

**SINTESIS SENYAWA TURUNAN IMIDAZOL DAN
PENENTUAN AKTIVITAS INHIBISI KOROSINYA PADA
PERMUKAAN BAJA KARBON**

DISERTASI

**Karya tulis sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Doktor dari
Institut Teknologi Bandung**

Oleh

DEANA WAHYUNINGRUM

NIM: 30504013



INSTITUT TEKNOLOGI BANDUNG

2008

**SINTESIS SENYAWA TURUNAN IMIDAZOL DAN
PENENTUAN AKTIVITAS INHIBISI KOROSINYA PADA
PERMUKAAN BAJA KARBON**

Oleh
DEANA WAHYUNINGRUM
NIM: 30504013

Institut Teknologi Bandung

Menyetujui
Tim Pembimbing

Tanggal.....

Ketua

Dr. Sadijah Achmad, DEA

Anggota

Anggota

Dr. Yana Maolana Syah

Prof. Dr. Buchari

ABSTRAK

**SINTESIS SENYAWA TURUNAN IMIDAZOL DAN PENENTUAN
AKTIVITAS INHIBISI KOROSINYA PADA PERMUKAAN BAJA
KARBON**

Oleh
Deana Wahyuningrum
NIM: 30504013

Korosi merupakan salah satu masalah pelik di pertambangan minyak dan gas bumi di seluruh dunia, yang secara ekonomi maupun dampak lingkungannya merugikan. Kajian mengenai penanggulangan korosi telah dilakukan sejak tahun 1940-an, dimana senyawa turunan imidazol memegang peranan penting sebagai inhibitor korosi. Jenis dan posisi substituen pada kerangka imidazol yang telah dipelajari dan digunakan sebagai inhibitor korosi masih relatif terbatas, sehingga studi dan sintesis senyawa turunan imidazol masih perlu dikembangkan, terutama untuk mempelajari mekanisme inhibisi korosinya pada logam baja karbon. Berdasarkan berbagai studi, senyawa organik yang berpotensi sebagai inhibitor korosi adalah senyawa heterosiklik yang bersifat hidrofob dengan substituen alifatik maupun aromatik. Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis beberapa senyawa turunan imidazol dengan substituen alifatik maupun aromatik yang bersifat hidrofob yang berpotensi sebagai inhibitor korosi, serta menentukan aktivitas inhibisi korosinya pada baja karbon. Data hasil penentuan aktivitas inhibisi korosi senyawa imidazol hasil sintesis kemudian dianalisis untuk memperoleh beberapa parameter termodinamika, sehingga dapat dipelajari mekanisme inhibisi korosi senyawa turunan imidazol tersebut. Hal baru dalam penelitian ini adalah pengembangan dan modifikasi variasi fasa pendukung dalam sintesis dengan metode MAOS (*Microwave Assisted Organic Synthesis*). Kajian unggulan dalam penelitian ini adalah pembahasan hubungan antara struktur senyawa turunan 4,5-difenilimidazol dan 1-benzil-2-fenilbenzimidazol dengan aktivitas dan mekanisme inhibisi korosinya pada baja karbon, karena sejauh ini belum ada pembahasan serupa untuk kelompok senyawa tersebut. Senyawa turunan 4,5-difenilimidazol dipilih sebagai model, karena berbagai studi menunjukkan bahwa adanya gugus fenil tersubstitusi pada cincin imidazol meningkatkan daya inhibisi korosinya. Senyawa turunan azosin heptadesil/heptadekenil tersubstitusi disintesis sebagai senyawa pembanding, karena strukturnya mirip dengan imidazolin oleat, inhibitor korosi komersial di berbagai industri minyak dan gas bumi. Dalam penelitian ini, telah disintesis 19 (sembilan belas) senyawa, yaitu imidazol taktersubstitusi, turunan 4,5-difenilimidazol (12 senyawa), benzimidazol (3 senyawa) dan azosin (3 senyawa), menggunakan metode konvensional (refluks) dan metode MAOS. Metode MAOS memiliki keunggulan daripada metode konvensional dalam hal waktu reaksi yang lebih singkat (50 – 100 kali) dan rendemen produk yang lebih baik (1,5 – 10% lebih banyak). Penentuan struktur senyawa hasil sintesis menggunakan

spektrofotometri massa, infra merah dan resonansi magnet inti. Senyawa turunan imidazol yang disintesis adalah: 1*H*-imidazol, 4,5-difenil-1*H*-imidazol, 2-etil-4,5-difenil-1*H*-imidazol, 2-heksil-4,5-difenil-1*H*-imidazol, 2,4,5-trifenil-1*H*-imidazol, 2-(4-metoksifenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol, 1-(2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol-1-il)etanol, (*E*)-2-etil-4,5-difenil-1-(prop-1-enil)-1*H*-imidazol, (*E*)-1-(hept-1-enil)-2-heksil-4,5-difenil-1*H*-imidazol, 2-heksil-4,5-difenil-1-vinil-1*H*-imidazol, 2,4,5-trifenil-1-vinil-1*H*-imidazol, 2-(4-metoksifenil)-4,5-difenil-1-vinil-1*H*-imidazol, (*E*)-*N*-etiliden-1-(2-heksil-4,5-difenil-1*H*-imidazol-1-il)propan-2-amina, benzimidazol, 1-benzil-2-fenil-1*H*-1,3-benzimidazol, 2-fenil-1*H*-1,3-benzimidazol, (*Z*)-2-((*Z*)-heptadek-8'-enil)-1,4,5,6,7,8-heksahidro-1,3,6-triazosin, (*Z*)-2-((*Z*)-heptadek-8'-enil)-5,6,7,8-tetrahidro-4*H*-1,3,6-oksadiazosin dan (*Z*)-2-heptadesil-1,4,5,6,7,8-heksahidro-1,3,6-triazosin.

Semua senyawa produk sintesis ditentukan daya inhibisi korosinya menggunakan metode Tafel dalam larutan elektrolit NaCl 1% (w/v). Sebagai pembandingan, dilakukan pula pengukuran daya inhibisi korosi beberapa senyawa turunan imidazol menggunakan metode EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*). Hasil pengukuran daya inhibisi korosi menggunakan metode EIS maupun Tafel menunjukkan nilai yang saling bersesuaian. Analisis hubungan antara struktur dan daya inhibisi korosi senyawa turunan imidazol hasil sintesis menunjukkan bahwa faktor yang meningkatkan daya inhibisi korosi adalah adanya kerapatan elektron yang tinggi, gugus pendorong elektron, tambahan perpanjangan resonansi elektron phi (π) dengan sistem aromatik imidazol, gugus imina ($-C=N-$) dan keplanaran molekul. Kerapatan elektron yang tinggi dalam struktur senyawa turunan imidazol diperlukan untuk peningkatan daya adsorpsinya pada baja karbon. Adanya gugus penarik elektron dan faktor halangan sterik oleh substituen yang meruah dalam struktur senyawa turunan imidazol merupakan faktor yang menurunkan daya inhibisi korosi. Kenaikan konsentrasi senyawa turunan imidazol dalam larutan NaCl 1% (w/v) meningkatkan daya inhibisi korosi pada baja karbon sampai batas optimum tertentu. Penentuan energi bebas Gibbs adsorpsi (ΔG_{ads}^0), melalui analisis isoterm adsorpsi Langmuir dan Temkin, maupun penentuan energi pengaktifan, E_a , proses korosi dan energi bebas Gibbs teraktifkan, ΔG^* , sama-sama menguatkan hipotesis mengenai potensi senyawa turunan imidazol hasil sintesis sebagai inhibitor korosi pada baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v) melalui mekanisme adsorpsi pada permukaan baja karbon. Semua nilai ΔG_{ads}^0 untuk setiap senyawa imidazol hasil sintesis yang dianalisis memiliki nilai negatif, sedangkan nilai E_a dan ΔG^* bernilai positif, yang mengindikasikan kespontanan proses adsorpsi senyawa pada permukaan baja karbon. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa turunan imidazol hasil sintesis berpotensi untuk menginhibisi korosi baja karbon melalui pembentukan lapisan tunggal secara semifisiosorpsi maupun semikemisorpsi pada permukaan logam. Dengan demikian, semua senyawa turunan imidazol hasil sintesis dalam penelitian ini berpotensi sebagai inhibitor korosi pada logam baja karbon.

