

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro dan analisa $^1\text{H-NMR}$ JOEL 60 MHz dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Instrumen Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada.

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu:

1. Sintesis garam *N*-benzil-*N*-metilpiperidinium klorida
2. Dekuaternisasi garam *N*-benzil-*N*-metilpiperidinium klorida dengan trifenilfosfin

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Peralatan yang lazim digunakan di Laboratorium Kimia Organik, seperti alat refluks, pemanas dengan pengaduk magnetik, termometer, pompa vakum, alat destilasi, dan penguap putar. Hasil reaksi dianalisa dengan $^1\text{H-NMR}$ JOEL 60 MHz dan GC-MS QP 5000 Shimadzu menggunakan kolom kolom CP-Sil 88 panjang 50 meter, pada suhu diprogram 80 – 210 °C (10 °C/m) dengan tekanan gas pembawa Helium 10 kPa dan detektor pada suhu 220 °C.

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *N*-metil piperidin, benzil klorida, trifenilfosfin, kloroform, dimetil formamida, aseton, dan metanol. Semua bahan yang digunakan memiliki kualitas *pro analysis* tanpa pemurnian lebih lanjut.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Sintesis garam *N*-benzil-*N*- metilpiperidinium klorida

Sebanyak 2,9754 g (30 mmol) metil piperidin dan 3,7977 g (30 mmol) benzil klorida direfluks dalam pelarut kloroform selama 8 jam. Larutan hasil reaksi diuapkan dengan penguap putar dan residu yang diperoleh direkristalisasi dengan pelarut metanol-aseton. Kemudian dianalisis dengan $^1\text{H-NMR}$ JOEL 60 MHz menggunakan pelarut CDCl_3 .

3.3.2. Reaksi dekuarternerisasi garam *N*-benzil-*N*-metilpiperidinium klorida

Sebanyak 0,2709 g (2,4 mmol) garam *N*-benzil-*N*-metilpiperidin klorida yang terbentuk direaksikan dengan trifenilfosfin 3,7977 g (2,4 mmol) dalam DMF (dimetil formamida). Larutan direfluks selama selama 18 jam pada temperatur 153 °C. Hasil reaksi dievaporasi dan kristal yang diperoleh dianalisis menggunakan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti $^1\text{H-NMR}$ JOEL 60 MHz dengan pelarut CDCl_3 dan GC-MS QP 5000.