

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Bahan dan Alat

##### 3.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *N*-metil piperidin, isopropil iodida, trifenilfosfin, eter, kloroform, metanol, aseton, DMF dan dietil eter memiliki “grade pure analisis”.

##### 3.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, seperangkat alat reaktor sintesis, neraca analitis, pemanas, termometer, *rotary evaporator*, pompa vakum, alat distilasi, alat penentu titik leleh Fischer-John tersedia di laboratorium riset Kimia Organik FMIPA UNDIP Semarang. Alat *Milton Ray Spectronic 3000 Array* untuk analisa standar dan alat yang digunakan untuk analisa struktur garam *N*-isopropyl-*N*-metilpiperidinium iodida, serta kristal hasil dekuaternerisasi, yaitu <sup>1</sup>H-NMR JEOL 60 MHZ tersedia di laboratorium instrumen Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UGM.

#### 3.2 Metode Kerja

##### 3.2.1 Sintesis Garam *N*-isopropyl-*N*-metilpiperidinium Iodida

Sebanyak 5,9525 gram *N*-metilpiperidin (0,06 mol) dan 10,2019 gram isopropil iodida (0,06 mol) dilarutkan dalam 20 mL pelarut kloroform, diaduk dan direfluk selama 24 jam. Larutan hasil reaksi dievaporasi, sehingga terbentuk kristal.

Selanjutnya kristal tersebut direkristalisasi dalam pelarut metanol–aseton. Kristal putih yang terbentuk disaring, dicuci dengan aseton, ditentukan titik lelehnya, kemudian dianalisis dengan spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ .

### 3.2.2 Pembuatan Standar untuk Analisis Spektroskopi UV.

#### 3.2.2.1 Pembuatan Garam $\text{CH}_3^+\text{PPh}_3\text{I}^-$

Sebanyak 0,1636 gram trifenilfosfin (0,626 mmol) dilarutkan dalam dalam 5 mL DMF kemudian ditambahkan metil Iodida 0,0888 gram (0,625 mmol). Larutan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. Hasilnya berupa larutan yang kemudian dianalisa dengan *Milton Ray Spectronic 3000 Array*.

#### 3.2.2.2 Pembuatan Garam $(\text{CH}_3)_2\text{CH}^+\text{PPh}_3\text{I}^-$

Sebanyak 0,1634 gram trifenilfosfin (0,623 mmol) dilarutkan dalam dalam 5 mL DMF kemudian ditambahkan 0,1061 gram isopropil iodida (0,624 mmol). Larutan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. Hasilnya yang berupa larutan dianalisa dengan *Milton Ray Spectronic 3000 Array*.

#### 3.2.2.3 Pembuatan Garam $\text{H}^+\text{PPh}_3\text{Cl}^-$

Sebanyak 0,1634 gram trifenilfosfin (0,623 mmol) dilarutkan dalam dalam 5 mL DMF kemudian ditambahkan asam klorida sebanyak 0,0232 gram (0,635 mmol). Larutan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. Larutan hasil dianalisa dengan *Milton Ray Spectronic 3000 Array*.

#### 3.2.2.4 Pembuatan Standar Trifenilfosfin

Sebanyak 0,1632 gram trifenilfosfin (0,623 mmol) dilarutkan dalam 5 mL DMF. Larutan dianalisa dengan *Milton Ray Spectronic 3000 Array*.

### 3.2.3 Reaksi Dekuaternisasi Garam *N*-isopropyl-*N*-metilpiperidinium Iodida dengan Trifenilfosfin

Garam *N*-isopropyl-*N*-metilpiperidinium iodida sebanyak 0,9708 gram (3,6 mmol) dilarutkan dalam 10 mL pelarut DMF (Dimetil formamida) kemudian ditambahkan 0,9437 gram (3,6 mmol) trifenilfosfin. Larutan direfluk selama 18 jam pada suhu 153°C. Hasil reaksi yang berupa campuran dievaporasi, sehingga terbentuk kristal. Selanjutnya, pada kristal yang berupa campuran ditambahkan 15 mL dietil eter. Kristal putih yang tidak larut disaring, dikeringkan, kemudian dianalisa dengan spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Larutan hasil penyaringan diuapkan, sehingga terbentuk kristal yang kemudian dianalisa dengan spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ .

