

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Alat dan Bahan

##### 3.1.1. Alat

Penelitian ini menggunakan satu set alat refluks untuk melangsungkan reaksi, pemanas yang dilengkapi pengaduk magnet, Spektrofotometer UV-Vis dengan daerah 200-1000 nm untuk menguji produk garam hasil sintesis, lampu ultraviolet merk *Spectroline* dengan spesifikasi gelombang panjang (365 nm) dan gelombang pendek (254 nm) sebagai penampak noda kromatogram Lapis Tipis (KLT) dan alat penentu titik leleh merk Fischer–John.

##### 3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah piridin p.a sebagai *starting material*, metil iodida p.a merupakan reagen metilasi yang digunakan, pelarut yang dipakai adalah dietileter p.a dan asetonitril. Etanol absolut digunakan untuk mencuci kristal garam, trifenilfosfin yang mempunyai *grade pro-analisis*.

#### 3.2. Metode Kerja

Penelitian yang dilakukan meliputi tahap-tahap sebagai berikut:

1. Reaksi dan identifikasi produk, yaitu:
  - a. Sintesis Garam N-metilpiridinium iodida
  - b. Reaksi demetilasi garam N-metilpiridinium iodida

Dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.

2. Analisa struktur senyawa hasil reaksi dilakukan di Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.

### **3.2.1. Sintesis N-Metilpiridinium Iodida**

Sebanyak 8 gram (0,1 mol) piridin dilarutkan dalam 20 mL dietileter p.a, kemudian ditambahkan 14,29 gram (0,1 mol) metil iodida. Larutan diaduk selama 20 jam pada suhu kamar dan disaring. Residu yang terkumpul dicuci dengan etanol, kristal murni yang diperoleh ditentukan titik lelehnya dan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

### **3.2.2. Demetilasi Garam N-Metilpiridinium Iodida Menggunakan $\text{PPh}_3$**

Sebanyak 0,22 gram (0,001 mol) garam N-metilpiridinium iodida dilarutkan dalam 22,5 mL asetonitril, kemudian ditambahkan 0,25 gram (0,001 mol)  $\text{PPh}_3$ . Larutan direfluks selama 20 jam pada temperatur 82 °C. Larutan produk reaksi dianalisis dengan KLT, sedangkan kristalnya dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

### **3.2.3. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Demetilasi Garam N-Metilpiridinium Iodida Menggunakan $\text{PPh}_3$**

Sebanyak 0,22 gram (0,001 mol) garam N-metilpiridinium iodida dilarutkan dalam 50 mL asetonitril, kemudian ditambahkan 0,26 gram

(0,001 mol)  $\text{PPh}_3$ . Larutan direfluks selama 20 jam, pada temperatur  $82\text{ }^\circ\text{C}$ . Setiap waktu 1, 2, 3, 6, 9, 12, 15, dan 18 jam reaksi dilakukan analisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{opt}} 327,2\text{ nm}$ .

