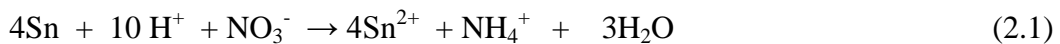


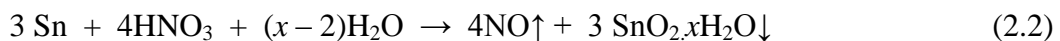
II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Timah

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



Timah dengan asam nitrat pekat terjadi reaksi yang keras dan menghasilkan zat padat putih, biasanya dirumuskan sebagai timah(IV) oksida terhidrasi $\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ atau asam metastanat.



Dalam asam sulfat pekat panas, ion timah(IV) terbentuk sewaktu pelarutan. Air raja dengan mudah melarutkan timah dan terbentuk ion timah(IV) atau stani.

Timah dapat membentuk bivalen dan tetravalen dalam senyawa-senyawanya.

1. Senyawa timah(II) atau stano, biasanya tidak berwarna. Dalam larutan asam, kita dapatkan ion-ion timah(II) Sn^{2+} , sedangkan dalam larutan basa, kita dapatkan ion-ion tetrahidroksostanat(II) atau ion stanit $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$. Kedua ion ini mudah berubah satu sama lain:



Ion timah(II) merupakan zat pereduksi yang kuat

2. Senyawa timah(IV) atau stani lebih stabil. Dalam larutan airnya, senyawa – senyawa ini bisa terdapat sebagai ion timah(IV) Sn^{4+} atau sebagai ion heksahidroksostanat(IV) atau stanat $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{2-}$. Ion-ion ini juga membentuk sistem kesetimbangan:



Dalam larutan asam, kesetimbangan bergeser ke arah kiri, sedangkan dalam suasana basa kesetimbangan bergeser ke kanan (Vogel, 1990).

Dalam tabel periodik timah termasuk golongan 14. Timah mempunyai titik didih 2270°C dan titik lebur $231,97^\circ\text{C}$. Unsur ini dijumpai sebagai timah(IV) oksida dalam bijih seperti kasiterit (SnO_2) dan stanit ($\text{Cu}_2\text{FeSnS}_4$), serta diekstraksi melalui reduksi dengan karbon (Daintith, 1990).

Timah dalam senyawa memiliki tingkat oksidasi +2 dan +4, tingkat oksidasi +4 lebih stabil dari pada +2. Pada tingkat oksidasi +4, timah menggunakan seluruh elektron valensinya, yaitu $5s^2 5p^2$ dalam ikatan, sedangkan pada tingkat oksidasi +2, timah hanya menggunakan elektron valensi $5p^2$ saja. Tetapi perbedaan energi antara kedua tingkat ini rendah (Cotton dan Wilkinson, 1989).

B. Senyawa Organologam

Senyawa organologam adalah senyawa yang di dalamnya terdapat karbon yang terikat langsung ke suatu atom logam (seperti raksa, seng, timbal, magnesium, litium) atau ke metaloid-metaloid tertentu (seperti silikon, arsen, selen) (Fessenden dan Fessenden, 1986). Untuk senyawa yang mengandung ikatan antara atom logam dengan oksigen, belerang, nitrogen, ataupun dengan suatu halogen tidak termasuk sebagai senyawa organologam. Sebagai contoh suatu alkoksida seperti $(C_3H_7O)_4Ti$ tidak termasuk senyawa organologam, karena gugus organiknya terikat pada Ti melalui atom oksigen, sedangkan senyawa $(C_6H_5)Ti(OC_3H_7)_3$ adalah senyawa organologam karena terdapat satu ikatan langsung antara karbon C dari gugus fenil dengan logam Ti.

Jenis-jenis ikatan yang terbentuk pada senyawa organologam:

1. Senyawa ionik dari logam elektropositif

Senyawa organo dari logam yang relatif sangat elektropositif umumnya bersifat ionik, tidak larut dalam pelarut organik, dan sangat reaktif terhadap udara dan air. Senyawa ini terbentuk bila suatu radikal pada logam terikat pada logam dengan keelektropositifan yang sangat tinggi, misalnya logam alkali atau alkali tanah. Kestabilan dan kereaktifan senyawa ionik ditentukan dalam satu bagian oleh kestabilan ion karbon. Garam logam ion-ion karbon yang kestabilannya diperkuat oleh delokalisasi elektron lebih stabil walaupun masih relatif reaktif. Adapun contoh gugus organik dalam garam-garaman tersebut seperti $(C_6H_5)_3C^- Na^+$ dan $(C_5H_5)_2Ca^{2+}$.

2. Senyawa yang memiliki ikatan sigma ($-\sigma$)

Senyawaan organo yang sisa organik terikat pada suatu atom logam dengan suatu ikatan yang digolongkan sebagai ikatan kovalen (walaupun masih ada karakter-karakter ionik dari senyawaan ini) yang dibentuk oleh kebanyakan logam dengan keelektronegatifan yang relatif lebih rendah dari golongan pertama di atas, dan sehubungan dengan beberapa faktor berikut:

- a. Kemungkinan penggunaan orbital d yang lebih tinggi, seperti pada SiR_4 yang tidak tampak dalam CR_4 .
- b. Kemampuan donor alkil atau aril dengan pasangan elektron menyendiri.
- c. Keasaman Lewis sehubungan dengan kulit valensi yang tidak penuh seperti ada BR_2 atau koordinasi tak jenuh seperti ZnR_2 .
- d. Pengaruh perbedaan keelektronegatifan antara ikatan logam-karbon (M-C) atau karbon-karbon (C-C).

