

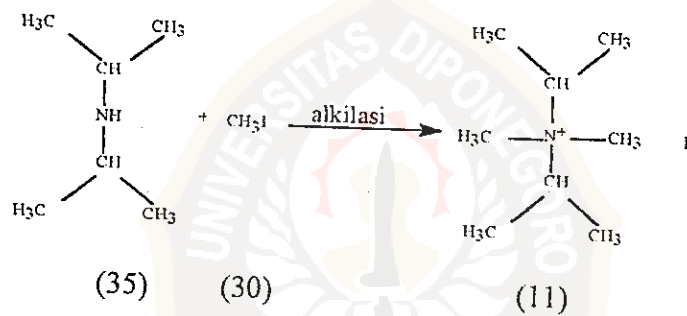
### BAB III

## METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini pada prinsipnya merupakan serangkaian proses sintesis, yang melibatkan analisis kualitatif dan kuantitatif, dapat dikelompokkan menjadi dua bagian yaitu:

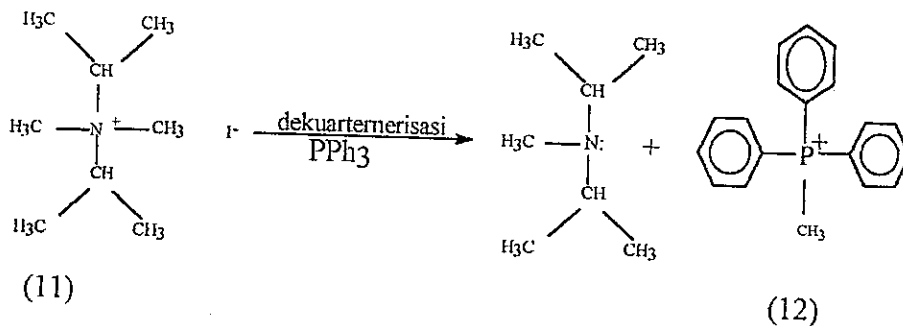
1. Sintesis senyawa diisopropil-dimetil amonium iodida (11).

Reaksi 11. Metilasi diisopropil-dimetilamin



2. Reaksi dekuarternerisasi garam diisopropil-dimetil amonium iodida.

reaksi 12. Demetilasi garam diisopropil-dimetil amonium iodida



### 3.1. Alat dan Bahan

#### 3.1.1. Alat

Penelitian ini menggunakan peralatan gelas, satu set alat refluks untuk melangsungkan reaksi, pemanas dengan pengaduk magnetik dan alat penguapan *rotary evaporator*. Analisis produk sintesis dilakukan dengan alat penentu titik leleh Fischer-John, Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti  $^1\text{H-NMR}$  JOEL 60 MHz, serta Spektrofotometer UV-VIS.

#### 3.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah diisopropil-dimetilamin kualitas *pro-analysis* (p.a.), metil iodida p.a., serta trifenilfosfin ( $\text{PPh}_3$ ) p.a., beberapa senyawa lain dan pelarut dimetilformamida (DMF) p.a., etanol p.a., eter p.a., serta kloroform p.a.

#### 3.2. Metode Kerja

Tahap-tahap yang dilakukan dalam penelitian adalah sebagai berikut

1. Sintesis garam diisopropil-dimetil amonium iodida serta dekuartermerisasinya di Laboratorium Riset Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP.
2. Analisis produk reaksi dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP serta di Laboratorium Instrumen Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UGM. .

### 3.2.1. Sintesis Garam Diisopropil dimetil amoniumiodida

Sebanyak 0,025 mol (3,5 mL) diisopropil amin dimasukkan dalam pelarut etanol-air (1:1) yang sudah dibasakan dengan natrium bikarbonat, kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit 0,1 mol (6,2 mL) metil iodida dengan pengadukan pada suhu kamar selama 8 jam. Larutan hasil reaksi diuapkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 70 °C untuk mengambil residu yang terbentuk kemudian endapan tersebut dilarutkan dalam kloroform dan selanjutnya disaring. Filtrat yang diperoleh diuapkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 35 °C. Residu yang didapatkan dicuci dengan eter, kemudian dianalisis dengan alat penentu titik leleh Fischer-John dan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti <sup>1</sup>H-NMR JOEL 60 MHz dengan pelarut CDCl<sub>3</sub>.

### 3.2.2. Reaksi dekuarternerisasi garam diisopropil-dimetil amonium iodida

Sebanyak 0,005 mol (1,2857 g) garam diisopropil-dimetil amonium iodida dilarutkan dalam 20 mL dimetilformamida, kemudian ditambahkan 0,005 mol (1,3115 g) trifenilfosfin. Larutan direfluks dengan pengadukan selama 18 jam pada suhu 153 °C. Hasil reaksi dianalisis dengan Spektrofotometer (UV-VIS) dan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti <sup>1</sup>H-NMR JOEL 60 MHz dengan pelarut DMSO d<sub>6</sub>.