

NIM. 16306144007

DAFTAR ISI

		Halamar
HAL	AMAN JUDUL	j
LEM	IBAR PERSETUJUAN	ii
HAL	AMAN PENGESAHAN	ii
SUR	AT PERNYATAAN	iv
MOT	ГТО	v
HAL	AMAN PERSEMBAHAN	v i
KAT	A PENGANTAR	ix
DAF	TAR ISI	xi i
DAF	TAR GAMBAR	xiv
DAF	TAR TABEL	xv
DAF	TAR LAMPIRAN	xv i
BAB	I	1
PEN	DAHULUAN	1
A.	Latar Belakang	1
B.	Identifikasi Masalah	4
C.	Batasan Masalah	4
D.	Rumusan Masalah	5
E.	Tujuan Penelitian	5
F.	Manfaat Penelitian	<i>6</i>
BAB	· II	7
KAJ	IAN PUSTAKA	7
A.	Sumber Daya Alam di Indonesia	7
B.	Timah	8
C.	Stannous Sulfate	9
D.	Plasticizer	10
E.	Differential Thermal Analysis (DTA)	11
F.	Fourier Transformation Infra Red (FT-IR)	13
G.	Mikroskop Optik	14
Н	Kerangka Bernikir	15

BAB	III	17
MET	ODE PENELITIAN	17
A.	Jenis dan Desain Penelitian	17
B.	Tempat dan Waktu Penelitian	18
C.	Variabel Penelitian	18
Var	riabel yang diteliti pada penelitian ini adalah	18
D.	Instrumen dan Teknik Pengumpulan Data	19
E.	Pengolahan dan analisis data	22
BAB	IV	24
HASI	IL DAN PEMBAHASAN	24
Kai	rakterisasi SnSO4	25
1	Pengujian Mikroskop Optik	25
2	. Analisis Termal menggunakan DTA	26
3	. Pengujian Menggunakan Spektrofotometer FTIR	30
BAB	V	34
PENU	UTUP	34
A.	Kesimpulan	34
B.	Saran	35
DAF	ΓAR PUSTAKA	36
LAM	PIRAN	39

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Peta Persebaran Sumber Daya Alam di Indonesia	7
Gambar 2.2 Penggunaan DTA dalam menentukan diagram fasa	12
Gambar 2.3 Mikroskop Digital	14
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian	17
Gambar 4.1 Hasil Sintesis SnSO ₄	24
Gambar 4.2 Hasil Karakterisasi Mikroskop Digital	25
Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi DTA	27
Gambar 4.4 Proses kalsinasi SnSO ₄ +PEG-6000	29
Gambar 4.5 Proses Kalsinasi SnSO ₄ non plasticizer	29
Gambar 4.6 Grafik perbandingan hasil karakterisasi FT-IR	31

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat SnSO ₄	9
Tabel 2.2 Perbandingan berat molekul Plasticizer	11

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO ₄ +PEG-6000	39
Lampiran 2. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO ₄ +PEG-6000 kalsinasi	40
Lampiran 3. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO ₄ Komersial	41
Lampiran 4. Alat dan Bahan	42

BABI

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia sebagai salah satu negara yang kaya akan sumber daya alam, termasuk sumber daya mineral logam mendorong bangsa Indonesia untuk dapat memanfaatkan sumber daya alam tersebut secara efisien. Dalam pemanfaatan serta pengolahannya dibutuhkan berbagai metode dan teknologi sehingga dapat diperoleh hasil yang optimal. Pengembangan metode serta teknologi untuk mendapatkan keuntungan yang besar, biaya produksi yang seminim mungkin serta ramah lingkungan sedang gencar dikembangkan. Pengolahan timah menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat tidak lepas dari peran reaksi kimia fisika. Pencucian maupun pemisahan pada timah merupakan bagian dari proses yang melibatkan reaksi-reaksi kimia fisika. Oleh karena itu, proses pemurnian timah untuk memperoleh hasil yang ekonomis perlu dikaji dan dipelajari dari segi kimia dan fisika. **BPPP** Berdasarkan laporan dari **KEMENDAG** (2016),timah merupakan logam dasar terkecil yang diproduksi yaitu kurang dari 300.000 ton per tahun, dibandingkan dengan produksi aluminium sebesar 20 juta ton per tahun. Timah digunakan dengan berbagai cara di pabrik solder dan pabrik kimia; mulai dari baju anti api, sampai dengan pembuatan stabiliser PVC, pestisida, dan pengawet kayu. Selain itu, timah juga digunakan untuk kemasan bersaing dengan aluminium, namun pasar

kemasan cukup besar bagi keduanya dengan masing-masing keunggulannya. Kaleng lapis timah lebih kuat dari kaleng aluminium sehingga menjadi keunggulan bagi produk makanan kaleng.

Salah satu produk samping dari pengolahan timah yang sedang dikembangkan saat ini adalah timah(II) sulfat. Pengembangan timah(II) sulfat oleh PT. Timah Tbk masih belum mendapatkan metode serta teknologi yang tepat untuk mengolah bahan tersebut menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi yang lebih tinggi.

Timah(II) Sulfat dengan rumus kimia SnSO₄ serta memiliki nama lain Stannous Sulfat adalah senyawa turunan timah berwujud padatan putih. Timah(II) Sulfat sendiri banyak digunakan sebagai campuran dalam pembuatan produk tertentu. Saat ini pasar penggunaan Stannous Sulfate semakin luas dan telah berkembang selama 15 tahun terakhir. Color anodizing aluminum untuk aplikasi arsitektur atau otomotif telah menjadi pasar utama untuk Stannous Sulfate. Berdasarkan pemaparan dari Mason Corporation hampir setengah dari Stannous Sulfate yang dikonsumsi di Amerika Serikat digunakan sebagai anodisasi warna (https://tinchemical.com/). Selain digunakan sebagai anodisasi warna, Stannous Sulfate juga banyak digunakan sebagai elektroplating dalam pembuatan PCB. Alasan penggunaan Stannous Sulfate dalam proses electroplating PCB karena mampu memberikan banyak keunggulan, diantaranya kemampuan solder yang baik, kontrol pelapisan yang mudah, ketahanan terhadap korosi dan *metal-resist properties* (Khandpur, 2005).

Salah satu masalah dalam produksi Timah(II) Sulfat adalah sifat *hygroskopis*-nya. Ketika senyawa tersebut berada pada udara bebas, Timah(II) Sulfat akan menyerap kadar air dari udara bebas sehingga dalam jangka waktu tertentu menjadikan timah(II) sulfat tersebut larut (Mathers, 1931). Salah satu cara pembuatan Timah(II) Sulfat adalah dengan jalur reaksi dari SnCl₂ (Dolandson,1960). Pembuatan SnSO₄ melalui jalur tersebut sebelumnya pernah dilakukan dengan mereaksikan SnCl₂ dengan (NH₂)₄SO₄ pada suhu rendah yang digunakan sebagai bahan campuran pembuatan nanokomposit (Rahore et al., 2017).

Salah satu cara untuk mengontrol kadar air dalam suatu material adalah dengan memberi zat aditif atau tambahan. Salah satunya dengan memberikan *plasticizer* yang merupakan bahan aditif yang mampu menambah fleksibilitas serta ketahanan suatu material. *Plasticizer* apabila ditambahkan ke dalam materi lain dapat mengubah sifat fisik atau sifat mekanik bahan tersebut (Krochta et al., 1994). Salah satu contohnya adalah penelitian tentang penambahan *plasticizer* untuk mengontrol kandungan air serta sifat fisik pada *edible film* kolangkaling (Sitompul et al., 2017). Dalam penelitian tersebut, berat molekul serta konsentrasi *plasticizer* mempengaruhi kestabilan dari *edible film* kolangkaling.

Dalam penelitian ini akan digunakan teknik pengadukan dalam pembuatan senyawa SnSO₄ dengan ditambahkan beberapa jenis *plasticizer* dengan massa yang sama untuk menghilangkan atau mengurangi sifat

hygroskopis dari sintesis SnSO₄. Jenis-jenis plasticizer yang digunakan dalam penelitian adalah PEG-6000, PEG-4000, dan Sorbitol.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka terdapat beberapa permasalahan yang dapat diidentifikasi sebagai berikut:

- Perlunya pengkajian proses pemurnian timah untuk memperoleh hasil yang ekonomis dari segi kimia dan fisika.
- 2. Pengembangan timah(II) sulfat oleh PT. Timah Tbk masih belum mendapatkan metode serta teknologi yang tepat untuk mengolah bahan tersebut menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi yang tinggi.
- 3. Sintesis SnSO₄ berbahan dasar SnCl₂+(NH₄)₂SO₄ perlu dikaji sebagai alternatif pembuatan SnSO₄.
- 4. Belum banyaknya penelitian tentang sintesis SnSO₄.
- 5. Sejauh ini senyawa SnSO₄ yang dihasilkan belum stabil, dimana SnSO₄ akan mudah menyerap uap air dalam udara bebas yang menyebabkannya menjadi berair. Oleh karena itu, perlu dikaji penambahan *plasticizer* sebagai penstabil senyawa SnSO₄.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah berdasarkan identifikasi masalah di atas adalah

 Plasticizer merupakan bahan aditif yang mampu menambah fleksibilitas serta ketahanan suatu material. Jenis plasticizer yang banyak digunakan adalah PEG-400, PEG-4000, PEG-6000, glycerol, dan sorbitol.

- 2. Bahan utama yang digunakan adalah SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄ serta jenis plasticizer yang digunakan adalah sorbitol, PEG-4000, dan PEG-6000.
- Kestabilan dari SnSO₄ dalam penelitian ini adalah kemampuan SnSO₄ dalam mengontrol kadar air, sehingga material tersebut tidak mudah terlarut dalam keadaan udara bebas.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan identifikasi dan batasan masalah tersebut, dapat diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

- 1. Bagaimana hasil SnSO₄ dari SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄?
- 2. Bagaimana karakterisasi SnSO₄ berdasarkan mikriskop optik, DTA, dan spektrometer FTIR?
- 3. Bagaimana pengaruh pemberian *plasticizer* terhadap kestabilan senyawa SnSO₄?

E. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas dapat diperoleh tujuan penelitian sebagai berikut:

- 1. Menghasilkan senyawa SnSO₄ dari reaksi SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄.
- 2. Mengetahui karakteristik senyawa SnSO₄ menggunakan mikroskop optik, DTA, dan spektrometer FTIR.

3. Mengetahui pengaruh pemberian *plasticizer* terhadap kestabilan senyawa SnSO₄.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah

1. Bagi mahasiswa

- a. Mendapatkan informasi mengenai sintesis senyawa $SnSO_4$ dari reaksi $SnCl_2$ dan $(NH_4)_2SO_4$.
- b. Mendapatkan informasi mengenai karakteristik senyawa $SnSO_4$ dari reaksi $SnCl_2$ dan $(NH_4)_2SO_4$.
- Sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya mengenai senyawa
 SnSO₄ dari reaksi SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄.

2. Bagi industri

Sebagai referensi untuk industri PT Timah Tbk dalam mengembangkan produksi SnSO₄.

3. Bagi masyarakat

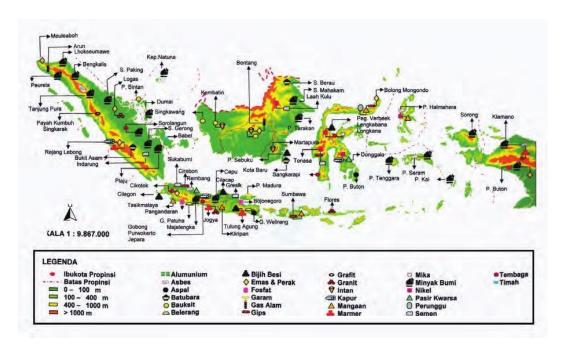
- a. Memberikan informasi mengenai *trend* penelitian timah yang sedang berkembang.
- b. Menjadi referensi tentang sintesis salah satu senyawa turunan *tin chemical*.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Sumber Daya Alam di Indonesia

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam dan mineral, hal tersebut menuntut Indonesia mampu mengelolanya secara efisien dan efektif. Beberapa daerah di Indonesia terkenal dengan hasil sumber daya alamnya, baik itu perkebunan, pertambangan, maupun pertanian. Gambar 2.1 merupakan peta persebaran sumber daya alam di Indonesia.



Gambar 2.1 Peta Persebaran Sumber Daya Alam di Indonesia(Sumber : Katalog Dalam Terbitan, 2016)

Dalam pengelolaan sumber daya alam yang dimiliki, Indonesia tak lepas dari campur tangan antara ilmuwan, pemerintah, masyarakat dan industri. Peran ilmuwan dalam perumusan metode tak lepas dari campur tangan pemerintah dan industri dalam mendanai riset. Peran serta publik dalam melakukan pendataan sebuah penelitian yang berbasis ilmiah atau disebut *citizen science* (Herdwita, 2019), dimana masyarakat umum dapat berkolaborasi dengan ilmuwan-ilmuwan profesional dalam menganalisis, mengumpulkan, dll yang nantinya akan berguna untuk menambah pemahaman dalam pengelolaan sumber daya yang ada.

Perkembangan komunikasi ilmiah dalam beberapa waktu ini menunjukkan peningkatan peran aktif citizen science. Salah satu faktor yang membuat hal itu terjadi adalah kemajuan teknologi yang membuat semua orang dapat dengan mudah mendapatkan data dan membagikannya. Peningkatan penggunaan teknologi yang semakin pesat dapat memungkinkan pertukaran informasi antara ilmuwan dengan non-ilmuwan. Peranan teknologi juga berguna untuk mengelola sumber daya alam secara berkelanjutan. Pengumpulan data dalam hal ini dapat dilakukan dengan menggunakan studi pustaka dan dikaji secara objektif, sistematik, dan kuantitatif untuk mendapatkan kesimpulan yang tepat.