3. Senyawa yang terikat secara nonklasik

Dalam beberapa senyawa organologam terdapat suatu jenis ikatan logam pada karbon yang tidak dapat dijelaskan dalam bentuk ionik atau pasangan elektron/kovalensi. Misalnya, salah satu kelas alkil terdiri dari Li, Be, dan Al yang memiliki gugus-gugus alkil berjembatan. Dalam hal ini, terdapat atom yang memiliki sifat kekurangan elektron seperti atom boron pada $\text{B}(\text{CH}_3)_3$. Atom B termasuk atom golongan IIIA memiliki 3 elektron valensi, sehingga cukup sulit untuk membentuk konfigurasi oktet dalam senyawanya. Ada kecenderungan untuk memanfaatkan orbital-orbital kosong pada atom B dengan menggabungkannya pada gugus suatu senyawa yang memiliki

kelebihan pasangan elektron menyendiri. Senyawa ini terbagi menjadi dua golongan:

- a. Senyawa organologam yang terbentuk antara logam-logam transisi dengan alkena, alkuna, benzena, dan senyawa organik tak jenuh lainnya.
- b. Senyawa organologam yang memiliki gugus-gugus alkil berjembatan (Cotton dan Wilkinson, 1989).

C. Senyawa Organotimah

Senyawa organotimah mempunyai sejumlah kegunaan dalam cat anti pencemaran laut, fungisida, pengawet kayu, dan sebagai katalis untuk perawatan resin silicon dan resin epoksi (Cotton dan Wilkinson, 1989). Senyawa organotimah adalah senyawa yang mengandung sedikitnya satu ikatan kovalen Sn-C. Sebagian besar senyawa ini dapat dianggap sebagai turunan dari R_nSnX_{4-n} ($n = 1-4$) dan diklasifikasikan sebagai mono-, di-, tri-, dan tetra- organotimah(IV), tergantung dari jumlah alkil (R) atau aril (Ar) yang terikat pada atom logam. Anion yang terikat (X) biasanya adalah klorida, fluorida, oksida, hidroksida, suatu karboksilat atau suatu thiolat (Pellerito and Nagy, 2002; Hadi *et al.*, 2008).

Kecenderungan terhidrolisis dari senyawa organotimah lebih lemah dibandingkan senyawa Si atau Ge yang terkait dan ikatan Sn-O dapat bereaksi dengan larutan asam. Senyawa organotimah tahan terhadap hidrolisis atau oksidasi pada kondisi normal walaupun dibakar menjadi SnO_2 , CO_2 dan H_2O . Kemudahan putusnya ikatan Sn-C oleh halogen atau reagen lainnya bervariasi berdasarkan gugus organiknya dan urutannya meningkat dengan urutan : Bu (paling stabil) < Pr < et < me < vinil < Ph < Bz < alil < CH_2CN < CH_2CO_2R (paling tidak stabil).

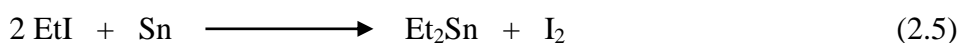
Penggabungan SnR_4 melalui gugus alkil tidak teramati sama sekali. Senyawa-senyawa dengan rumus R_3SnX atau R_2SnX_2 bergabung secara luas melalui jembatan X sehingga meningkatkan bilangan koordinasi Sn menjadi lima, enam atau bahkan tujuh. Dalam hal ini, F lebih efektif dibandingkan unsur-unsur halogen lainnya. Sebagai contoh Me_3SnF memiliki struktur trigonal bipiramida, Me_2SnF_2 memiliki struktur oktahedral sedangkan jembatan Cl yang lebih lemah memiliki struktur terdistorsi.

Empat tipe utama penstabil timah berdasarkan gugus alkilnya yaitu: oktil, butil, fenil dan metal. Gugus oktil timah memiliki kandungan timah paling sedikit, paling kurang efisien. Ligan-ligan utama yang digunakan untuk membedakan berbagai penstabil timah yaitu asam tioglikolat ester dan asam karboksilat (Van Der Weij, 1981).

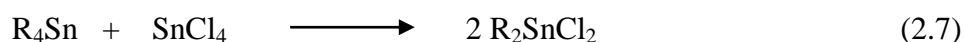
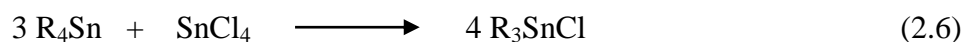
1. Senyawa organotimah halida

Rumus umum senyawa organotimah halida: $\text{R}_n\text{SnX}_{4-n}$ ($n = 1-3$; $X = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$) pada umumnya merupakan padatan kristalin dan sangat reaktif. Organotimah halida ini dapat disintesis secara langsung melalui logam timah, Sn(II) atau Sn(IV) dengan alkil halida yang reaktif. Metode ini secara luas digunakan untuk pembuatan dialkiltimah dihalida.

Sintesis langsung ini ditinjau ulang oleh Murphy dan Poller melalui reaksi di bawah ini:



Metode lain yang sering digunakan untuk pembuatan organotimah halida adalah reaksi disproportionasi tetraalkiltimah dengan timah(IV) klorida. Caranya dengan mengubah perbandingan material awal, seperti pada reaksi berikut:



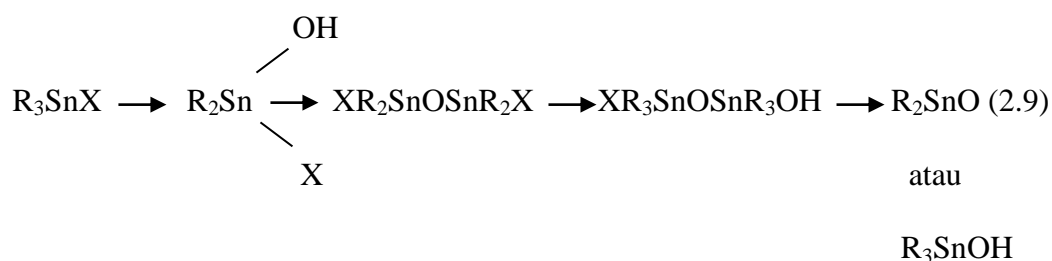
Senyawa organotimah klorida digunakan sebagai *starting material* (bahan dasar) untuk sintesis organotimah halida lainnya, melalui penggantian langsung ion kloridanya dengan menggunakan logam halida lain yang sesuai, seperti pada reaksi berikut:



(X = F, Br atau I; M = K, Na, NH₄) (Wilkinson, 1982).

2. Senyawa organotimah hidroksida dan oksida

Produk kompleks yang diperoleh melalui hidrolisis dari trialkiltimah halida atau senyawa R₃SnX, merupakan rute utama pada trialkiltimah oksida dan trialkiltimah hidroksida. Tahapan intermediet ditunjukkan pada reaksi di bawah ini:



(Wilkinson, 1982).

3. Senyawa organotimah(IV) diklorobenzoat

Senyawa organotimah(IV) diklorobenzoat merupakan turunan dari senyawa organotimah karboksilat. Senyawa organotimah karboksilat umumnya dapat disintesis melalui dua cara yaitu dari organotimah oksida atau organotimah hidroksidanya dengan garam karboksilat dan dari organotimah halidanya dengan garam karboksilat. Metode yang biasa digunakan untuk sintesis organotimah karboksilat adalah menggunakan organotimah halida sebagai material awal.

Reaksi esterifikasi dari asam karboksilat dengan organotimah oksida atau hidroksida dilakukan melalui dehidrasi azeotropik dari reaktan dalam toluena, seperti reaksi berikut:



(Wilkinson, 1982).

Pada penelitian ini disintesis senyawa dibutyltimah(IV) diklorobenzoat dari bahan awal dibutyltimah(IV) diklorida direaksikan dengan NaOH dengan reaksi:



Hasil reaksi dicuci dengan akuabides dan metanol *p.a*, kemudian senyawa hasil reaksi dibutyltimah(IV) oksida direaksikan dengan asam kloro benzoat sebagai ligan. Nilai pKa dari asam klorobenzoat dapat dilihat pada Tabel 1. Asam kloro benzoat yang digunakan ada 3 jenis yaitu:

a. Asam 2-klorobenzoat

Rumus molekul $\text{C}_7\text{H}_5\text{ClO}_2$, berat molekul 156,57 g/mol dan titik lebur antara 138-140°C

b. Asam 3-klorobenzoat

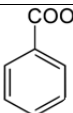
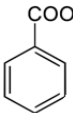
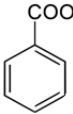
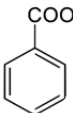
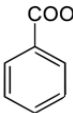
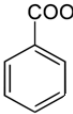
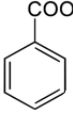
Rumus molekul $C_7H_5ClO_2$, berat molekul 156,57 g/mol, dan titik lebur antara 153 - 157°C

c. Asam 4-klorobenzoat

Rumus molekul $C_7H_5ClO_2$, berat molekul 156,57 g/mol, dan titik lebur antara 238 - 241°C

(Sigma-Aldrich, 2014)

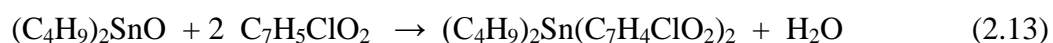
Tabel 1. Nilai pKa pada beberapa asam

No	Asam benzoate	Subtituen	Posisi Substitusi		
			2	3	4
1		H	4,2	4,2	4,2
2		-CH ₃	3,9	4,3	4,4
3		-OH	3,0	4,1	4,5
4		-OCH ₃	4,1	4,1	4,5
5		-Br	2,9	3,8	4,0
6		-Cl	2,9	3,8	4,0
7		-NO ₂	2,2	3,5	3,4

Keterangan: senyawa yang dicetak tebal adalah senyawa yang menjadi acuan dalam penelitian ini (Fessenden and Fessenden, 1986).

Pada Tabel 1, jika di bandingkan antara asam o-klorobenzoat atau asam 2-klorobenzoat, asam m-klorobenzoat atau asam 3-klorobenzoat dan asam p-klorobenzoat atau asam 4-klorobenzoat, maka dilihat bahwa asam 2-klorobenzoat memiliki nilai pKa yang terkecil sehingga keasaman asam 2-klorobenzoat lebih kuat dibandingkan keasaman asam 3-klorobenzoat dan asam 4-klorobenzoat (Fessenden and Fessenden, 1986).

