

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Alat dan Bahan.

Penelitian ini menggunakan satu set reaktori, pemanas yang dilengkapi pengaduk magnet, Spektrofotometer UV-Vis dengan daerah 200-1000 nm untuk menguji hasil reaksi, rotary evaporator untuk menguapkan pelarut dan alat penentu titik leleh merk Fischer-John. Sedangkan bahan yang digunakan adalah Piridin p.a sebagai material start, Dimetil Sulfat (DMS) p.a dan metil iodida p.a merupakan agen metilasi yang digunakan, pelarut yang dipakai adalah dietil-eter p.a dan teknis, etanol 95 % dan absolut, serta asetonitril. Sedangkan untuk melakukan penggantian ion dilakukan dengan Kalium Iodida (KI) p.a.

#### 3.2. Metode Kerja

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro, terdiri dari dua tahap, yaitu:

1. Sintesis Garam N-metilpiridinium iodida.
2. Reaksi demetilasi garam N-metilpiridinium iodida

### 3.2.1. Sintesis N-metilpiridinium Iodida

#### Sintesis N-metilpiridinium Iodida dalam Pelarut Etanol

Piridin 8 gram (8,2 mL; 0,1 mol) dilarutkan dalam 20 mL etanol 95 %, kemudian ditambahkan 6 gram (0,05 mol) DMS, dan larutan direfluks pada suhu 78 °C selama 20 jam. Selanjutnya etanol diuapkan. Residu yang diperoleh dicuci dengan eter (5x 10 mL), kemudian dilarutkan dalam 10 mL air mendidih dan ditambah dengan 2 gram (0,025 mol) KI dalam 10 mL akuadest serta diekstraksi dengan eter (4 x 10 mL). Fraksi air diuapkan, residunya ditambah 20 mL etanol dan disaring. Filtrat yang diperoleh dievaporasi hingga kering.

#### Sintesis N-metilpiridinium Iodida Tanpa Pemanasan

Piridin 8 gram (8,2 mL; 0,1 mol) dilarutkan dalam 20 mL eter, kemudian ditambahkan 6 gram (0,05 mol) DMS dan larutan diaduk selama 20 jam. Selanjutnya pelarut diuapkan, residu yang diperoleh ditambah 3 g KI dalam 60 mL etanol 95 %, kemudian disaring. Filtratnya lalu dibagi menjadi dua, yang satu bagian dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis dan yang lain dievaporasi hingga kering.

#### Sintesis N-metilpiridinium Iodida Melalui Metilasi Piridin dengan Metil Iodida

Piridin 8 gram (8,2 mL; 0,1 mol) dilarutkan dalam 20 mL eter, kemudian ditambahkan metil iodida 14,29 gram (6,3 mL; 0,1 mol), dan larutan diaduk selama 20 jam, serta disaring. Residu yang terkumpul dicuci

dengan etanol, kristal murni yang diperoleh ditentukan titik lelehnya dan dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis.

### **3.2.2.Reaksi Demetilasi**

#### **Demetilasi Garam N-metilpiridinium Iodida**

Garam N-metilpiridinium iodida yang telah dianalisis serapan maksimumnya dengan spektrofotometer UV-Vis (2,2 gram; 0,01 mol) dilarutkan dalam 25 mL asetonitril dan dianalisis serapan maksimumnya dengan spektrofotometer UV-Vis, kemudian larutan direfluks selama 20 jam, pada temperatur 82 °C, setelah itu larutan didinginkan dan dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis.

#### **Demetilasi Garam N-metilpiridinium Iodida dengan Sistem Pemerangkap**

Garam N-metilpiridinium iodida yang telah dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis (2,2 gram; 0,01 mol) dilarutkan dalam 25 mL asetonitril dan direfluks selama 20 jam menggunakan kondesor dengan suhu kondesor 50 °C, ujung kondesor dihubungkan dengan sistem pemerangkap, dimana sistem pemerangkap diisi dengan piridin 8 gram (8,2 mL; 0,1 mol). Kemudian larutan dalam sistem pemerangkap dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis.

### **Penentuan Waktu Optimum Reaksi Demetilasi N-metilpiridinium Iodida**

Garam N-metilpiridinium iodida 4,4 gram (0,02 mol) dilarutkan dalam 50 mL asetonitril dan direfluks dengan menggunakan kondesor yang diatur suhunya sekitar 50 °C dan dihubungkan dengan labu pemerangkap yang diisi dengan 24 gram piridin (24,6 mL; 0,3 mol) yang dilarutkan dalam 50 ml asetonitril. Setiap waktu 1, 2, 3, 6, 9, 12, 15 dan 18 jam dilakukan analisa dengan spektrofotometer UV-Vis.