B. Timah

Timah atau stannum (Sn) merupakan logam berwarna putih keperakan yang dapat ditempa pada suhu biasa, tetapi pada suhu rendah menjadi getas karena berubah menjadi suatu modifikasi alotropi yang berlainan. Logam ini dapat larut dengan lambat dalam HCl encer dan

H₂SO₄ encer dengan membentuk garam-garam timah(II). Asam nitrat encer melarutkan timah dengan lambat tanpa pelepasan gas apapun, dan terbentuk ion-ion timah(II) dan amonium:

$$4Sn + 10 H^{+} + NO_{3}^{-} \rightarrow 4Sn^{2+} + NH_{4}^{+} + 3H_{2}O$$
 (1)

Timah dengan asam nitrat pekat terjadi reaksi yang keras dan menghasilkan zat padat putih, biasanya dirumuskan sebagai timah(IV) oksida terhidrasi SnO_{2.}xH₂O atau asam metastanat.

$$3 \operatorname{Sn} + 4 \operatorname{HNO}_3 + (x-2) \operatorname{H}_2 O \rightarrow 4 \operatorname{NO} \uparrow + 3 \operatorname{SnO}_2 x \operatorname{H}_2 O \downarrow$$
 (2)

Dalam asam sulfat pekat panas, ion timah(IV) terbentuk sewaktu pelarutan. Air dengan mudah melarutkan timah dan terbentuk ion timah(IV) atau stani. Timah dapat membentuk bivalen dan tetravalen dalam senyawa-senyawanya.

C. Stannous Sulfate

Stannous Sulfate atau timah(II) sulfat memiliki rumus kimia SnSO₄. Senyawa ini merupakan salah satu senyawa turunan timah berwujud garam putih dan memiliki sifat seperti Tabel di bawah ini.

Tabel 2.1: Sifat-Sifat SnSO₄

No.	Sifat	
1	Titik lebur	360 °C
2	Massa jenis	$4,15 \text{ g/cm}^3$
3	Suhu penyimpanan	0-6 °C
4	Wujud (fase)	Padatan
5	Warna	Putih
6	рН	1,6(50g/l, H ₂ O, 20 °C)
7	Kelarutan dalam air	330 g/L(20 °C)

(sumber: https://www.chemicalbook.com/)

Dalam keadaan padat ion sulfat dihubungkan bersama oleh ikatan O-Sn-O. Atom timah memiliki tiga atom oksigen yang tersusun secara piramida dengan tiga sudut ikatan O-Sn-O yaitu 79°, 77,1° dan 77,1°.

SnSO₄ dapat dicampur dengan gipsum untuk membuat *retarder* dalam penggilingan semen portal dan semen hidrolik campuran yang dapat meningkatkan kualitas semen, mortar, dan beton. SnSO₄ juga dapat digunakan sebagai zat pereduksi selama penentuan merkuri, kobalt, dan nikel melalui spektrofotometri serapan atom. Lebih jauh, SnSO₄ dapat digunakan sebagai aditif elektrolit untuk ditambahkan ke baterai (Wang et al., 2015). Hal tersebut memiliki efek positif untuk menahan partikel yang lebih besar dari sulfasi ireversibel dalam siklus pengisian-baterai pada saat pengujian baterai.

D. Plasticizer

Plasticizer merupakan bahan tambahan atau aditif yang dapat meningkatkan fleksibiltas dan ketahanan dari suatu material. Plasticizer digunakan tiap tahun dalam jumlah banyak untuk memproduksi plastik, bahan pelapis atau coating, film, dan filamen untuk aplikasi di berbagai industri, seperti otomotif, kesehatan, dan barang konsumsi lainnya. Hampir 90% plasticizer digunakan untuk polyvinyl chloride (PVC), dimana penggunaan bahan plasticizer dapat menambah ketahanan dan kekentalan dari PVC sehingga membuat PVC lebih mudah untuk dibentuk atau dimanipulasi. Berbagai jenis plasticizer dapat dilihat pada Tabel 2.2.

No	Jenis	Berat
NO	Plasticizer	Molekul(g/mol)
1	PEG 6000	6000
2	PEG 4000	4000
3	PEG 400	400
4	Sorbitol	182
5	Gliserol	92

Tabel 2.2 Perbandingan berat molekul *plasticizer*

Terdapat berbagai jenis *plasticizer* yang sering digunakan sebagai campuran. Diantaranya PEG-6000, PEG-4000, sorbitol, gliserol, dan lain sebagainya. Perbedaan berat molekul serta konsentrasi dari setiap jenis *plasticizer* mempengaruhi sifat mekanis dan fisika dari larutan. Penambahan *plasticizer* pada konsentrasi serta berat molekul tertentu mampu mempengaruhi ketahan serta daya serap terhadap air.

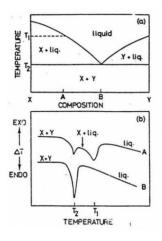
Selain mempengaruhi daya serap air, penambahan *plasticizer* PEG mampu mempengaruhi luas permukaan serta pori dari karbon aktif (Nurdiana et al., 2016). Semakin tinggi konsentrasi PEG semakin kecil ukuran pori dari karbon aktif.

E. Differential Thermal Analysis (DTA)

DTA merupakan suatu teknik pengukuran perbedaan suhu antara sampel dengan *reference* (material yang bersifat inert secara thermal) sebagai fungsi waktu atau suhu. Data yang dihasilkan berupa kurva suhu sampel terhadap waktu atau suhu dan kurva suhu *reference* terhadap waktu atau suhu.

Keberadaan DTA dapat digunakan sebagai alat karakterisasi atau analisa material. Pada suatu sampel yang identitasnya tidak diketahui maka penggunakan DTA tidak akan banyak membantu pada identifikasinya. Namun DTA dapat menjadi berguna pada pembandingan sekelompok material tertentu, misalnya mineral kaolin.

Selain DTA dikenal pula TGA. Biasanya DTA dan TGA berada pada alat yang sama. TGA dapat digunakan untuk menentukan ketidakmurnian dengan membandingkan hilangnya massa pada dekomposisi senyawa tertentu dan dekomposisi yang diharapkan berlangsung pada senyawa murni secara teoritis.



Gambar 2.2 Penggunaan DTA pada penentuan diagram fasa untuk (a) sistem eutektik biner sederhana; (b) dua komposisi A dan B pada pemanasan DTA

DTA merupakan metode yang memadai pada penentuan diagram fasa terutama apabila digabungkan dengan teknik lain, seperti XRD untuk identifikasi fasa kristalin yang muncul. Kegunaannya diilustrasikan pada Gambar 2.1 bagi dua komposisi sistem eutektik biner sederhana. Pada

komposisi pemanansan A, pelelehan mulai terjadi pada suhu eutektik, T2, dan menghasilkan puncak endotermik. Namun, puncak ini disuperposisi oleh puncak endotermik lainnya yang lebih luas dan berakhir pada suhu sekitar T1. Hal ini diakibatkan pelelehan yang kontinu yang muncul pada rentang suhu T2 hingga T1. Pada komposisi ini, penentuan suhu fasa padat, T2, dan fasa cair, T1, dapat dilakukan. Komposisi B menunjukkan komposisi eutektik. Pada pemanasan, komposisi ini bertransformasi seluruhnya ke fasa cair pada suhu eutektik, T2, dan pada kurva DTA dihasilkan puncak endoterm yang tunggal dan besar pada T2 (Agus, 2012).

F. Fourier Transformation Infra Red (FT-IR)

FT-IR merupakan salah satu karakterisasi untuk melihat gugus fungsi dari suatu material (Kristiayningrum, 2016). Ketika sinar inframerah melewati suatu senyawa, maka akan ada sejumlah frekuensi yang diserap dan ada yang diteruskan maupun ditransmisikan.