Reaksi yang terjadi pada dibutiltimah(IV) oksida dengan asam klorobenzoat membentuk dibutiltimah(IV) diklorobenzoat adalah:



4. Aplikasi Senyawa Organotimah

Senyawa organotimah memiliki aktivitas biologis yang kuat yang dipengaruhi oleh jumlah dan gugus organik yang terikat pada atom pusat Sn. Aplikasi senyawa organotimah dalam industri antara lain sebagai senyawa penstabil PVC, pestisida nonsistemik, katalis antioksidan, *antifouling agent* dalam cat, penstabil pada plastik dan karet sintetik, sebagai *stabilizer* untuk parfum dan berbagai macam peralatan yang berhubungan dengan medis dan gigi (Pellerito and Nagy, 2002).

Dalam beberapa penelitian, telah didapat dan diisolasi senyawa organotimah(IV) karboksilat yang menunjukkan sifat sebagai antimikroorganisme berfungsi sebagai antifungi dan antimikroba (Bonire *et al.*, 1998). Untuk keseluruhan penggunaan tersebut, kurang lebih 25 kiloton timah dipergunakan setiap tahunnya (Pellerito and Nagy, 2002). Berkembang juga penelitian tentang senyawa

organotimah yang dapat dimanfaatkan sebagai inhibitor korosi (Rastogi *et al.*, 2005; Singh *et al.*, 2010; Rastogi *et al.*, 2011). Berdasarkan hasil yang telah dilaporkan oleh Singh *et al.* (2010) bahwa dengan adanya senyawa organotimah(IV), akan meningkatkan ketahanan material terhadap korosi sampai 25 kali atau bahkan mencapai 100 kali. Hal ini seperti terlihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan antikorosi beberapa material terhadap logam alumunium pada media elektrolit

No	Bahan anti korosi	Lama pengujian	Observasi	Ketahanan
1	Tanpa antikorosi	2-4 hari	Permukaan logam sudah berkarat dan semakin banyak dengan bertambahnya hari	2 x
2	Pentaklorofenol	10 hari	Permukaan logam berkarat semakin bertambah dengan bertambahnya hari	5 x
3	Dirodanometana	20 hari	Perkaratan permukaan logam lebih lambat dibandingkan bahan no. 2 dengan bertambahnya hari	10 x
4	Tri- <i>n</i> -butiltimahasetat	30 hari	Perkaratan permukaan logam lebih lambat dibandingkan bahan no. 2 dan 3 dengan bertambahnya hari	15 x
5	Tri-<i>n</i>-butiltimah-t-butoksiasetat	250 hari	Perkaratan terjadi sangat lambat dan memerlukan waktu yang sangat lama dan jauh lebih baik dibandingkan antikorosi pada no. 2-4	50 - 125 x

(Singh *et al.*, 2010).

D. Korosi

Korosi adalah proses kerusakan atau degradasi pada material akibat berinteraksi dengan lingkungannya dan merupakan elektrokimia. Proses ini terjadi bila ada

reaksi setengah sel yang melepaskan elektron (reaksi oksidasi pada anodik) dan reaksi setengah sel yang menerima elektron (reaksi reduksi pada katodik). Kedua reaksi ini berlangsung sampai terjadi kesetimbangan dinamis sehingga jumlah elektron yang dilepas sama dengan jumlah elektron yang diterima. Suatu logam yang dicelupkan pada larutan elektrolit, maka akan terbentuk dua lokasi yang disebut anoda dan katoda. Pada anoda, tempat terjadinya reaksi oksidasi dan biasanya terkorosi yaitu:



Pada katoda, tempat terjadinya reaksi reduksi dan tidak mengalami korosi. Dua reaksi penting yang umum terjadi pada katoda, tergantung pH larutan:



(Butarbutar dan Sunaryo, 2011)

Bentuk-bentuk korosi

Berdasarkan bentuknya, korosi dapat dibagi menjadi enam jenis:

1. Korosi batas butir

Pada korosi batas butir ini timbul keretakan pada logam akibat korosi melalui batas butir. Retak yang ditimbulkan korosi jenis ini disebut *stress corrosion cracking* (SCC) yang terdiri atas retak *intergranular* dan retak *transgranular*.

Retak *intergranular* berjalan sepanjang batas butir, sedangkan retak *transgranular* berjalan tanpa menyusuri batas butir tersebut.

2. Korosi merata

Korosi merata merupakan bentuk korosi yang sering terjadi pada besi yang mengalami perendaman dalam larutan asam. Logam besi akan menjadi tipis secara merata pada permukaannya dengan kecepatan yang hampir sama, sehingga daerah-daerah anoda dan katoda tersebar pada seluruh permukaan. Contohnya sebatang besi (Fe) atau seng (Zn) direndam dalam larutan H_2SO_4 , keduanya akan larut dengan laju yang merata pada permukaan logam.

3. Korosi sumuran

Korosi sumuran adalah bentuk penyerangan korosi setempat yang menghasilkan sumur pada logam ditempat tertentu. Logam mula-mula terserang korosi pada suatu titik di permukaannya atau pada daerah tertentu yang sangat kecil dan diteruskan menuju ke dalam logam. Penyebab korosi sumuran umumnya adalah serangan selektif terhadap logam di tempat-tempat yang lapisan pelindung permukaannya tergores atau pecah akibat perlakuan mekanik. Korosi ini terjadi pada permukaan oksida pelindung logam sebagai stimulasi dari reaksi anoda, aktivasi anion, reaksi katoda melalui kehadiran agen pengoksidasi dan melalui permukaan katoda efektif dengan polarisasi rendah. Korosi sumuran akan terjadi jika logam memenuhi potensial korosi minimum yang selanjutnya disebut sebagai *potensial pitting*.