Kata kunci: senyawa turunan imidazol, inhibitor korosi, refluks, MAOS (*Microwave Assisted Organic Synthesis*), baja karbon, Tafel, EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*), isoterm adsorpsi, Langmuir, Temkin

ABSTRACT

**THE SYNTHESIS OF IMIDAZOLE DERIVATIVE COMPOUNDS AND
THE DETERMINATION OF THEIR CORROSION INHIBITION
ACTIVITIES TOWARD CARBON STEEL SURFACE**

By
Deana Wahyuningrum
NIM: 30504013

Corrosion is one of major problems in oil and gas industries all over the world, which causes great loss economically and environmentally. The studies concerning corrosion prevention have been carried out since 1940s, where imidazole derivative compounds held important rule as corrosion inhibitor. The various functional groups and their position on imidazole structure used as corrosion inhibitor are limited and still need to be improved. Therefore the study concerning the variation and modification of functional groups on imidazole structures should be developed to study their corrosion inhibition mechanism on carbon steel. Based on many reported studies, the organic compounds, which have potent as corrosion inhibitors, are hydrophobic heterocyclic compounds having aromatic and/or aliphatic substituents. The objectives of this research is to synthesize some hydrophobic imidazole derivative compounds substituted with aliphatic and/or aromatics that are potential as corrosion inhibitor, and to determine their corrosion inhibition activities toward carbon steel. The data collected from the corrosion inhibition activities study was analyzed to obtain some thermodynamic parameters needed to study the corrosion inhibition mechanism of imidazole derivatives compounds. The novel contribution of this research is the development and modification of various supported phases to synthesize imidazole compounds utilizing microwave assisted organic synthesis (MAOS) method. Furthermore, the discussion about corrosion inhibition mechanism of 4,5-diphenylimidazole derivative compounds and 1-benzyl-2-phenylbenzimidazole, as well as the relationship between structure and their corrosion inhibition activities became the strong point of this research, because so far the study of corrosion inhibition mechanism of this group have not been endeavored before. The 4,5-diphenylimidazole was chosen as corrosion inhibitor model, since it has been reported that the presence of phenyl groups attached to imidazole ring would increase its corrosion inhibition activity. Azocine heptadecyl/heptadecenyl substituted compounds were also synthesized as reference molecules, since these compounds have similar structure with oleic imidazoline that have been widely and commercially used in oil and gas industries. In this study, 19 (nineteen) compounds have been synthesized utilizing conventional (reflux) and MAOS method, which were unsubstituted imidazole, twelve 4,5-diphenylimidazole derivatives, three benzimidazole derivatives, and three azocine derivatives. The MAOS method showed advantages in shorter reaction times (50 – 100 times) and higher chemical yields (1,5 – 10% times)

compared to the conventional one. The structure characterization of synthesized products utilized mass spectrophotometer, infrared, and nuclear magnetic resonance spectroscopy. The synthesized imidazole derivatives were: 1*H*-imidazole, 4,5-diphenyl-1*H*-imidazole, 2-ethyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole, 2-hexyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole, 2,4,5-triphenyl-1*H*-imidazole, 2-(4-methoxyphenyl)-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole, 1-(2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole-1-yl)ethanol, (*E*)-2-ethyl-4,5-diphenyl-1-(prop-1-enyl)-1*H*-imidazole, (*E*)-1-(hept-1-enyl)-2-hexyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole, 2-hexyl-4,5-diphenyl-1-vinyl-1*H*-imidazole, 2,4,5-triphenyl-1-vinyl-1*H*-imidazole, 2-(4-methoxyphenyl)-4,5-diphenyl-1-vinyl-1*H*-imidazole, (*E*)-*N*-ethylidene-1-(2-hexyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole-1-yl)propan-2-amine, benzimidazole, 1-benzyl-2-phenyl-1*H*-1,3-benzimidazole, 2-phenyl-1*H*-1,3-benzimidazole, (*Z*)-2-((*Z*)-heptadec-8-enyl)-1,4,5,6,7,8-hexahydro-1,3,6-triazocine, (*Z*)-2-((*Z*)-heptadec-8-enyl)-5,6,7,8-tetrahydro-4*H*-1,3,6-oxadiazocine and (*Z*)-2-heptadecyl-1,4,5,6,7,8-hexahydro-1,3,6-triazocine.

The corrosion inhibition activities determination of synthesized products utilized Tafel method in 1% (w/v) NaCl solution. As comparison, the corrosion inhibition activities determination also utilized EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy) method. The comparison between data from Tafel and EIS method showed the correlated value of corrosion inhibition activities of imidazole derivatives. The relationship between structure of synthesized imidazole derivatives and their corrosion inhibition activities analysis showed that the high electron density, the presence of electron donating group, the elongation of phi (π) electron resonance within imidazole aromatic rings, the imines ($-C=N$) group, and the planarity of structure are the factors cause the improvement of corrosion inhibition activity. The high electron density within imidazole derivatives structure is needed to improve the adsorption capacity on carbon steel surface. The presences of electron withdrawing groups and steric effect of bulky substituents on imidazole structure are the factors cause the decrease in corrosion inhibition activity. The increase in concentration of imidazole derivative compound in 1% (w/v) NaCl solution tends to increase its corrosion inhibition activity to an optimum extent. The determination of adsorption free Gibbs energy (ΔG_{ads}^0) by the analysis of Langmuir and Temkin adsorption isotherms, as well as the determination of activation energy, E_a , and activated state free Gibbs energy, ΔG^* , have the close relationship that strengthen the hypothesis concerning the potent of the synthesized imidazole derivatives as corrosion inhibitor towards carbon steel in 1% (w/v) NaCl solution through the adsorption mechanism process on carbon steel surface. All of the ΔG_{ads}^0 value of each synthesized imidazole derivatives is negative, whereas the value of E_a and ΔG^* are positives, indicating that the synthesized compounds have the potent to inhibit the corrosion process of carbon steel through the monolayer formation on metal surface, via semi-physiosorption and/or semi-chemisorptions. In conclusion, all of synthesized imidazole derivatives are potential as corrosion inhibitors toward carbon steel.

Keywords: imidazole derivatives, corrosion inhibitor, reflux, MAOS (*Microwave Assisted Organic Synthesis*), carbon steel, Tafel, EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*), adsorption isotherm, Langmuir, Temkin

PEDOMAN PENGGUNAAN DISERTASI

Disertasi Doktor yang tidak dipublikasikan terdaftar dan tersedia di Perpustakaan Institut Teknologi Bandung, dan terbuka untuk umum dengan ketentuan bahwa hak cipta ada pada pengarang dengan mengikuti aturan HaKI yang berlaku di Institut Teknologi Bandung. Referensi kepustakaan diperkenankan dicatat, tetapi pengutipan atau peringkasan hanya dapat dilakukan seizin pengarang dan harus disertai dengan kebiasaan ilmiah untuk menyebutkan namanya.

Memperbanyak atau menerbitkan sebagian atau seluruh disertasi haruslah seizin Dekan Sekolah Pascasarjana, Institut Teknologi Bandung.

فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.

(Q.S. Al-Insyirah 5-6)

Dipersembahkan kepada:

Suami tercinta, Hafziardhi (especially for you, always; you're the best!);

orang tua kami tercinta: Mamah, Papih (alm. Didih R. Galih), Ibu dan Bapak

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena atas segala karunia dan rahmat-Nya maka disertasi ini dapat diselesaikan.

Penulis ingin menyampaikan terima kasih yang tulus kepada:

1. Sekolah Pascasarjana ITB, atas kesempatan, fasilitas, sarana dan prasarana yang diberikan selama program doktor penulis.
2. Dr. Sadijah Achmad, DEA, Dr. Yana Maolana Syah dan Prof. Dr. Buchari, sebagai Tim Pembimbing penulis, atas segala bimbingan, masukan, saran, bantuan, dan nasehatnya selama penelitian dan selama penulisan disertasi.
3. Suami tercinta: Hafziardhi, Mamah, Papih (alm. Didih R. Galih), Ibu, Bapak, adik-adikku (Jajat, Hadi), kakak-kakakku (Aa Yuyun, Teh Ade, Uda, Mbak Esna, Aa Ilman dan Anti), keponakan-keponakan tersayang, dan seluruh keluarga besar yang senantiasa memberikan cinta, doa, dorongan, inspirasi dan motivasi kepada penulis selama ini.
4. Prof. Katsuhiko Inomata dari Kanazawa University, Japan, sebagai supervisor yang sangat baik dan bijaksana, yang telah memberikan wawasan dan masukan kepada penulis mengenai kimia organik, mekanisme reaksi dan penentuan struktur senyawa hasil sintesis secara spektrofotometri RMI.
5. Dr. Jalifah Latip (Universiti Kebangsaan Malaysia, Malaysia), Prof. Dieter Ziessow (Technische Universitaat Berlin, Jerman) dan Dr. Andreas Schaeffer (Frei Universitaat Berlin, Jerman) yang telah membantu penulis di dalam pengukuran RMI senyawa-senyawa hasil sintesis.
6. Prof. Susanto Imam Rahayu yang membuka kesempatan kepada penulis untuk mengikuti studi RMI selama satu bulan di TU Berlin, Jerman.
7. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional Republik Indonesia, serta Institut Teknologi Bandung atas bantuan Beasiswa Pendidikan Pascasarjana (BPPs) yang diterima selama pendidikan program doktor penulis.

8. Seluruh staf akademik dan karyawan Program Studi Kimia, FMIPA – ITB beserta seluruh staf FMIPA – ITB, yang telah mendukung dan membantu dalam berbagai hal kepada penulis selama ini.
9. Dr. Bambang Ariwahjoedi, MSc.Tech dan Dr. Bunbun Bundjali, yang sejak awal selalu membantu, memberikan wawasan dan masukan kepada penulis mengenai korosi dan inhibisi korosi.
10. Dr. Muhamad Abdulkadir Martoprawiro dan Dr. I Nyoman Marsih, yang selalu sabar memberikan pencerahan dan pengarahan keilmuan mengenai kimia fisik, baik aspek termodinamika maupun kinetika kimia.
11. M. Nur Heriawan dan Dr. Ahmad Almehti (United Arab Emirates University) yang telah membantu penulis dalam penelusuran literatur, terutama untuk penelusuran senyawa dalam *Chemical Abstracts* dengan piranti lunak SciFinder^(R).
12. Mbak Irma, Nuning, Reza Brahma dan Mbak Anna yang saling memberikan dukungan dan masukan kepada penulis.
13. Pak Yayan, Bu Noerati, Pak Masykuri, Pak Hadi, Pak Iqbal, Pak Haryoto, Bu Heni, Bu Prima, Bu Hera, Pak Aman, Pak Rahmat dan semua rekan S3, atas kebersamaan, kerjasama dan saling tukar pikiran selama menjalani studi di Kimia ITB.
14. Semua pihak yang tak dapat disebutkan satu persatu, yang telah memberikan dukungan dan bantuan, secara moral maupun material, kepada penulis selama menjalani studi program doktor ini.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan disertasi ini. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan untuk menyempurnakan disertasi ini. Semoga disertasi ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Bandung, Januari 2008

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN DISERTASI	v
UCAPAN TERIMA KASIH	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR DAN ILUSTRASI	xiii
DAFTAR TABEL	xxiii
DAFTAR TABEL	xxiii
DAFTAR LAMPIRAN	xxvii
DAFTAR LAMPIRAN	xxvii
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xxviii
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xxviii
Bab I Pendahuluan	1
I.1 Latar Belakang Permasalahan	1
I.2 Ruang Lingkup dan Batasan Penelitian	5
I.3 Hipotesis	6
I.4 Tujuan Penelitian	7
I.5 Metodologi Penelitian	7
I.6 Sistematika Disertasi	9
Bab II Tinjauan Pustaka	10
II.1 Senyawa Imidazol dan Turunannya	10
II.1.1 Senyawa Turunan Imidazol dan Sifat-sifatnya	10
II.1.2 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol	11
II.2 Korosi dan Mekanisme Inhibisi Korosi	18
II.2.1 Proses Korosi	18
II.2.2 Inhibitor Korosi Organik dan Mekanisme Inhibisi Korosi	20
II.2.3 Efisiensi Inhibitor Korosi	23
II.3 Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro (<i>Microwave Assisted Organic Synthesis Method</i> , MAOS)	31
Bab III Percobaan dan Hasil	38
III.1. Umum	38
III.2 Bahan dan Alat yang Digunakan dalam Penelitian	41
III.3 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol	46
III.3.1 Sintesis Senyawa α -Hidroksikarbonil	46
III.3.2 Sintesis Senyawa Dikarbonil	47

III.3.3 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol dengan Metode Konvensional.....	48
III.3.4 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol Menggunakan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro (Metode MAOS)	50
III.3.4.1 Sintesis Senyawa Turunan 4,5-Difenilimidazol Menggunakan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro Berfasa Pendukung Alumina atau Kaolin.....	50
III.3.4.2 Sintesis Senyawa Turunan 4,5-difenilimidazol Menggunakan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro Tanpa Fasa Pendukung	52
III.3.4.3 Sintesis Senyawa Turunan 4,5-Difenilimidazol Tersubstitusi pada C(2) dan N(1) Cincin Imidazol Menggunakan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro Tanpa Fasa Pendukung	55
III.3.4.4 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol Fusi (Benzimidazol) Menggunakan Metode Konvensional dan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro	58
III.3.4.5 Sintesis Senyawa Heterosiklik Turunan Triazosin dan Oksadiazosin dengan Metode Konvensional dan Metode Sintesis Organik dengan Gelombang Mikro	61
III.4 Pengukuran Daya Inhibisi Korosi Senyawa Turunan Imidazol	64
Bab IV Hasil dan Pembahasan.....	65
IV.1 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol.....	65
IV.1.1 Sintesis Senyawa Dikarbonil sebagai Prekursor dalam Sintesis Senyawa Turunan Imidazol.....	70
IV.1.2 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Imidazol Taktersubstitusi: Senyawa 1	79
IV.1.3 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5-Difenilimidazol: Senyawa 12.....	81