Serapan cahaya tergantung pada struktur elektronik dari senyawa tersebut. Setiap jenis ikatan dalam senyawa memiliki frekuensi yang berbeda-beda. Hal ini berhubungan dengan kemampuan suatu senyawa menyerap energi dari sinar inframerah yang diberikan. Terdapat dua jenis getaran yang dapat dikarakterisasi yaitu getaran ulur (*streatching vibration*) dan getaran tekuk (*bending vibration*). Energi ulur suatu ikatan dilaporkan lebih besar dibandingkan dengan energi tekuk, sehingga serapan ulur suatu ikatan muncul pada frekuensi lebih tinggi dibandingkan

dengan serapan tekuk. Molekul tertentu akan menyerap energi foton pada spektrum tertentu (Theophanides, 2012). Sehingga FT-IR dapat digunakan untuk mengidentifikasi ikatan kimia dari suatu senyawa.

G. Mikroskop Optik

3D-OM atau mikroskop optik digital umumnya merupakan mikroskop optik biasa yang dilengkapi dengan kamera digital. Mikroskop digital merupakan variasi dari mikroskop optik yang menggunakan kamera ke output berbentuk gambar digital yang dapat disambungkan ke perangkat multimedia (http://repository.usu.ac.id/bitstream/handle).



Gambar 2.3 mikroskop digital (sumber : https://www.keyence.co.id/)

Sistem pencitraan mikroskop digital terdiri dari tiga bagian utama, yaitu sistem mekanik, sistem elektronik, dan kamera sebagai sensor. Sistem mekanik mikroskop berfungsi menggerakan penggerak kasar dan halus pada mikroskop untuk mendapatkan titik fokus. Kamera digital

berfungsi menggantikan mata untuk akuisisi citra sampel yang dapat disimpan dalam bentuk data digital. Fungsi mikroskop adalah memperoleh citra yang besar dari obyek yang sangat kecil (orde mikro). Secara umum, komponen utama mikroskop optik terdiri dari lensa obyektif dan lensa okuler. Lensa obyektif berfungsi membentuk bayangan nyata obyek yang diamati. Bayangan nyata tersebut kemudian jatuh di depan lensa okuler yang jaraknya lebih kecil dari fokus lensa okuler sehingga terbentuk bayangan maya.

H. Kerangka Berpikir

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui pengaruh plasticizer terhadap sifat fisik SnSO₄ dengan pengaruh variasi jenis plasticizer. Proses sintesis SnSO₄ dilakukan dengan cara pengadukan menggunakan magnetic stirrer. Setelah dilakukan proses pengadukan, larutan kemudian di dekantasi serta dilakukan pencucian dengan air untuk menghilangkan ion pengotor dari SnSO₄. Setelah didekantasi dan dicuci, sampel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50 °C selama 7200 menit.

Karakterisasi SnSO₄ dilakukan menggunakan DTA, FT-IR, dan mikroskop optik. Padatan SnSO₄ yang telah dikeringkan dengan oven diuji menggunakan mikroskop optik untuk melihat bentuk kristalnya lalu dilakukan analisis thermal dengan menggunakan DTA untuk menentukan

suhu kalsinasi. Setelah itu dilakukan uji FT-IR pada sampel untuk melihat ikatan senyawa yang terkadung dari SnSO₄.

BAB III

METODE PENELITIAN

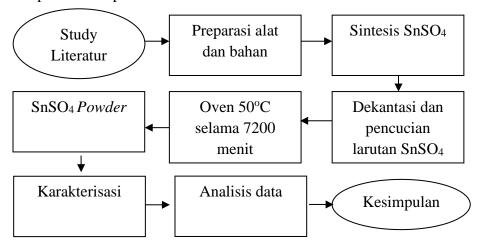
A. Jenis dan Desain Penelitian

1. Jenis penelitian

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimen. Eksperimen ini dilakukan untuk mensintesis dan mengetahui karakteristik $SnSO_4$ dari reaksi $SnCl_2+(NH_4)_2SO_4$.

2. Desain penelitian

Desain penelitian disusun dalam bentuk diagram alir yang dapat diamati pada Gambar 10.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Tempat penelitian

- Laboraturium Kimia lantai 1 Pusat Penelitian Fisika, Serpong,
 Tangerang Selatan untuk sintesis SnSO₄.
- ii) Pusat Penelitian Fisika (PPF) LIPI, Serpong, Tangerang Selatan untuk pengujian DTA, FT-IR, dan mikroskop optik.

2. Waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Oktober 2019 sampai Januari 2020.

C. Variabel Penelitian

Variabel yang diteliti pada penelitian ini adalah

1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang menyebabkan terjadinya perubahan pada variabel lain yaitu variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jenis *plasticizer*.

2. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang dapat terpengaruh akibat adanya variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah grafik karakterisasi DTA dan FT-IR spektrometer, serta gambar hasil karakterisasi mikroskop optik.

3. Variabel Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang dibuat sama sehingga tidak mempengaruhi variabel terikat. Variabel kontrol dalam penelitian ini antara lain volume larutan *plasticizer*, kecepatan pengadukan, suhu reaksi, suhu pengeringan, lama pengeringan, serta volume air.

D. Instrumen dan Teknik Pengumpulan Data

1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Seperangkat alat safety (Jas laboratorium, Gloves, Kacamata dan masker)
- b. Oven
- c. Gelas ukur 50ml
- d. Sentrifugasi
- e. Magnetic Stirrer
- f. Hotplate
- g. Mikropipet
- h. Timbangan
- i. Botol sampel
- j. Gunting
- k. Furnance
- l. Origin

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

- 1. Amonnium Sulfat
- 2. SnCl₂
- 3. Aqua dm
- 4. Tissue
- 5. Plasticizer

2. Teknik Pengumpulan Data

Teknik pengumpulan data dibagi menjadi dua tahap yaitu sintesis dan karakterisasi SnSO₄. Berikut ini adalah tahap pengumpulan data penelitian:

1. Tahap sintesis SnO₄

Tahap sintesis SnSO₄ dengan teknik pengadukan sebagai berikut:

- i) Mencampurkan (NH₄)₂SO₄ dengan 10 ml air menggunakan magnetic stirrer selama 10 menit
- ii) Melakukan sintesis SnSO₄
 - a. $SnCl_2(s) + (NH_4)_2 SO_4(aq) \leftrightarrows SnSO_4(s) +$ $2 NH_4Cl(aq)$
 - b. Penghitungan massa $SnCl_2$: Mr x mol = 289,6 x 0,026369 = 5 gram
 - c. Penghitungan massa $(NH_4)_2SO_4$: Mr x mol = 132,14 x 0,026369 = 3,48 gram