4. Korosi celah

Korosi celah terjadi pada suatu logam di daerah yang berhubungan langsung dengan bahan lain yang bukan logam. Umumnya terjadi karena terdapat perbedaan konsentrasi larutan atau konsentrasi oksigen, sehingga menyebabkan adanya perbedaan potensial oksidasi pada logam tersebut.

5. Korosi galvanik

Korosi galvanik terjadi karena perbedaan potensial antara dua logam yang tidak sama, bila kedua logam ini bersinggungan akan menghasilkan aliran elektron diantara kedua logam tersebut. Logam yang lebih mulia bersifat katodik dan akan diserang korosi lebih kecil, sedangkan logam yang kurang mulia bersifat anodik akan lebih mudah diserang korosi.

6. Korosi Erosi

Korosi erosi disebabkan oleh gabungan peristiwa korosi akibat aliran fluida sehingga proses terjadinya korosi lebih cepat. Korosi ini cirinya ada gelombang dan lembah dengan suatu pola tertentu (Fontana, 1986).

E. Inhibitor korosi

Inhibitor korosi adalah senyawa kimia yang dapat mencegah atau memperlambat proses korosi. Inhibitor korosi apabila ditambahkan dalam jumlah relatif sedikit ke dalam sistem logam-media elektrolit akan menurunkan laju korosi logam (Fontana, 1986). Sampai saat ini, penggunaan inhibitor merupakan salah satu cara yang paling efektif untuk mencegah korosi, karena biayanya yang relatif murah dan prosesnya yang sederhana. Biasanya proses korosi logam berlangsung secara elektrokimia yang terjadi secara simultan pada daerah anoda dan katoda yang membentuk rangkaian arus listrik tertutup. Inhibitor biasanya ditambahkan dalam jumlah sedikit, baik secara kontinu maupun periodik dengan selang waktu tertentu

Cara inhibitor mereduksi laju korosi adalah sebagai berikut:

1. Memodifikasi polarisasi katodik dan anodik (Slope Tafel)
2. Mengurangi pergerakan ion ke permukaan logam

3. Menambah hambatan listrik dipermukaan logam
4. Menangkap atau menjebak zat korosif dalam larutan melalui pembentukan senyawa yang tidak agresif

Mekanisme kerja inhibitor dapat dibedakan menjadi:

1. Inhibitor teradsorpsi pada permukaan logam dan membentuk suatu lapisan tipis dengan ketebalan beberapa molekul inhibitor. Lapisan ini tidak dapat dilihat oleh mata biasa, namun dapat menghambat penyerangan lingkungan terhadap logamnya.
2. Melalui pengaruh lingkungan, misalnya pH menyebabkan inhibitor dapat mengendap dan selanjutnya teradsorpsi pada permukaan logam serta melindunginya terhadap korosi. Endapan yang terjadi cukup banyak, sehingga lapisan yang terjadi dapat teramati oleh mata.
3. Inhibitor lebih dulu mengkorosi logamnya, dan menghasilkan suatu zat kimia yang kemudian melalui peristiwa adsorpsi dari produk korosi tersebut membentuk suatu lapisan pasif pada permukaan logam.
4. Inhibitor menghilangkan konstituen yang agresif dari lingkungannya.

Secara umum inhibitor korosi dibagi menjadi:

1. Inhibitor Anodik

Inhibitor anodik menurunkan laju korosi dengan cara memperlambat reaksi anodik. Inhibitor anodik membentuk lapisan pasif melalui reaksi ion-ion logam yang terkorosi untuk menghasilkan selaput pasif tipis yang akan menutupi anoda (permukaan logam) dan lapisan ini akan menghalangi pelarutan anoda selanjutnya. Lapisan pasif yang terbentuk mempunyai

potensial korosi yang tinggi atau inhibitor anodik menaikkan polarisasi anodik. Senyawa yang biasa digunakan sebagai inhibitor anodik adalah: kromat, nitrit, nitrat, molibdat, silikat, fosfat, borat.

2. Inhibitor Katodik

Inhibitor katodik menurunkan laju korosi dengan cara memperlambat reaksi katodik. Inhibitor katodik bereaksi dengan OH^- untuk mengendapkan senyawa-senyawa tidak larut pada permukaan logam sehingga dapat menghalangi masuknya oksigen. Contoh inhibitor tipe ini antara lain: Zn, CaCO_3 , Polifosfat (Butar-butur dan Sunaryo, 2011).

F. Baja Lunak

Baja dibedakan menjadi dua yaitu baja karbon dan baja padanan. Baja karbon adalah baja yang bukan hanya tersusun atas padanan besi dan karbon, tetapi juga unsur lain yang tidak mengubah sifat baja. Baja karbon diproduksi dalam bentuk balok, profil, lembaran dan kawat.

Jenis-jenis baja karbon antara lain:

1. Baja karbon rendah yang mengandung 0,022 – 0,3 % C yang dibagi menjadi empat bagian menurut kandungannya yaitu :
 - a. Baja karbon rendah mengandung 0,04 % C digunakan untuk plat-plat strip.
 - b. Baja karbon rendah mengandung 0,05 % C digunakan untuk badan kendaraan.
 - c. Baja karbon rendah mengandung 0,05 – 0,25 % C digunakan untuk konstruksi jembatan dan bangunan

d. Baja karbon rendah mengandung 0,05 – 0,3 % digunakan untuk baut paku keling, karena kepalanya harus di bentuk.

