

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

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

1. Sintesis dimetilamino propionitril
2. Sintesis garam 2-siano-*N,N,N*-trimetil etanamonium iodida
3. Reaksi dekuarternerisasi garam 2-siano-*N,N,N*-trimetil etanamonium 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, *Kromatografi Gas Hewlet Pacard 5890 SERIES II*, serta *GC-MS Shimadzu QP-5000*.

### 3.1.2. Bahan

Sedangkan bahan yang digunakan adalah dimetil amin 40% dalam air, akrilonitril kualitas *pro-analysis* (p.a.), metil iodida p.a, trifenil pospin p.a dan dietil eter, etanol p.a.asetonitril p.a sebagai pelarut.

### 3.2.Cara Kerja

Tahap-tahap yang dilakukan dalam penelitian adalah sebagai berikut

1. Sintesis amina tersier, garam amonium kuarterner serta dekuarternisasinya 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 dimetilamino propionitril

Sebanyak 0,426 mol (54 mL) dimetil amin 40 % dalam air dimasukkan dalam labu sintesis kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit 0,305 mol (20 mL) akrilonitril dengan pengadukan pada suhu kamar selama 8 jam. Larutan hasil reaksi didestilasi pada suhu 130 °C. Residu yang didapatkan dianalisis dengan GC-MS..

### 3.2.2. Sintesis garam 2-siano-*N,N,N*-trimetil etanamonium iodida

Sebanyak 0,0443 mol (5 mL) dimetilamino propionitril dimasukkan dalam pelarut 40 mL dietil eter, kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit 0,0594 mol (3,7 mL) metil iodida dengan pengadukan pada suhu kamar selama 8 jam. Endapan hasil reaksi dicuci 3 kali dengan dietil eter, selanjutnya direkristalisasi dengan dietil eter-etanol (2:1), kemudian dicuci kembali dengan dietil eter. Kristal dikeringkan dan dianalisis titik lelehnya selanjutnya dianalisis dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti  $^1\text{H-NMR}$ .

### 3.2.3. Reaksi dekuarternerisasi 2-siano-*N,N,N*-trimetil etanamonium iodida

Sebanyak 0,005 mol (1,2004 g) garam 2-siano *N,N,N* trimetil etanamonium iodida dilarutkan dalam 25 mL asetonitril, kemudian ditambahkan 0,005 mol (1,3115 g) trifenilfosfin. Larutan direfluks dengan pengadukan selama 18 jam pada suhu 82 °C. Kemungkinan terbentuknya produk gas dialirkan melalui pipa kaca ke dalam larutan 50 mL, 0,25 M HCl. HCl sisa dititrasi dengan 0,25 M NaOH, sedangkan produk larutan didestilasi pada suhu 100 °C. Residu dipisahkan dengan penyaringan, selanjutnya cairan hasil penyaringan dianalisis dengan alat *Kromatografi Gas*.