- d. Perbandingan massa $SnCl_2$: massa $(NH_4)_2SO_4 = 5$: 3,48 = 1,4:1
- e. Massa yang digunakan dalam penelitian yaitu SnCl₂ sebanyak 5 gram dan (NH₄)₂SO₄ sebanyak 3,48 gram
- iii) Membuat larutan *plasticizer* (sorbitol, PEG 4000, PEG 6000) dengan perbandingan massa:air sebanyak (1gr:10ml)
- iv) Menambakah larutan plastisizer sebanyak 1 ml kedalam larutan $SnCl_2(s) + (NH_4)_2 SO_4(aq)$
- v) Melakukan pengadukan larutan menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam.
- vi) Melakukan pemisahan antara larutan dengan padatan dengan bantuan sentrifugasi dengan kecepatan 4000rpm selama 20 menit
- vii) Melakukan pencucian sampel dengan menambahkan aqua dm sebanyak 10ml kedalam larutan
- viii) Mengeringkan larutan menggunakan oven pada suhu 50 derajat selama 7200 menit
- ix) Melakukan uji DTA, FT-IR, mikroskop optik

2. Tahap karakterisasi SnSO₄

Tahap karakterisasi $SnSO_4$ dari rekasi $SnCl_2+(NH_2)_4SO_4$ sebagai berikut:

i) Pengujian mikroskop optik

Karakterisasi mikroskop optik dilakukan dengan membandingkan antara $SnSO_4$ hasil sintesis dengan $SnSO_4$ dengan $SnSO_4$ komersial dari PT. Timah Tbk

ii) Pengujian DTA

Karakterisasi termal DTA dilakukan untuk SnSO₄ hasil sintesis dan SnSO₄ komersial dari PT.Timah Tbk. Dari pengujian ini dihasilkan grafik antara selisih suhu sampel dengan referensi dengan suhu sampel. Referensi yang digunakan dalam pengujian ini adalah alumina. Dari pengujian ini dilakukan pula analisis termal pada sampel setelah dilakukan kalsinasi.

iii) Pengujian spektrofotometer FT-IR

Karakterisasi FT-IR dilakukan untuk sampel SnSO₄+PEG-6000 sebelum kalsinasi, SnSO₄ setelah kalsinasi, dan SnSO₄ komersial. Dari pengujian ini dihasilkan grafik antara bilangan gelombang dan transmitansi.

E. Pengolahan dan analisis data

Pengolahan dan analisis data yang dilakukan adalah menentukan terbentuknya kristal SnSO4 dari hasil karakterisasi mikroskop optik dengan membandingkan kristal SnSO4 hasil sintesis dengan komerisial,

serta membuat grafik dari hasil karakterisasi DTA dan FT-IR. Kemudian, menentukan puncak pada grafik DTA untuk dilakukan kalsinasi serta menentukan puncak dari grafik FT-IR untuk mengetahui ikatan senyawa dari SnSO₄.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini akan dibahas berbagai hasil yang diperoleh dari penelitian sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh *plasticizer* terhadap stabilisasi senyawa SnSO₄. Sintesis senyawa SnSO₄ dilakukan dengan reaksi antara SnCl₂ dengan ammonium sulfat dengan teknik pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Untuk membandingkan data hasil sintesis, dilakukan pula karakterisasi SnSO₄ komersial yang diperoleh dari China.



Gambar 4.1 Hasil sintesis SnSO₄

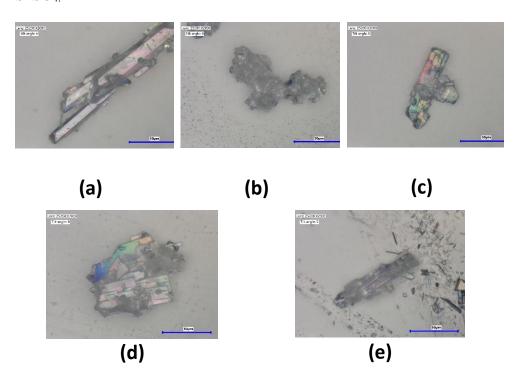
Hasil sintesis SnSO4 dengan berbagai jenis *plasitcizer* dapat diamati pada Gambar 4.1 terlihat secara fisik SnSO₄ hasil sintesis tidak jauh berbeda

dengan SnSO₄ komersial. SnSO₄ dari hasil sintesis berwarna putih dan berbentuk serbuk setelah melalui proses pengeringan menggunakan oven. Untuk mengetahui terbentuknya kristal serta karakteristik dari hasil sintesis, selanjutnya dilakukan pengujian dengan menggunakan mikroskop optik, DTA, dan FT-IR.

Karakterisasi SnSO₄

1. Pengujian Mikroskop Optik

Karakterisasi senyawa SnSO₄ yang telah disintesis menggunakan teknik pengadukan dilakukan dengan mikroskop digital. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan serta bentuk kristal dari SnSO₄.



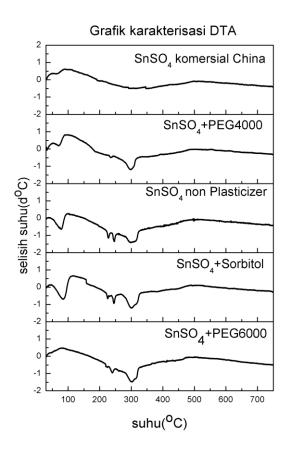
Gambar 4.2 Hasil karakterisasi mikroskop digital senyawa SnSO₄ perbesaran 2000X (a) SnSO₄ Komerisal (b)SnSO₄ Sintesis non *plasticizer* (c) SnSO₄ + PEG 4000 (d) SnSO₄ + PEG 6000 (e) SnSO₄ + Sorbitol

Gambar 4.2 merupakan hasil karakterisasi SnSO₄ menggunakan mikroskop digital untuk sampel-sampel hasil sintesis dan SnSO₄ Komersial. Penambahan *plasticizer* mampu mempengaruhi bentuk kristal dari SnSO₄ yang masih dapat dilihat oleh mikroskop. Untuk penambahan *plasticizer* PEG-4000 dan PEG-6000 pada senyawa SnSO₄ sintesis terlihat hampir menyerupai bentuk senyawa dari SnSO₄ komersial, untuk kristal SnSO₄ penambahan PEG-6000 terlihat lebih besar apabila dibandingkan dengan SnSO₄ komersial dan SnSO₄ sintesis dengan penambahan *plasticizer* PEG-4000. Untuk senyawa SnSO₄ sintesis non *plasticizer* masih terlihat menggumpal dan belum berbentuk kristal. Sedangkan untuk SnSO₄ penambahan sorbitol terlihat lebih menyerupai SnSO₄ sintesis non *plasticizer*.

2. Analisis Termal menggunakan DTA

Pada Senyawa SnSO₄ yang telah disintesis dilakukan uji DTA untuk mengetahui suhu reaksi dekomposisi dari sampel SnSO₄. Uji DTA dilakukan dengan memanaskan sampel pada furnance dengan *heating rate* 2,5°C/menit. Dari uji tersebut diperoleh grafik antara suhu dengan selisih suhu sampel dengan referensi inert(alumina).