2. Baja karbon menengah

Baja karbon ini memiliki sifat –sifat mekanik yang lebih baik dari pada baja karbon rendah. Baja karbon menengah mengandung 0,3 – 0,6 % C dan memiliki ciri khas Lebih kuat dan keras dari pada baja karbon rendah, tidak mudah dibentuk dengan mesin, lebih sulit dilakukan untuk pengelasan dan dapat dikeraskan dengan baik.

3. Baja karbon tinggi.

Baja karbon tinggi memiliki kandungan antara karbon antara 0,6 – 1,7 % karbon memiliki ciri-ciri sangat kuat, dan getas/rapuh, sulit dibentuk mesin, mengandung unsur sulfur dan posfor, dan dapat dilakukan proses *heat treatment* dengan baik (Amanto dan Daryanto, 2006).

Pada penelitian ini digunakan baja berkarbon rendah dengan kadar karbon berkisar 0,04% yang diproses melalui pemanasan dan berupa lembaran, jenis ini dikenal dengan nama HRP. Contoh baja jenis ini seperti terdapat pada Gambar 1.



Gambar 1. *Hot Roller Plate* (sumber: www.tokobesionline.com)

G. Potensiostat

Potensiostat merupakan peralatan yang digunakan pada penelitian elektrokimia untuk mengamati fenomena yang terjadi selama proses korosi terjadi.

Potensiostat akan mengaplikasikan tegangan listrik inputan kepada benda uji sehingga nilai arus selama proses korosi dapat diperoleh. Peralatan potensiostat biasanya dilengkapi dengan tiga jenis elektroda yaitu:

a. Elektroda kerja (*working electrode*)

elektroda ini dibentuk dari logam benda uji yang akan diteliti, terkoneksi dengan sambungan listrik, dan permukaannya harus digerinda atau diampelas untuk menghilangkan oksida-oksida yang mungkin ada.

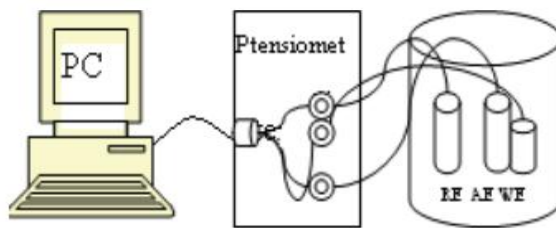
b. Elektroda bantu (*auxiliary electrode*)

elektroda yang khusus digunakan untuk mengalirkan arus hasil proses korosi yang terjadi dalam rangkaian sel.

c. Elektroda acuan (*reference electrode*)

suatu elektroda yang tegangan sirkuit terbukanya (*open-circuit potential*) konstan dan digunakan untuk mengukur potensial elektroda kerja.

Potensiostat *ER466* mempunyai tiga kabel, kabel kuning dihubungkan dengan elektroda acuan, kabel hijau dihubungkan dengan elektroda kerja dan kabel merah dihubungkan dengan elektroda bantu dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Sketsa mesin eDAQ dan benda uji (Butarbutar dan Febrianto, 2009)

Analisis data dengan EChem

EChem adalah suatu program yang biasa digunakan dalam penelitian elektrokimia. Dalam pelaksanaannya EChem ini dihubungkan dengan potensiostat sehingga arus yang dihasilkan pada setiap tegangan yang diberikan dapat direkam oleh komputer secara langsung. Dalam pengujian korosi ini digunakan potensio dinamik untuk melakukan analisis tafel dalam rangka mendapatkan data arus korosi (I_{corr}) dan laju korosi ($CorrRate$).

Arus data korosi yang diperoleh dari pertemuan garis ekstrapolasi dapat digunakan untuk menghitung laju korosi berdasarkan Persamaan 2.17:

$$R_{mpy} = 0,13 I_{corr} \frac{e}{\rho} \quad \dots\dots\dots (2.17)$$

R_{mpy} : laju korosi (*mili inch/year*)

I_{corr} : densitas arus korosi ($\mu A/cm^2$)

e : berat ekivalen material (g)

ρ : densitas material (g/cm^3) (Butarbutar dan Febrianto, 2009)

Untuk menentukan efisiensi inhibitor dengan nilai persen proteksinya menurut Persamaan 2.18:

$$\% \text{ proteksi } (\%EI) = \frac{I_{corr0} - I_{corr i}}{I_{corr0}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.18)$$

$\%EI$: persen efisiensi penghambatan;

I_{corr0} : arus sebelum ditambahkan inhibitor (mA)

$I_{corr i}$: arus sesudah ditambahkan inhibitor (mA). (Rastogi *et al.*, 2011).

H. Karakterisasi

Hasil penelitian yang diperoleh pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis*, $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$, dan analisis unsur C dan H menggunakan alat *microelemental analyzer*.

1. Spektrofotometer *IR* senyawa organotimah

Bila sinar inframerah dilewatkan melalui cuplikan, maka sejumlah frekuensi diserap sedangkan frekuensi yang lain diteruskan. di transmisikan tanpa diserap. Setiap ikatan mempunyai frekuensi rentangan/*stretching* dan bending yang karakteristik dan dapat menyerap sinar pada frekuensi tersebut (Sastrohamidjojo, 1985).