IV.1.4 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- Difenilimidazol: Senyawa 13	82
IV.1.5 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- Difenilimidazol: Senyawa 14	85
IV.1.6 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- Difenilimidazol: Senyawa 15	88
IV.1.7 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- Difenilimidazol: Senyawa 16	90
IV.1.8 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 17	94
IV.1.9 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 18	98
IV.1.10 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 19	109
IV.1.11 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 20	114
IV.1.12 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 21	119
IV.1.13 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 22 dan Analisis Strukturnya	122
IV.1.14 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan 4,5- difenilimidazol: Senyawa 23	125
IV.2 Sintesis Senyawa Turunan Imidazol Fusi (Benzimidazol) dengan Prekursor <i>o</i> -Fenilendiamina dan Analisis Strukturnya	131
IV.2.1 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Benzimidazol Taktersubstitusi (Senyawa 25)	132
IV.2.2 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Benzimidazol Tersubstitusi: Senyawa 26	134
IV.2.3 Sintesis dan Analisis Struktur Senyawa Turunan Benzimidazol: Senyawa 27	139
IV.3 Sintesis Senyawa Heterosiklik Triazosin dan Oksadiazosin	143
IV.3.1 Sintesis Senyawa Turunan Triazosin: Senyawa 28	144
IV.3.2 Sintesis Senyawa Turunan Oksadiazosin: Senyawa 29	153

IV.3.3 Sintesis Senyawa Turunan Triazosin: Senyawa 30	161
IV.4 Pemilihan Metode Sintesis Senyawa Turunan Imidazol	166
IV.5 Pemilihan Metode Sintesis Senyawa Turunan Benzimidazol	176
IV.6 Pemilihan Metode Sintesis Senyawa Turunan Triazosin dan Oksadiazosin	183
IV.7 Hubungan antara Struktur dan Daya Inhibisi Korosi Senyawa Turunan Imidazol	187
IV.7.1 Penentuan dan Analisis Daya Inhibisi Korosi Senyawa Turunan Imidazol, Triazosin dan Oksadiazosin Menggunakan Metode Tafel dan EIS	188
IV.7.2 Analisis Mekanisme Proses Adsorpsi pada Permukaan Logam Baja Karbon oleh Senyawa Turunan Imidazol Berdasarkan Metode Tafel	223
Bab V Kesimpulan dan Saran	257
DAFTAR PUSTAKA	260
RIWAYAT HIDUP	270
LAMPIRAN	272

DAFTAR GAMBAR DAN ILUSTRASI

Gambar I.1 Struktur senyawa imidazol, histidin dan histamin	3
Gambar 1.2 Senyawa turunan imidazol yang digunakan di bidang pengobatan dan farmasi, yaitu Metronidazole, Losartan, Bifonazole dan Clotrimazole	4
Gambar II.1 Struktur imidazol dan penomorannya menurut IUPAC (Gilchrist, 1997)	10
Gambar II.2 Sintesis imidazol tak tersubstitusi (Katritzky dan Boulton, 1970; Gilchrist, 1997; Hardace <i>et al.</i> , 2001)	11
Gambar II.3 Sintesis imidazol tak tersubstitusi pada posisi 2 cincin dengan reaksi Bredereck (Gilchrist, 1997).....	12
Gambar II.4 Sintesis 2-aminoimidazol tersubstitusi dengan reaksi Marckwald (Gilchrist, 1997)	13
Gambar II.5 Sintesis imidazol tritersubstitusi dengan reaksi Debus (Gilchrist, 1997; Frantz <i>et al.</i> , 2004)	13
Gambar II.6 Sintesis imidazol 1,2,5-tritersubstitusi (Kamireddy dan Murray, 1996; Katritzky dan Singh, 2003)	14
Gambar II.7 Sintesis satu tahap imidazol 1,2,4,5-tetratersubstitusi (Frantz <i>et al.</i> , 2004)	14
Gambar II.8 Sintesis metilimidazolin dan metilimidazolidin (Cruz <i>et al.</i> , 2004).	15
Gambar II.9 Sintesis imidazol 2,4,5-tritersubstitusi dengan bantuan <i>microwave</i> (Usyatinsky dan Khmelnitsky, 2000; Kappe, 2004)	15
Gambar II.10 Sintesis imidazol 2,4,5-tritersubstitusi dengan bantuan <i>microwave</i> (Wolkenberg <i>et al.</i> , 2004)	15
Gambar II.11 Sintesis imidazol fusi dengan bantuan <i>microwave</i> (Varma, 2001; Nagendrappa, 2002)	16
Gambar II.12 Sintesis senyawa turunan imidazol tri- dan tetra-tersustituti dengan metode MAOS menggunakan zeolit atau silika gel sebagai fasa pendukung (Caddick, 1995; Osman dan Shalaby, 2002; Kappe, 2004)	17
Gambar II.13 Sintesis senyawa turunan imidazol fusi dengan metode MAOS menggunakan garam KHSO ₄ (Ben-Alloum <i>et al.</i> , 1998; Akamatsu <i>et</i>	

<i>al.</i> , 2002; Sisko dan Mellinger, 2002; Frantz <i>et al.</i> , 2004; Abdel-Jalil <i>et al.</i> , 2005)	17
Gambar II.14 Sintesis senyawa turunan imidazol fusi dengan metode MAOS menggunakan <i>Montmorillonite</i> K-10 sebagai fasa pendukung (Perumal <i>et al.</i> , 2004)	18
Gambar II.15 Proses korosi (Kuznetsov, 2002)	20
Gambar II.16 Proses adsorpsi inhibitor korosi pada permukaan logam (Veawab <i>et al.</i> , 1997; Kalman <i>et al.</i> , 2004; Lopez <i>et al.</i> , 2004)	21
Gambar II.17 Kurva ekstrapolasi Tafel (Perez, 2004); $E_{o,H}$ dan $E_{o,M}$, adalah potensial rangkaian terbuka untuk hidrogen dan logam; $i_{o,H}$ dan $i_{o,M}$, adalah kerapatan arus pertukaran dan i_L adalah kerapatan arus pembatas.....	25
Gambar II.18 Diagram Stern atau kurva ekstrapolasi Tafel logam besi dalam larutan asam (Perez, 2004); $E_{o,H}$ dan $E_{o,Fe}$, adalah potensial rangkaian terbuka untuk hidrogen dan logam besi; $i_{o,H}$ dan $i_{o,Fe}$, adalah kerapatan arus pertukaran hidrogen dan logam besi.....	27
Gambar II.19 Rangkaian listrik ekivalen untuk sistem elektrokimia dengan mekanisme transfer muatan (a) dan kontrol difusi (b) (Perez, 2004) .	28
Gambar II.20 Aluran atau plot <i>Nyquist</i> ideal impedansi untuk sirkuit elektrokimia yang mengikuti mekanisme kontrol-muatan (Perez, 2004)	29
Gambar II.21 Aluran atau plot <i>Nyquist-Warburg</i> skematis untuk kontrol difusi .	30
Gambar II.22 Alat penentuan laju korosi secara elektrometri (Veawab <i>et al.</i> , 1997)	31
Gambar II.23 Jumlah artikel mengenai sintesis organik dan anorganik menggunakan <i>microwave</i> yang dipublikasikan pada kurun waktu 1970 – 1999 (Lidstorm <i>et al.</i> , 2001)	33
Gambar II.24 Spektrum Gelombang Elektromagnet (Kappe, 2004)	33
Gambar II.25 Partikel-partikel bermuatan dalam larutan akan mengikuti muatan medan listrik yang diterapkan (gambar kiri). Molekul-molekul dipol yang berusaha untuk menyelaraskan diri dengan medan listrik (gambar kanan) (Lidstorm <i>et al.</i> , 2001).....	35