Hasil analisis termal untuk SnSO₄ disajikan pada Gambar 4.3. Fenomena terjadi reaksi peruraian ditunjukkan oleh termogram DTA dengan membentuk puncak endotermik seperti ditunjukkan pada Gambar 4.3. Dari termogram tersebut dapat diketahui suhu mulai terjadinya reaksi peruraian dinyatakan dengan ONSET suhu dan suhu berakhirnya reaksi peruraian dinyatakan dengan TOP suhu. ONSET suhu adalah suatu fenomena yang menunjukkan mulai terbentuknya puncak endotermik yang menyatakan mulai terjadinya reaksi peruraian, sedangkan TOP suhu adalah fenomena yang menunjukkan berakhirnya reaksi peruraian (Sigit, 2015)

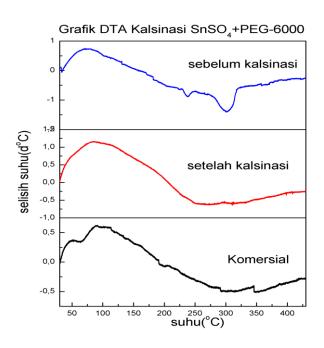


Gambar 4.3 Grafik karakterisasi DTA

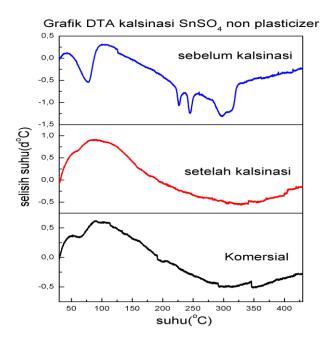
Dari Gambar 4.3 terlihat perbandingan grafik analisis termal pada sintesis SnSO₄, dimana terjadi reaksi endotermik pada suhu 50-100°C yang merupakan reaksi peruraian H₂O untuk keempat jenis SnSO₄ (Van essen et al., 2009). Sedangkan pada SnSO₄ + PEG-6000 terlihat tidak ada puncak endotermik pada suhu 50-100°C, hal tersebut memperlihatkan SnSO₄ + PEG-6000 lebih kering apabila dibandingkan dengan SnSO₄ jenis lain. Sedangkan untuk grafik keseluruhan dari hasil sintesis SnSO₄ dengan penambahan Sorbitol, telihat lebih mendekati hasil sintesis SnSO₄ tanpa *plasticizer*.

Dari keempat jenis SnSO₄ sintesis terjadi perbedaan puncak endotermik dengan SnSO₄ komersial dari China. Pada SnSO₄ +PEG-4000 dan SnSO₄ +PEG-6000 terdapat puncak endotermik pada suhu 240 °C dan 300 °C. Sedangkan untuk SnSO₄ tanpa *plasticizer* dan SnSO₄ + Sorbitol terdapat puncak pada suhu 225°C, 240°C, dan 300°C. Untuk puncak 225 °C dan 240 °C merupakan pelepasan prekusor dari sisa reaksi SnSO₄ sintesis. Pada puncak 300 °C dimungkinkan merupakan reaksi pelepasan pengotor hasil reaksi antara SnCl₂ + (NH₄)₂SO₄ dimana reaksi tersebut menghasilkan NH₄Cl (Tatykaev et al., 2014).

Untuk memurnikan produk SnSO₄ hasil sintesis, maka diperlukan kalsinasi untuk menghilangkan pengotor dari SnSO₄. Kalsinasi dilakukan pada suhu 400°C dengan mempertimbangkan hasil analisis termal SnSO₄ menggunakan DTA.



Gambar 4.4 Proses kalsinasi SnSO₄+PEG-6000



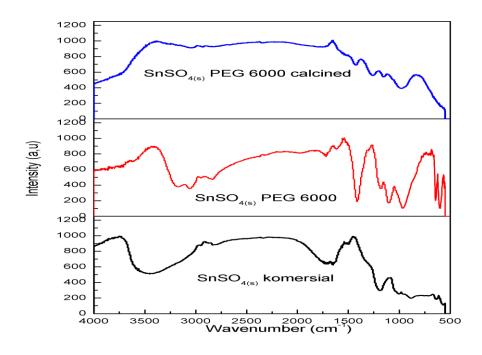
Gambar 4.5 Proses kalsinasi SnSO₄ tanpa plasticizer

Gambar 4.4 dan Gambar 4.5 merupakan representasi dari hasil karakterisasi dari proses kalsinasi SnSO₄. Dari karakterisasi termal proses kalsinasi, terlihat bahwa pengotor dari SnSO₄ sintesis terurai selama proses kalsinasi. Grafik DTA dari hasil kalsinasi menyerupai grafik DTA dari SnSO₄ komersial.

3. Pengujian Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi FT-IR dilakukan dengan representasi salah satu sampel hasil sintesis dengan menggunakan PEG-6000 dan sampel dari hasil kalsinasi serta sampel dari SnSO₄ komersial PT. Timah Tbk yang diperoleh dari konsultan China. Hasil dari pengujian ini adalah grafik antara transmisi dengan bilangan gelombang.

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui ikatan senyawa dari sampel hasil sintesis dan kalsinasi yang dibandingkan dengan SnSO₄ dari PT.Timah. Hasil karakterisasi FT-IR terlihat pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Grafik perbandingan hasil karakterisasi spektrometer FT-IR

Dari Gambar 4.6 terlihat perbandingan spektrum dari ketiga sampel. Dari ketiga sampel SnSO₄ terdapat karaktersiasi spektrum pada bilangan gelombang tertentu. SnSO₄ + PEG-6000 memiliki spektrum pada (cm⁻¹) 555,78; 570,84; 599;21; 643,39; 689,96; 966,01; 1103, 07; 1178,91; 1414,29; 1617,30; 1717; 42; 2836,48; 3061,22; dan 3168,15. Untuk SnSO₄ komersial memiliki spektrum pada (cm⁻¹) 634,15; 885,19; 1189,40; 1504,15; 1654,13; 1718,52; 2835,19; dan 3448,10. Sedangkan untuk SnSO₄ setelah kalsinasi memiliki spektrum pada (cm⁻¹) 988,30; 1155,53; 1262,45; 1431,23; 1747,32; dan 3032,26.

Spektrum karakteristik S-O *strech* [v_{s-o}(SO₄)] terdapat pada daerah 900-1500 cm⁻¹ dan S-O *deformation* [ð_{s-o}(SO₄)] terdapat pada daerah 400-700 cm⁻¹ (Dijs, 2001). Untuk karakteristik dari *sulphate group* beradasarkan penelitian sebelumnya oleh Rahore et al. (2017), *sulphate group* berada pada daerah ~1181cm⁻¹. Apabila dilihat dari puncak karakterisasi pada SnSO₄ komersial, daerah *sulphate group* terbaca pada spektrum 1189 cm⁻¹ dan pada SnSO₄ + PEG-6000 terdapat pada puncak 1178 cm⁻¹. Sedangakn untuk SnSO₄ hasil kalsinasi terdapat spektrum lemah pada daerah 1155 cm⁻¹ yang dimungkinkan merupakan spektrum dari *sulphate group*.

Pada SnSO₄ + PEG-6000 terdapat spektrum kuat pada 1414 cm⁻¹ dimana spektrum tersebut merupakan spektrum N-H (Lin et al., 2010). Puncak tersebut mengkonfirmasi bahwa SnSO₄ hasil sintesis sebelum dikalsinasi masih terdapat pengotor yang belum terlarut ketika pencucian sampel.