Spektra *IR* memberikan absorpsi yang bersifat aditif atau bisa juga sebaliknya, disebabkan karena *overtone* dari vibrasi-vibrasinya. Penurunan absorpsi disebabkan karena kesimetrian molekul, sensitifitas alat, dan aturan seleksi. Aturan seleksi yang mempengaruhi intensitas serapan *IR* ialah perubahan momen dipol selama vibrasi yang dapat menyebabkan molekul menyerap radiasi *IR*. Dengan demikian, jenis ikatan yang berlainan (C-H, C-C, atau O-H) menyerap radiasi *IR* pada panjang gelombang yang berlainan. Suatu ikatan dalam molekul dapat mengalami berbagai jenis getaran, oleh

sebab itu suatu ikatan tertentu dapat menyerap energi lebih dari satu panjang gelombang. Puncak-puncak yang muncul pada daerah $4000\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$ biasanya berhubungan dengan energi untuk vibrasi uluran diatomik. Daerahnya dikenal dengan *group frequency region* (Sudjadi, 1985).

Secara umum, spektrum serapan *IR* dapat dibagi menjadi tiga daerah:

- Inframerah dekat, dengan bilangan gelombang antara 14.300 hingga 4.000 cm^{-1} , fenomena yang terjadi ialah absorpsi *overtone* C-H.
- Inframerah sedang, dengan bilangan gelombang antara 4.000 hingga 650 cm^{-1} , fenomena yang terjadi ialah vibrasi dan rotasi.
- Inframerah jauh, dengan bilangan gelombang 650 hingga 200 cm^{-1} , fenomena yang terjadi ialah penyerapan oleh ligan atau spesi lainnya yang berenergi rendah.

Bilangan gelombang untuk gugus fungsi yang terdapat pada senyawa dibutyltin(IV) dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Bilangan gelombang untuk gugus fungsi-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa dibutyltin(IV)

Gugus fungsi	Referensi
Sn-Cl	390-310
Sn-Butil	740-660
Sn-O	800-400
Sn-O-C	1050-900
CO ₂ asimetris	1600-1400
CO ₂ simetris	1700-1550
C-H alifatik	2960-2850

(Hadi and Rilyanti, 2010)

2. Spektrofotometer *UV-Vis* senyawa organotimah

Pada Spektrofotometer *UV-Vis*, senyawa yang dianalisis akan mengalami transisi elektronik sebagai akibat penyerapan radiasi sinar *UV* dan sinar tampak oleh senyawa yang dianalisis. Transisi tersebut pada umumnya antara orbital ikatan atau pasangan elektron bebas dan orbital antiikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran perbedaan tingkat energi dari orbital-orbital. Agar elektron dalam ikatan sigma tereksitasi diperlukan energi paling tinggi dan memberikan serapan pada 120-200 nm ($1 \text{ nm} = 10^{-7} \text{ cm} = 10 \text{ \AA}$). Daerah ini dikenal sebagai daerah ultraviolet hampa, karena pada pengukuran tidak boleh ada udara, sehingga sukar dilakukan dan relatif tidak banyak memberikan keterangan untuk penentuan struktur.

Di atas 200 nm merupakan daerah eksitasi elektron dari orbital p, d, dan orbital π terutama sistem π terkonjugasi mudah pengukurannya dan spektrumnya memberikan banyak keterangan. Kegunaan spektrofotometer *UV-Vis* ini terletak pada kemampuannya mengukur jumlah ikatan rangkap atau konjugasi aromatik di dalam suatu molekul. Spektrofotometer ini dapat secara umum membedakan diena terkonjugasi dari diena tak terkonjugasi, diena terkonjugasi dari triena dan sebagainya. Letak serapan dapat dipengaruhi oleh substituen dan terutama yang berhubungan dengan substituen yang menimbulkan pergeseran dalam diena terkonjugasi dari senyawa karbonil (Sudjadi, 1985).

Elektron pada ikatan kovalen tunggal terikat dengan kuat dan diperlukan radiasi berenergi tinggi atau panjang gelombang yang pendek untuk

eksitasinya. Hal ini berarti suatu elektron dalam orbital ikatan (*bonding*) dieksitasikan ke orbital antiikatan. Identifikasi kualitatif senyawa organik dalam daerah ini jauh lebih terbatas daripada dalam daerah inframerah, dikarenakan pita serapan pada daerah *UV-Vis* terlalu lebar dan kurang terperinci. Tetapi gugus-gugus fungsional tertentu seperti karbonil, nitro, dan sistem tergabung menunjukkan puncak karakteristik dan dapat diperoleh informasi yang berguna mengenai ada tidaknya gugus tersebut dalam molekul (Day dan Underwood, 1998).

Spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada penelitian ini pada panjang gelombang 190-380 nm, dari *UV-Vis* akan dilihat perubahan serapan bilangan gelombang akibat perubahan gugus dari dibutyltin(IV) diklorida menjadi dibutyltin(IV) oksida serta senyawa hasil sintesis. Adanya penggantian ligan klorida dengan oksida atau asam klorobenzoat dapat menyebabkan efek hipokromik dan batokromik yang menyebabkan terjadi pergeseran bilangan gelombang (Sudjadi, 1985).