Gambar III.1 Skema metodologi penelitian sintesis senyawa turunan imidazol sebagai inhibitor korosi	40
Gambar III.2 Peralatan reaksi untuk sintesis senyawa turunan imidazol.....	43
Gambar III.3 Beberapa contoh <i>syringe</i> dan <i>needles</i> untuk sintesis	43
Gambar III.4 Reaktor sistem vakum untuk reaksi yang rentan udara (Leonard, 1998)	44
Gambar III.5 Contoh rangkaian <i>rotary evaporator</i>	44
Gambar IV.1 Senyawa imidazol dan benzimidazol yang telah dipelajari dan diaplikasikan sebagai inhibitor korosi.....	66
Gambar IV.2 Senyawa 2,4,5-trifenil-1 <i>H</i> -imidazol, 2-fenil-1 <i>H</i> -benzimidazol, dan 1-benzil-2-fenil-1 <i>H</i> -benzimidazol yang berpotensi sebagai kandidat inhibitor korosi	66
Gambar IV.3 Senyawa turunan azosin (a) dan imidazolin oleat (b) yang diaplikasikan sebagai inhibitor korosi komersial.....	67
Gambar IV.4 Rancangan diskoneksi dan sintesis senyawa 2,4,5-trifenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	68
Gambar IV.5 Skema rancangan sintesis senyawa inhibitor korosi turunan imidazol dan senyawa inhibitor korosi pembandingnya (senyawa turunan azosin)	70
Gambar IV.6 Skema sintesis senyawa dikarbonil dari prekursor aldehid (Wilcox dan Wilcox, 1998; Balalaie <i>et al.</i> , 2003).....	71
Gambar IV.7 Spektrum HMBC untuk hubungan antara atom hidrogen dan karbon (korelasi HMBC ($^1\text{H} \Leftrightarrow ^{13}\text{C}$)) dalam struktur senyawa bibenzoil (10)	75
Gambar IV.8 Spektrum HMQC untuk hubungan antara atom hidrogen dan karbon dalam struktur senyawa bibenzoil (10)	76
Gambar IV.9 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa α -hidroksi karbonil dari prekursor aldehid dengan katalis tiamin.HCl, dilanjutkan dengan oksidasi senyawa α -hidroksi karbonil menjadi senyawa dikarbonil (Grimmett, 1997; Wilcox dan Wilcox, 1998)	78
Gambar IV.10 Pola fragmentasi senyawa 13 berdasarkan data spektrofotometri massa	85

Gambar IV.11 Pola fragmentasi senyawa 14 berdasarkan data spektrofotometri massa	88
Gambar IV.12 Pola fragmentasi senyawa 16 berdasarkan data spektrofotometri massa	93
Gambar IV.13 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk sintesis senyawa imidazol (1) dan imidazol tritersubstitusi (12, 13, 14, 15 dan 16) sebagai produk reaksi antara prekursor dikarbonil dengan aldehid	94
Gambar IV.14 Pola fragmentasi senyawa 17 berdasarkan data spektrofotometri massa	96
Gambar IV.15 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk sintesis senyawa 1-(2-metil-4,5-difenylimidazol-1-il)etanol (17)	98
Gambar IV.16 Spektrum COSY yang menampilkan hubungan antara atom-atom hidrogen dalam struktur senyawa 18	103
Gambar IV.17 Spektrum HMBC yang menampilkan hubungan antara atom hidrogen dan atom karbon (korelasi HMBC ($^1\text{H} \leftrightarrow ^{13}\text{C}$)) dalam struktur senyawa 18	104
Gambar IV.18 Spektrum HMQC yang menampilkan hubungan antara atom hidrogen dan atom karbon dalam struktur senyawa 18	105
Gambar IV.19 Pola fragmentasi senyawa 18 berdasarkan data spektrofotometri massa	106
Gambar IV.20 Mekanisme reaksi sintesis senyawa turunan imidazol tetratersubstitusi (senyawa 18 dan 19) sebagai produk reaksi antara prekursor bibenzoil dengan aldehid (propionaldehid untuk senyawa 18 dan heptanaldehid untuk senyawa 19), dan DETA sebagai basa (<i>inzet</i> : kerapatan elektron DETA)	108
Gambar IV.21 Pola fragmentasi senyawa 19 berdasarkan data spektrofotometri massa	112
Gambar IV.22 Pola fragmentasi senyawa 20 berdasarkan data spektrofotometri massa	117
Gambar IV.23 Mekanisme reaksi sintesis senyawa 20, 21 dan 22 sebagai produk reaksi antara prekursor bibenzoil dengan aldehid (heptanaldehid untuk senyawa 20 , benzaldehid untuk senyawa 21 dan 4-metoksibenzaldehid	

untuk senyawa 22), dan etilendiamina (EDA) sebagai basa Lewis (<i>inzet</i> : kerapatan elektron EDA).....	118
Gambar IV.24 Pola fragmentasi senyawa 23 berdasarkan data spektrofotometri massa	128
Gambar IV.25 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk pembentukan senyawa 23 dalam reaksi antara prekursor bibenzoil danheptanaldehid, dengan 1,2-diaminopropana (DAP) sebagai basa Lewis (DAP; <i>inzet</i> : kerapatan elektron DAP)	130
Gambar IV.26 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk pembentukan senyawa 25 (benzimidazol) (Perumal <i>et al.</i> , 2004).....	134
Gambar IV.27 Pola fragmentasi senyawa 26 berdasarkan data spektrofotometri massa	138
Gambar IV.28 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk pembentukan senyawa 26 (1-benzil-2-fenil-1 <i>H</i> -1,3-benzimidazol) (Perumal <i>et al.</i> , 2004)...	139
Gambar IV.29 Mekanisme reaksi yang disarankan untuk pembentukan senyawa 27 (2-fenil-1 <i>H</i> -1,3-benzimidazol) (Perumal <i>et al.</i> , 2004)	143
Gambar IV.30 Struktur resonansi senyawa turunan heksahidrotriazosin	146
Gambar IV.31 Spektrum COSY RMI yang menunjukkan hubungan antara atom- atom hidrogen dalam struktur senyawa 28	149
Gambar IV.32 Spektrum HMQC RMI yang menunjukkan hubungan antara atom karbon dan atom hidrogen dalam struktur senyawa 28	150
Gambar IV.33 Spektrum HMBC RMI yang menunjukkan hubungan antara atom karbon dan atom hidrogen (korelasi HMBC ($^1\text{H} \leftrightarrow ^{13}\text{C}$)) dalam struktur senyawa 28	151
Gambar IV.34 Pola fragmentasi senyawa 28 berdasarkan data spektrofotometri massa	152
Gambar IV.35 Mekanisme umum reaksi sintesis senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin dengan prekursor asam karboksilat dan DETA atau AEEA (Katritzky dan Boulton, 1970).....	153
Gambar IV.36 Spektrum COSY RMI yang menunjukkan hubungan antara atom- atom hidrogen dalam struktur senyawa 29	158

Gambar IV.37 Spektrum HMQC RMI yang menunjukkan hubungan antara atom karbon dan atom hidrogen dalam struktur senyawa 29	159
Gambar IV.38 Spektrum HMBC RMI yang menunjukkan hubungan antara atom karbon dan atom hidrogen (korelasi HMBC ($^1\text{H} \Leftrightarrow ^{13}\text{C}$)) dalam struktur senyawa 29	160
Gambar IV.39 Pola fragmentasi senyawa 29 berdasarkan data spektrofotometri massa	161
Gambar IV.40 Pola fragmentasi senyawa 30 berdasarkan data spektrofotometri massa	165
Gambar IV.41 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan 4,5-difenilimidazol dengan metode MAOS berfasa pendukung alumina	170
Gambar IV.42 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan 4,5-difenilimidazol dengan metode MAOS berfasa pendukung kaolin ..	170
Gambar IV.43 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan 4,5-difenilimidazol dengan metode tanpa fasa pendukung	170
Gambar IV.44 Grafik hubungan antara metode reaksi sintesis senyawa turunan 4,5-difenilimidazol tersubstitusi dengan waktu reaksi (menit)	172
Gambar IV.45 Grafik hubungan antara metode reaksi sintesis senyawa turunan 4,5-difenilimidazol tersubstitusi dengan persentase rendemen produk	173
Gambar IV.46 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan benzimidazol dengan metode MAOS berfasa pendukung kaolin	179
Gambar IV.47 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan benzimidazol dengan metode MAOS berfasa pendukung alumina ..	179
Gambar IV.48 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan benzimidazol dengan metode MAOS berfasa pendukung silika	179
Gambar IV.49 Hubungan antara waktu dan suhu reaksi dalam sintesis turunan benzimidazol dengan metode tanpa fasa pendukung	180
Gambar IV.50 Grafik hubungan antara metode reaksi sintesis senyawa turunan benzimidazol dengan waktu reaksi (menit)	181
Gambar IV.51 Grafik hubungan antara metode reaksi sintesis senyawa turunan benzimidazol dengan persentase rendemen produk	182

