

RINGKASAN

Reaksi demetilasi dipandang sebagai metode yang efektif dalam tahapan sintesis dan transformasi senyawa-senyawa amina tersier. Penggunaan nukleofil yang tepat merupakan faktor penting dalam menentukan keberhasilan reaksi demetilasi. Pada penelitian ini telah diterapkan trifenilfosfin (selanjutnya ditulis sebagai PPh_3), suatu “soft nucleophile”, dalam reaksi demetilasi senyawa ammonium kuatner alifatik (N,N -dimetilpiperidinium klorida), yang pada penelitian-penelitian terdahulu telah diterapkan untuk senyawa-senyawa ammonium aromatik. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari secara sistematis, yaitu mempelajari pengaruh temperatur dan penambahan PPh_3 itu sendiri dalam reaksi demetilasi N,N -dimetilpiperidinium klorida.

Reaksi dilakukan dengan merefluks senyawa piperidinium dan PPh_3 mol per mol dalam pelarut asetonitril dan dimetilformamida (DMF). Reaksi juga dilakukan tanpa menggunakan PPh_3 untuk membandingkan nukleofilisitas PPh_3 dan ion klorida dari garam piperidinium. Analisis produk reaksi dilakukan dengan kromatografi gas (GC) dan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$.

Berdasarkan hasil analisis diketahui bahwa reaksi dalam asetonitril tidak dapat berlangsung, sedangkan dalam DMF reaksi dapat terjadi dengan ion klorida sebagai nukleofil. Selanjutnya diusulkan bahwa PPh_3 berperan sebagai “trapping agent” terhadap metil klorida yang terbentuk selama reaksi berlangsung. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa reaksi demetilasi senyawa ammonium alifatik berlangsung pada suhu tinggi (153°C) dan nukleofilisitas ion klorida lebih kuat daripada PPh_3 .

SUMMARY

Demethylation is considered as an effective method in synthesis and transformation process of tertiary amine compounds. Using convenient nucleophile is an important factor that determines a favorable result in demethylation. In this research, triphenylphosphine (written as PPh_3 in next sentences), a soft nucleophile which in previous research had been used in demethylation of aromatic ammonium compounds, was employed in demethylation of quaternary aliphatic ammonium ($\text{N,N-dimethylpiperidinium chloride}$). This research was aimed to study systematically the effect of temperature and of using PPh_3 upon demethylation of $\text{N,N-dimethylpiperidinium chloride}$.

Reaction was carried out by refluxing piperidinium with PPh_3 mole by mole in acetonitrile and dimethylformamide (DMF). Reaction was also done without using PPh_3 for the purpose of comparing the nucleophilicity of PPh_3 and that of chloride ion from piperidinium salt. Analysis of reaction product was performed by using gas chromatography (GC) and $^1\text{H-NMR}$ spectroscopy.

Based on the resulting analysis, it was known that reaction in acetonitrile did not take place, whereas it did proceed in DMF with chloride ion as nucleophile. Furthermore, it was proposed that PPh_3 served as trapping agent for methyl chloride formed in the course of reaction. From this research, it was concluded that demethylation of aliphatic ammonium occurred at high temperature (153°C) and that nucleophilicity of chloride ion was stronger than that of PPh_3 .