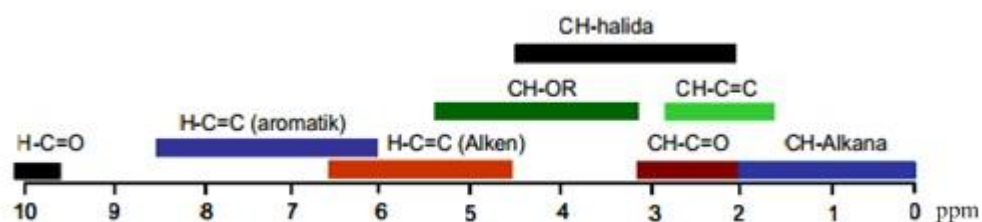
3. Resonansi Magnetik Nuklir (*NMR*)

Karakterisasi menggunakan $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$ merupakan alat yang paling efektif untuk menentukan struktur semua jenis senyawa. Pada $^1\text{H NMR}$ intensitas sinyal terintegrasi sebanding dengan jumlah inti yang relevan dengan sinyalnya. Hal ini sangat membantu dalam penentuan struktur, bahkan bila pergeseran kimia adalah satu-satunya informasi yang dihasilkan oleh spektroskopi *NMR*, ini sangat besar informasinya dalam penentuan

struktur. Dalam spektroskopi *NMR* juga dapat memberikan informasi tambahan yang terkait dengan kopling spin-spin (Takeuchi, 2006).

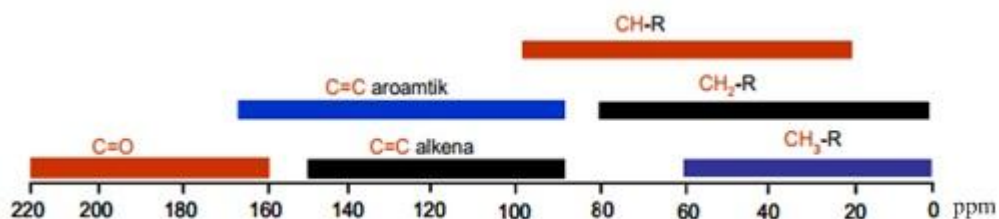
Sampel diletakkan di antara kedua kutub magnet dan disinari (iradiasi) dengan gelombang radio. Bila proton-proton membalik dari keadaan paralel ke keadaan anti paralel, penyerapan energy akan dideteksi oleh suatu indicator daya (*power*). Dalam suatu macam spectrometer *NMR*, radio frekuensinya dibuat tetap pada 60 MHz, sedangkan kuat medan luar (H_0) diubah-ubah dalam suatu *range* kecil, dan frekuensi absorpsi direkam untuk berbagai H_0 . Jadi spektrum *NMR* ialah grafik dari banyaknya energy yang diserap (*I* atau intensitas) versus kuat medan magnet. Proton yang lebih mudah terbalik akan menyerap energy pada H_0 lebih rendah dan menimbulkan *peak* bawah-medan (*downfield*, lebih ke kiri), proton yang sukar membalik akan menyerap energy pada H_0 lebih tinggi dan menimbulkan *peak* atas-medan (*upfield*, lebih ke kanan) (Fessenden and Fessenden, 1982).

Pada ^1H *NMR*, setiap proton dalam molekul dikelilingi elektron, sehingga menimbulkan sedikit perbedaan lingkungan elektronik dari satu proton dengan proton lainnya. Proton – proton dilindungi oleh elektron – elektron yang mengelilinginya sehingga efek dari perlindungan elektron menghasilkan medan magnet yang disebut dengan nilai pergeseran kimia (*chemical shift*). Pergeseran kimia memiliki simbol δ , yang dinyatakan sebagai bagian tiap juta (ppm) dari frekuensi radio yang digunakan (McMurry, 2008; Lambert and Mazolla, 2004). Rentang pergeseran ^1H -*NMR* disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. $^1\text{H-NMR}$
 Sumber: Silverstein *et al.*, 2005.

Pergeseran sinyal $^{13}\text{C NMR}$ dan bentuk sinyal dari gugus metil (CH_3) berbentuk quartet (q), metilen (CH_2) berbentuk triplet (t), metin berbentuk doublet (d) sedangkan karbon quartener berbentuk singlet (s) dan rentang pergeseran $^{13}\text{C NMR}$ dari 0 – 220 ppm (Ramiro *et al.*, 2012; Yu-Chia *et al.*, 2012; Wyk *et al.*, 2007; Joseph, 1999; Roe, 1996). Rentang pergeseran $^{13}\text{C-NMR}$ disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. $^{13}\text{C-NMR}$
 Sumber: Silverstein *et al.*, 2008

4. *Microelemental analyzer*

Alat yang digunakan untuk menentukan kandungan unsur penyusun suatu senyawa adalah *microelemental analyzer*. Unsur yang umum ditentukan adalah karbon (C), hidrogen (H), nitrogen (N), dan sulfur (S). Alat yang biasanya digunakan untuk tujuan mikroanalisis ini dikenal sebagai CHNS

microelemental analyzer. Hasil yang diperoleh dari mikroanalisis ini dibandingkan dengan perhitungan secara teori. Walaupun seringkali hasil yang diperoleh berbeda, perbedaan biasanya antara 1–5%, namun analisis ini tetap sangat bermanfaat untuk mengetahui kemurnian suatu sampel (Costecsh Analytical Technologies, 2011).

Prinsip dasar dari *microelemental analyzer* yaitu sampel dibakar pada suhu tinggi. Produk yang dihasilkan dari pembakaran tersebut merupakan gas yang telah dimurnikan kemudian dipisahkan berdasarkan masing-masing komponen dan dianalisis dengan detektor yang sesuai. Pada dasarnya, sampel yang diketahui jenisnya dapat diperkirakan beratnya dengan menghitung setiap berat unsur yang diperlukan untuk mencapai nilai kalibrasi terendah atau tertinggi (Caprette, 2007).