Spektrum pada bilangan gelombang 1600-1700 cm⁻¹ merupakan karakteristik dari O-H *bending* [δ_{O-H}(H₂O)], O-H *strech* (2800-3250 cm⁻¹ [ν_{O-H}(SOH)], dan 3100-3700 cm⁻¹ [ν_{O-H}(H₂O)]). Untuk daerah spektrum O-H *bending* muncul pada sampel SnSO₄ komersial dan SnSO₄ + PEG-6000. Sedangkan untuk SnSO₄ hasil kalsinasi tidak terlihat adanya spektrum pada daerah tersebut. Untuk daerah spektrum O-H *strech* ν_{O-H}(SOH) muncul pada ketiga sampel yang diuji spektrometer FT-IR. Sedangkan

untuk daerah O-H $\it strech \ \nu_{O-H}(H_2O)$ hanya muncul pada sampel $SnSO_4$ komersial.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

- SnSO₄ berhasil dihasilkan dari reaksi SnCl₂ dan (NH₄)₂SO₄ dengan menggunakan teknik pengadukan
- 2. Karakterisasi SnSO₄ dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik, DTA, dan spektrometer FT-IR. Hasil karakterisasi mikroskop optik menunjukan kristal SnSO₄ dengan penambahan PEG-6000 dan PEG-4000 menyerupai SnSO₄ komersial PT. Timah Tbk, sedangkan SnSO₄ tanpa *plasticizer* dan penambahan Sorbitol terlihat belum berbentuk kristal. Untuk karakterisasi termal menggunakan DTA, diperoleh hasil SnSO₄ sintesis masih memiliki pengotor sisa hasil reaksi, sedangkan untuk SnSO₄ dengan penambahan PEG-6000 dan PEG-4000 terlihat lebih mengandung sedikit air apabila dibandingkan dengan hasil sintesis lainnya. Hasil spektrometer FT-IR menunjukan adanya spektrum dari *sulfate grup* pada daerah ~1181 cm⁻¹.
- 3. Pengaruh penambahan plasticizer terhadap sintesis SnSO₄ terlihat dari gambar hasil 3D-OM, bahwa pengaruh penambahan platicizer jenis PEG mampu membentuk kristal SnSO₄ hasil sintesis yang menyerupai SnSO₄ komersial. Sedangkan apabila dilihat dari karakterisasi DTA

dan FT-IR, hasil sintesis SnSO₄ masih mengandung air serta pengotor dari hasil reaksi.

B. Saran

Setelah terselesaikannya penelitian ini, terdapat saran yang perlu diperhatikan bagi penelitian selanjutnya, yaitu :

- Untuk mengetahui kemurnian serta struktur kristal dari sintesis SnSO₄ dapat dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, XPS, atau XRF.
- Untuk memurnikan sintesis SnSO₄ dari SnCl₂ + (NH₄)₂SO₄ dapat dilakukan dengan mencuci sampel menggunakan pelarut organik untuk menghilangkan pengotor dari hasil reaksi.
- Pembuatan SnSO₄ menggunakan jalur SnCl₂ dapat dilakukan modifikasi dengan menggunakan sumber sulfat lain serta pengaruh konsentrasi dari plasticizer untuk mengontrol sifat hygroskopis dari SnSO₄.

DAFTAR PUSTAKA

- Salim, Z. (2016). *Info Komoditi Timah*. Badan Pengkajian dan Pengembangan Perdagangan Kementerian Perdagangan Republik Indonesia bekerja sama dengan Al Mawardi Prima Anggota IKAPI DKI Jaya
- Donaldson, J.D., & Moser, W. (1960). 789. Pure tin(II) sulphate. Journal of the Chemical Society (Resumed), 4000. Doi:10.1039/jr9600004000
- Mathers, F. C., & Rothrock, H. S. (1931). *Preparation of Stannous Sulfate*. Industrial & Engineering Chemistry, 23(7), 831–832. Doi:10.1021/ie50259a027
- Rodebush, W. H., & Michalek, J. C. (1929). *The Vapor Pressure and Vapor Density Of Intensively Dried Ammonium Chloride1*. Journal of the American Chemical Society, 51(3), 748–759. Doi:10.1021/ja01378a013
- Carson, C. M. (1926). *Basic Stannous Sulfate*. Journal of the American Chemical Society, 48(4), 906–911. Doi:10.1021/ja01415a009
- Greenwood, Norman N., Earnshaw, Alan. (1984). *Chemistry of the Elements*. Oxford: Pergamon Press. p. 451. ISBN 978-0-08-022057-4.
- Rahore S, Madhav H, Jaiswar G. (2017). Efficient nano-filler for the Phase transformation in polyvinylidene fluoride nanocomposites by using nanoparticles of stannous sulfate. Material Research Innovation. 2017;14328917
- Wang, Qin, et al. (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. Doi:10.1016/j.jpowsour.2015.03.125
- Khandpur, R. (2005). *Printed Circuit Boards: Design, Fabrication, Assembly and Testing*. New Dehli: Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited. p.327 . ISBN 0-07-058814-7
- McHugh, T. H., & Krochta, J. M. (1994). Sorbitol- vs Glycerol-Plasticized Whey Protein Edible Films: Integrated Oxygen Permeability and Tensile Property Evaluation. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 42(4), 841–845. Doi:10.1021/jf00040a001

- Sitompul, A. J. W. S., et al. (2017). Pengaruh Jenis dan Konsentrasi Plasticizer terhadap Sifat Fisik Edible Film Kolang Kaling(Arenga pinnata). Jurnal Pangan dan Agroindustri Vol.5 No.1:13-25
- Nurdiana, H dkk. (2016) . Pengaruh Penambahan Massa Aktivator PEG Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Pada Superkapasitor dari Tempurung Kluwak(Pangium Edule). Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Volume 05 Nomor 01 Tahun 2016, hal 15 18.
- Theophanides, Theophile. (2012). *Introductory Chapter Introduction to Infrared Spectroscopy*. Pp. 1–510 in Infrared Spectroscopy Materials Science, Engineering and Technology. Shanghai: InTech
- Kristianingrum S. (2016). *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta
- Lin, N. H., Kim, M., Lewis, G. T., & Cohen, Y. (2010). Polymer surface nanostructuring of reverse osmosis membranes for fouling resistance and improved flux performance. Journal of Materials Chemistry, 20(22), 4642. Doi:10.1039/b926918e
- Sigit, et al. (2005). Analisis Termal Garam Campuran MgCl₂-NaCl. Jurnal BATAN Vol. 1 No. 1 Januari 2005: 1–57
- Tatykaev, B. B., Burkitbayev, M. M., Uralbekov, B. M., & Urakaev, F. K. (2014). Mechanochemical Synthesis of Silver Chloride Nanoparticles by a Dilution Method in the System NH₄Cl-AgNO₃-NH₄NO₃. Acta Physica Polonica A, 126(4), 1044–1048. Doi:10.12693/aphyspola.126.1044
- Dijs, I. J., de Koning, R., Geus, J. W., & Jenneskens, L. W. (2001). *Anhydrous zirconium(IV) sulfate and tin(IV) sulfate: solid Lewis acid catalysts in liquid-phase hydro-acyloxy-addition reactions*. Physical Chemistry Chemical Physics, 3(19), 4423–4429. Doi:10.1039/b105049b
- Van Essen, V. M., et al. (2009). Characterization of MgSO₄ Hydrate for Thermochemical Seasonal Heat Storage. Journal of Solar Energy Engineering, 131(4), 041014. Doi:10.1115/1.4000275
- Setiabudi, Agus., Rifan H., dan Ahmad M. (2012). *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung: UPI Press ISBN: 979978435-2
- (https://www.keyence.co.id/) diakses tgl 01 Desember 2019 pukul 21:48