Gambar IV.52 Hubungan antara suhu dan waktu reaksi dalam sintesis senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin menggunakan metode MAOS...	185
Gambar IV.53 Grafik hubungan antara metode sintesis yang digunakan dengan waktu reaksi dalam reaksi sintesis senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin	185
Gambar IV.54 Grafik hubungan antara metode sintesis yang digunakan dengan rendemen produk dalam reaksi sintesis senyawa turunan azosin	186
Gambar IV.55 Kurva polarisasi Tafel logam baja karbon dalam larutan blanko (NaCl 1% (w/v) dan dalam larutan senyawa turunan imidazol hasil sintesis dalam NaCl 1% pada konsentrasi 8 ppm.....	191
Gambar IV.56 Hubungan antara substituen pada posisi C(2) cincin imidazol dengan daya inhibisi korosi senyawa turunan 4,5-difenilimidazol (sebagai pembanding adalah imidazol tak tersubstitusi pada diagram paling kiri).....	194
Gambar IV.57 Hubungan antara substituen pada posisi C(2) dan N(1) cincin imidazol dengan daya inhibisi korosi senyawa turunan 4,5-difenilimidazol	197
Gambar IV.58 Hubungan antara substituen pada posisi N(1) cincin imidazol dengan daya inhibisi korosi senyawa turunan 2-heksil-4,5-difenilimidazol	200
Gambar IV.59 Hubungan antara substituen pada posisi C(2) cincin imidazol dengan daya inhibisi korosi senyawa turunan 4,5-difenil-N1-vinilimidazol	201
Gambar IV.60 Hubungan antara struktur senyawa turunan imidazol hasil sintesis dengan daya inhibisi korosinya terhadap logam baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada konsentrasi 8 ppm.....	204
Gambar IV.61 Kurva polarisasi Tafel logam baja karbon dalam larutan blanko (NaCl 1% (w/v) dan dalam larutan senyawa turunan benzimidazol hasil sintesis dalam NaCl 1% pada konsentrasi 8 ppm.....	206
Gambar IV.62 Hubungan antara struktur senyawa turunan benzimidazol dengan daya inhibisi korosinya terhadap logam baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada konsentrasi 8 ppm.....	207

Gambar IV.63 Perbandingan daya inhibisi korosi benzimidazol dan imidazol..	208
Gambar IV.64 Kurva polarisasi Tafel logam baja karbon dalam larutan blanko (NaCl 1% (w/v) dan dalam larutan senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin hasil sintesis dalam NaCl 1% pada konsentrasi 8 ppm	210
Gambar IV.65 Grafik hubungan antara daya inhibisi korosi dengan substituen pada posisi C(2) dan heteroatom X pada cincin triazosin dan/atau oksadiazosin	211
Gambar IV.66 Pengaruh konsentrasi senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin terhadap daya inhibisi korosi baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v)	214
Gambar IV.67 Perbandingan antara efisiensi inhibisi korosi senyawa turunan imidazol hasil sintesis dengan senyawa imidazolin oleat komersial (STDAkng2) terhadap daya inhibisi korosi baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v).....	215
Gambar IV.68 Kurva impedansi <i>Nyquist</i> logam baja karbon dalam larutan blanko dan larutan senyawa turunan imidazol dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada konsentrasi 8 ppm.....	219
Gambar IV.69 Kurva impedansi <i>Nyquist</i> logam baja karbon dalam larutan blanko dan larutan senyawa 15 (2,4,5-trifenilimidazol) dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada konsentrasi 8, 16, 32 dan 40 ppm.....	220
Gambar IV.70 Perbandingan besarnya persentase efisiensi inhibisi korosi (%EI) senyawa 1, 12, 15, 18, 19, 25, 26 dan 27 berdasarkan metode Tafel dan EIS pada konsentrasi 8 dan 40 ppm dalam larutan NaCl 1% (w/v) ..	221
Gambar IV.71 Hubungan linier antara C_{inh}/θ dengan konsentrasi senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin (senyawa 28, 29 dan 30) (dalam satuan M) yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir	227
Gambar IV.72 Hubungan linier antara C_{inh}/θ dengan konsentrasi senyawa turunan imidazol (senyawa 1, 12, 13, 14, 15 dan 16) (dalam satuan M) yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir.....	228

Gambar IV.73 Hubungan linier antara C_{inh}/θ dengan konsentrasi senyawa turunan imidazol (senyawa 17, 18, 19, 20, 21, 22 dan 23) (dalam satuan M) yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir	229
Gambar IV.74 Hubungan linier antara C_{inh}/θ dengan konsentrasi senyawa turunan benzimidazol (25, 26 dan 27) (dalam satuan M) yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir	230
Gambar IV.75 Hubungan linier antara $\log(\theta/(1-\theta))$ dengan logaritma konsentrasi senyawa turunan imidazol hasil sintesis ($\log C_{inh}$), yaitu senyawa 13, 16, 21, 22 dan 27 , yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir termodifikasi	231
Gambar IV.76 Hubungan linier antara $\log(\theta/(1-\theta))$ dengan logaritma konsentrasi senyawa turunan imidazol hasil sintesis ($\log C_{inh}$), yaitu senyawa 12, 14, 25, 27, 28 dan 29 , yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir termodifikasi	232
Gambar IV.77 Hubungan linier antara θ (derajat penutupan permukaan) dengan logaritma konsentrasi senyawa 12, 13, 14 dan 16 ($\log C_{inh}$), yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam mengikuti isoterm adsorpsi Temkin	233
Gambar IV.78 Hubungan linier antara θ (derajat penutupan permukaan) dengan logaritma konsentrasi senyawa 17, 21, 25, 27, 28 dan 29 ($\log C_{inh}$), yang menunjukkan adanya adsorpsi pada permukaan logam mengikuti isoterm adsorpsi Temkin	234
Gambar IV.79 Aluran hubungan antara logaritma kerapatan arus ($\log i_{cor}$, dalam mA/cm ²) terhadap $1000/T$ (T adalah suhu dalam K)	242
Gambar IV.80 Aluran hubungan antara logaritma normal kerapatan arus per satuan suhu ($\ln(i_{cor}/T)$) terhadap $1000/T$ (T adalah suhu dalam K) ..	246
Gambar IV.81 Grafik hubungan antara struktur senyawa turunan imidazol hasil sintesis dengan nilai energi bebas Gibbs adsorpsi (ΔG_{ads}^0), energi	

pengaktifan proses korosi (E_a) dan energi bebas Gibbs keadaan teraktifkan (ΔG^*)	249
Gambar IV.82 Spektrum ultra violet senyawa imidazol (1), 4,5-difenilimidazol (12), 2-etil-4,5-difenilimidazol (13) dan 2,4,5-trifenilimidazol (15) dalam larutan NaCl 1% (w/v) setelah dan tanpa pengukuran Tafel ..	254
Gambar IV.83 Spektrum ultra violet senyawa 2-(4-metoksifenil)-4,5-difenilimidazol (16), 2-etil-4,5-difenil-1-(prop-1-enil)imidazol (18), 2-heksil-4,5-difenil-1-(hept-1-enil)imidazol (19) dan 2,4,5-trifenil-1-vinilimidazol (21) setelah dan tanpa pengukuran Tafel	255
Gambar IV.84 Spektrum ultra violet senyawa benzimidazol (25), 1-benzil-2-fenilbenzimidazol (26) dan 2-fenilbenzimidazol (27) setelah dan tanpa pengukuran Tafel	256

DAFTAR TABEL

Tabel IV.1 Data hasil sintesis senyawa α -hidroksi karbonil sebagai prekursor untuk sintesis senyawa dikarbonil.....	71
Tabel IV.2 Data hasil sintesis senyawa dikarbonil sebagai prekursor untuk sintesis senyawa turunan imidazol.....	72
Tabel IV.3 Data RMI (500 MHz, aseton- d_6) benzoin (8)	74
Tabel IV.4 Data RMI bibenzoil (10).....	74
Tabel IV.5 Data RMI ^1H dan ^{13}C (500 MHz, aseton- d_6) Bibenzoil (10).....	75
Tabel IV.6 Data RMI (500 MHz, aseton- d_6) 2-hidroksiasetaldehid (9)	77
Tabel IV.7 Data RMI (500 MHz, aseton- d_6) glioksal (11)	77
Tabel IV.8 Data RMI ^{13}C (400 MHz, CDCl_3) imidazol (1).....	80
Tabel IV.9 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 12	82
Tabel IV.10 Data RMI (400 MHz, aseton- d_6) Senyawa 13	84
Tabel IV.11 Data RMI (400 MHz, aseton- d_6) Senyawa 14	87
Tabel IV.12 Data RMI Senyawa 15	90
Tabel IV.13 Data RMI (400 MHz) Senyawa 16	92
Tabel IV.14 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 17	97
Tabel IV.15 Data RMI (500 MHz, CDCl_3) Senyawa 18	101
Tabel IV.16 Data COSY, HMBC dan HMQC RMI (500 MHz, CDCl_3) Senyawa 18	102
Tabel IV.17 Data RMI (500 MHz, CDCl_3) Senyawa 19	111
Tabel IV.18 Data RMI (500 MHz, CDCl_3) Senyawa 20	116
Tabel IV.19 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 21	120
Tabel IV.20 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 22	123
Tabel IV.21 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 23	127
Tabel IV.22 Data RMI (500 MHz, CDCl_3) benzimidazol (25).....	133
Tabel IV.23 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 26	137
Tabel IV.24 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 27	141
Tabel IV.25 Data beberapa puncak serapan penting spektrum infra merah senyawa 28	145
Tabel IV.26 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 28	147

Tabel IV.27 Data COSY, HMBC dan HMQC RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 28	148
Tabel IV.28 Data beberapa puncak serapan penting spektrum infra merah senyawa 29	154
Tabel IV.29 Data RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 29	156
Tabel IV.30 Data COSY, HMBC dan HMQC RMI (400 MHz, CDCl_3) Senyawa 29	157
Tabel IV.31 Data beberapa puncak serapan penting spektrum infra merah senyawa 30	162
Tabel IV.32 Data RMI (500 MHz, CDCl_3) 2-Senyawa 30	164
Tabel IV.33 Data hasil sintesis senyawa turunan 4,5-difenilimidazol menggunakan metode konvensional (refluks)	167
Tabel IV.34 Data hasil sintesis senyawa turunan imidazol menggunakan metode MAOS berfasa pendukung Al_2O_3 (alumina) atau kaolin	168
Tabel IV.35 Data hasil sintesis senyawa turunan 4,5-difenilimidazol menggunakan metode MAOS tanpa fasa pendukung	169
Tabel IV.36 Data hasil sintesis senyawa turunan 4,5-difenilimidazol tetrastit substitusi menggunakan metode MAOS tanpa fasa pendukung	175
Tabel IV.37 Data hasil sintesis senyawa turunan benzimidazol menggunakan metode konvensional dan metode MAOS	178
Tabel IV.38 Data hasil sintesis senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin dari prekursor asam lemak dan amina menggunakan metode konvensional dan MAOS	184
Tabel IV.39 Data daya inhibisi korosi senyawa turunan imidazol terhadap logam baja karbon menggunakan metode Tafel pada konsentrasi 8 ppm dalam larutan elektrolit NaCl 1% pada suhu 27 °C	192
Tabel IV.40 Pengaruh substituen terhadap daya inhibisi korosi senyawa turunan imidazol	193
Tabel IV.41 Data daya inhibisi korosi senyawa turunan imidazol fusi (benzimidazol) terhadap logam baja karbon menggunakan metode	

Tafel pada konsentrasi 8 ppm dalam larutan elektrolit NaCl 1% (w/v) pada suhu 27 °C.....	207
Tabel IV.42 Data daya inhibisi korosi senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin terhadap logam baja karbon menggunakan metode Tafel pada konsentrasi 8 ppm dalam larutan elektrolit NaCl 1% (w/v) pada 27 °C	209
Tabel IV.43 Variasi konsentrasi senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada 27 °C terhadap daya inhibisi korosi senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin.....	213
Tabel IV.43 perbandingan antara daya inhibisi korosi senyawa turunan imidazol hasil sintesis terhadap baja karbon dalam larutan NaCl 1% (w/v) dengan senyawa turunan imidazol yang pernah dipelajari dalam beberapa literatur terdahulu.....	217
Tabel IV.45 Perbandingan daya inhibisi (efisiensi inhibisi) senyawa turunan imidazol (senyawa 1 , 12 , 15 , 18 dan 19) dan benzimidazol (senyawa 25 , 26 dan 27) berdasarkan metode EIS dan Tafel dalam larutan NaCl 1% (w/v) pada konsentrasi 8 ppm pada 27 °C.....	220
Tabel IV.46 Data derajat penutupan permukaan, θ , untuk senyawa turunan triazosin dan oksadiazosin (senyawa 28 , 29 dan 30) pada beberapa variasi konsentrasi (suhu 27 °C).....	224
Tabel IV.47 Data derajat penutupan permukaan, θ , untuk senyawa turunan imidazol (senyawa 1 , 12 , 13 , 14 , 15 , 16 , 17 , 18 , 19 , 20 , 21 , 22 dan 23) pada beberapa variasi konsentrasi (suhu 27 °C).....	225
Tabel IV.47 (lanjutan).....	226
Tabel IV.48 Data derajat penutupan permukaan, θ , untuk senyawa turunan imidazol fusi (benzimidazol), yaitu senyawa 25 , 26 dan 27 pada beberapa variasi konsentrasi (suhu 27 °C)	226
Tabel IV.49 Nilai koefisien adsorpsi (b) dan energi bebas adsorpsi (ΔG_{ads}^0), dalam kJ/mol) untuk senyawa turunan imidazol, benzimidazol, triazosin dan oksadiazosin pada 27°C (300K) berdasarkan data isotherm adsorpsi Langmuir bentuk sederhana (persamaan (IV.3))	235