- (https://forestation.fkt.ugm.ac.id/2019/07/30/mengenal-citizen-science-dalam-dunia-konservasi/) diakses pada 13 Februari 2020 pukul 14.00
- (http://repository.usu.ac.id/bitstream/handle/123456789/56049/Chapter%20II.pdf? sequence=4&isAllowed=y) diakses tgl 30 November 2019 pukul 16:21 WIB
- (https://tinchemical.com/products-services/stannous-sulfate/) diakses pada 30 November 2019 pukul 11.40 WIB
- (https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB7309913.htm) diakses pada tanggal 30 November pukul 10.03 WIB

LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO₄ + PEG-6000



LABORATORIUM PUSAT PENELITIAN FISIKA PUSAT PENELITIAN FISIKA

LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA

Komplek PUSPIPTEK Gd 440-442 Tangerang Selatan 15314 Tel. 021-7560570 Fax. 021-7560554

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

No. Kendali: IF/2020/01/0062/FTIR/0010-0011

Pemakai Jasa : Analisis kualitatif spektrum IR Pengujian Tested for Customer

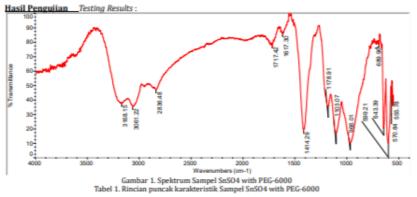
Bahan : SnSO4 with PEG-6000 Alamat Pemakai lasa Customer Address Material

: IK- 9 Tanggal Penerimaan Sampel Metoda Date of Sample Received Method

: 28 Januari 2020 Tanggal Pengujian Sampel Date of Sample Tested

Kondisi Pengukuran/Parameter Pengujian Measurement Conditions/Testing Parameters

Spektrum Rentang Pengkuran : Infra Red : 4000 - 400 cm⁻¹ Absolute threshold Sensitivitas : 50



Position:	555.78	Intensity:	35.782
Position:	570.84	Intensity:	42.234
Position:	599.21	Intensity:	9.997
Position:	643.39	Intensity:	20.159
Position:	689.96	Intensity:	78.073
Position:	966.01	Intensity:	10.169
Position:	1103.07	Intensity:	17.141
Position:	1178.91	Intensity:	35.586
Position:	1414.29	Intensity:	19.062
Position:	1617.30	Intensity:	85.921
Position:	1717.42	Intensity:	76.558
Position:	2836.48	Intensity:	47.192
Position:	3061.22	Intensity:	35.450
Position:	3168.15	Intensity:	37.731

Keterangan Description: Temperatur Ruangan Lab FTIR : 18°C - 25 °C

Kelembaban Ruangan Lab FTIR : < 65 %

Lampiran 2. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO₄ Kalsinasi



LABORATORIUM PUSAT PENELITIAN FISIKA PUSAT PENELITIAN FISIKA

LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA

Komplek PUSPIPTEK Gd 440-442 Tangerang Selatan 15314 Tel. 021-7560570 Fax. 021-7560554

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

No. Kendali: IF/2020/01/0061/FTIR/0009

Pengujian Tested for Pemakai Jasa : Analisis kualitatif spektrum IR Customer

Alamat Pemakai Jasa Bahan : SnSO4 with PEG-6000 calcined

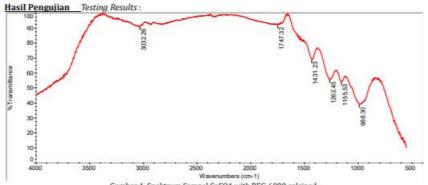
Customer Address Material Tanggal Penerimaan Sampel Metoda

: IK- 9 Date of Sample Received Method

Tanggal Pengujian Sampel : 28 Januari 2020 Date of Sample Tested

Kondisi Pengukuran/Parameter Pengujian Measurement Conditions/Testing Parameters

: Infra Red : 4000 - 400 cm⁻¹ Spektrum Rentang Pengkuran : 95.017 : 50 Absolute threshold Sensitivitas



Gambar 1. Spektrum Sampel SnS04 with PEG-6000 calcined
Tabel 1. Rincian puncak karakteristik Sampel SnS04 with PEG-6000 calcined

200	Position:	988.30	Intensity:	39.107	
	Position:	1155.53	Intensity:	53.899	
	Position:	1262.45	Intensity:	55.521	
	Position:	1431.23	Intensity:	68.991	
	Position:	1747.32	Intensity:	92.069	
	Position:	3032.26	Intensity:	90.949	

Keterangan Description: Temperatur Ruangan Lab FTIR: 18°C - 25°C

Kelembaban Ruangan Lab FTIR :

Lampiran 3. Hasil karakterisasi FT-IR SnSO₄ Komersial



LABORATORIUM PUSAT PENELITIAN FISIKA **PUSAT PENELITIAN FISIKA**

LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA

Komplek PUSPIPTEK Gd 440-442 Tangerang Selatan 15314 Tel. 021-7560570 Fax. 021-7560554

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

No. Kendali: IF/2020/01/0062/FTIR/0010-0011

Pengujian Tested for Pemakai Jasa : Analisis kualitatif spektrum IR

Customer Alamat Pemakai Jasa Bahan : SnSO4 PT. Timah Industri

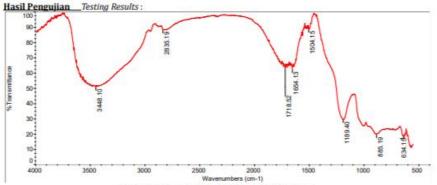
Customer Address Material : IK- 9

Tanggal Penerimaan Sampel Metoda Date of Sample Received Method

Tanggal Pengujian Sampel : 28 Januari 2020 Date of Sample Tested

Kondisi Pengukuran/Parameter Pengujian Measurement Conditions/Testing Parameters

Spektrum Rentang Pengkuran Absolute threshold : Infra Red : 4000 - 400 cm-1 : 94.647 Sensitivitas



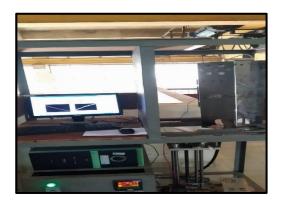
Gambar 1. Spektrum Sampel SnSO4 PT. Timah Industri Tabel 1. Rincian puncak karakteristik Sampel SnSO4 PT. Timah Industri

Position:	634.15	Intensity:	18.161	
Position:	885.19	Intensity:	19.739	
Position:	1189.40	Intensity:	29.586	
Position:	1504.15	Intensity:	88.786	
Position:	1654.13	Intensity:	62.322	
Position:	1718.52	Intensity:	63.476	
Position:	2835.19	Intensity:	88.118	
Position:	3448.10	Intensity:	50.851	

Keterangan Description: Temperatur Ruangan Lab FTIR : 18°C - 25 °C

Kelembaban Ruangan Lab FTIR : < 65 %

Lampiran 4. Dokumentasi alat dan bahan penelitian



a) Proses karakterisasi DTA



b) Timbangan digital



c) Furnance Inert



d) Proses Oven sampel

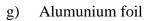


e) Proses sintesis dalam ruang asam



f) Sentrifugasi







h) SnSO₄ Solution