Tabel IV.50 Nilai koefisien adsorpsi (b) dan energi bebas adsorpsi (ΔG_{ads}^0), dalam kJ/mol) untuk senyawa 12, 13, 14, 16, 21, 23, 25, 27, 28 dan 29 pada 27°C (300K) berdasarkan data isotherm adsorpsi Langmuir termodifikasi (persamaan (IV.4)).....	237
Tabel IV.51 Data besarnya kemiringan (y) dan nilai ($1/y$) untuk senyawa 12, 13, 14, 16, 21, 23, 25, 27, 28 dan 29 sesuai isotherm adsorpsi Langmuir terkoreksi (persamaan (IV.7))	238
Tabel IV.52 Nilai koefisien adsorpsi (b) dan energi bebas adsorpsi (ΔG_{ads}^0), dalam kJ/mol) untuk senyawa 12, 13, 14, 16, 21, 23, 25, 27, 28 dan 29 pada 27°C (300K) berdasarkan data isotherm adsorpsi Temkin (persamaan (IV.5)).....	239
Tabel IV.53 Data pengukuran laju korosi (dalam bentuk kerapatan arus, i_{cor} , (dalam mA/cm ²)) pada berbagai suhu (32, 42, 52 dan 62°C) pada konsentrasi senyawa turunan imidazol 8 ppm (dalam larutan NaCl 1% (w/v)) menggunakan metode Tafel.....	241
Tabel IV.54 Nilai energi pengaktifan, E_a , berdasarkan hasil analisis grafik pada Gambar IV.79 menggunakan persamaan (IV.7)	243
Tabel IV.55 Hubungan antara hasil pengukuran laju korosi (dalam bentuk kerapatan arus, i_{cor} (dalam mA/cm ²)) dengan logaritma normal kerapatan arus per satuan suhu pada berbagai suhu (32, 42, 52 dan 62°C) pada konsentrasi senyawa turunan imidazol 8 ppm (dalam larutan NaCl 1% (w/v)) menggunakan metode Tafel.....	245
Tabel IV.56 Nilai entalpi, entropi dan energi bebas (dalam kJ/mol) pada keadaan teraktifkan berdasarkan analisis grafik pada Gambar IV.80 menggunakan persamaan (IV.9)	246
Tabel A.1 Hasil pengukuran dan perhitungan rapat arus korosi, i_{cor} , larutan blanko (NaCl 1% (w/v))	272
Tabel A.2 Contoh data rapat arus korosi, i_{cor} , larutan blanko dan larutan sampel pada konsentrasi 8 ppm dalam larutan NaCl 1% (w/v)	273

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Contoh Perhitungan Efisiensi Inhibisi Korosi Berdasarkan Data dari Pengukuran Elektrometri dengan Metode Polarisasi Tafel	272
A.1 Contoh Pemilihan Data Rapat Arus Korosi dari Serangkaian Data Hasil Pengukuran.....	272
A.2 Contoh Perhitungan Efisiensi Inhibisi Korosi Berdasarkan Data Rapat Arus Korosi Larutan Blanko dan Larutan Sampel.....	273
LAMPIRAN B Abstrak publikasi ilmiah dan seminar/konferensi hasil penelitian	274

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
GDP	<i>Gross Domestic Production</i>	1
PDB	Produksi Domestik Brutto	1
OICI	<i>Oleic Imidazoline Corrosion Inhibitor</i>	1
MAOS	<i>Microwave Assisted Organic Synthesis</i>	3
NMR	<i>Nuclear Magnetic Resonance</i>	4
RMI	Resonansi Magnet Inti	4
EIS	<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i>	4
IR	<i>Infra Red</i>	8
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>	9
EI	Efisiensi Inhibisi	22
AC	<i>Alternating Current (arus bolak-balik)</i>	25
DETA	Dietilentriamina	37
AEAA	Aminoetiletanolamina	37
EDA	Etilendiamina	37
DAP	1,2-Diaminopropana	37
KLT	Kromatografi Lapis Tipis	38
EIMS	<i>Electron Ionization Mass Spectrophotometer</i>	41
SCE	<i>Saturated Calomel Electrode</i> (elektroda kalomel jenuh)	41
HMBC	<i>Heteronuclear Multiple Bond Correlation</i>	68
HMQC	<i>Heteronuclear Multiple Quantum Coherence</i>	68
SDBS	<i>Spectral Data Base System</i>	76
NIAIST	<i>National Institute of Advance Industrial Science and Technology</i>	76
HRMS	<i>High Resolution Mass Spectrophotometer</i>	88
COSY	<i>Correlated Spectroscopy</i>	97
LAMBANG		
CR	Laju korosi (<i>corrosion rate</i> , dalam mpy atau mm/tahun)	22
β_a dan β_b	Koefisien Tafel anoda dan katoda	24
η_a dan η_c	Potensial polarisasi (<i>over-potensial</i>) anoda dan katoda	24
i	Kerapatan arus (dalam mA/cm ²)	24
i_0	Kerapatan arus pada kesetimbangan (dalam mA/cm ²)	24
$i_{\alpha\pi}$	Kerapatan arus yang diberikan (dalam mA/cm ²)	24
i_{cor}	Kerapatan arus korosi (dalam mA/cm ²)	24
E	Potensial yang diberikan (dalam mV)	24
E_{cor}	Potensial korosi (dalam mV)	24
C	Kapasitansi antarmuka (dalam Farad/cm ²)	24

dE/dt	Laju perubahan potensial terhadap waktu yang diberikan	24
$E_{o,H}$	Potensial rangkaian terbuka (<i>open-circuit</i>) untuk hidrogen	25
$E_{o,M}$	Potensial rangkaian terbuka (<i>open-circuit</i>) untuk logam	25
$i_{o,H}$	Kerapatan arus pertukaran hidrogen-logam	25
$i_{o,M}$	Kerapatan arus pertukaran logam-hidrogen	25
i_L	Kerapatan arus pembatas	25
R_p	Tahanan polarisasi (dalam mohm)	26
$Z'(\omega)$	Impedansi nyata (<i>real</i>) = Z_r	26
$Z''(\omega)$	Impedansi imajiner = Z_i	26
$Y(\omega)$	Admitansi	26
θ	Sudut pergeseran fasa	26
R_s	Tahanan larutan (dalam mohm)	26
C_{dl}	Kapasitansi lapis-ganda	26
Z_D	Impedansi Difusi	26
j	Operator imajiner ($\sqrt{-1}$)	26
ω	Frekuensi sudut ($= 2\pi f$, dengan f adalah frekuensi sinyal, dalam Hz)	26
$\tan \delta$	Faktor disipasi (<i>loss tangent</i>)	34
ε''	Hilangnya dielektrik (<i>dielectric loss</i> atau <i>loss factor</i>)	34
ε'	Tetapan dielektrik	34
Z_i	Impedansi imajiner = $Z''(\omega)$	62
Z_r	Impedansi nyata (<i>real</i>) = $Z'(\omega)$	62
R_2	Tahanan internal (mohm)	63
R_t	Tahanan transfer muatan (mohm)	215
θ	Derajat penutupan permukaan (<i>degree of surface coverage</i>)	221
b	Koefisien adsorpsi (dalam M^{-1})	223
C_{inh}	Konsentrasi inhibitor korosi (M)	226
K_{ads}	Koefisien adsorpsi = tetapan kesetimbangan adsorpsi = b (dalam M^{-1})	226
ΔG_{ads}^0	Energi bebas Gibbs adsorpsi (kJ/mol)	233
R	Tetapan gas ideal (8,314 J/mol.K)	233
T	Suhu, dalam K	233
E_a	Energi pengaktifan (kJ/mol)	238
A	Tetapan Arrhenius	238
ΔH^*	Entalpi keadaan teraktifkan (kJ/mol)	238
ΔS^*	Entropi keadaan teraktifkan (kJ/mol.K)	238
N	Bilangan Avogadro = $6,023 \times 10^{23}$ partikel /mol)	
h	Tetapan Planck = $6,626 \times 10^{-34}$ J.s	238
ΔG^*	Energi bebas Gibbs keadaan teraktifkan (kJ/mol)	241