

Pembentukan Senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1 dalam Dimetilsulfoksida

Choiril Azmiyawati, Priatmoko¹⁾, Retno Dwi Soelistyowati²⁾

Kimia Anorganik, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro, Kampus Tembalang Semarang

Kimia Organik, Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

Abstrak :

Pembentukan senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1 telah dilakukan melalui adisi N-Bromosuksinimida dan air kepada ikatan rangkap trans-metilisoegenol dalam dimetilsulfoksida basah. Dihasilkan pasta berwarna coklat kehijauan. Struktur senyawa ditentukan dengan spektroskopi infra merah dan kromatografi gas-spektroskopi massa. Analisa struktur senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1 dilakukan dengan spektroskopi infra merah memberikan serapan pada 3.400 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus hidroksil dan serapan pada 560 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C-Br. Data ini didukung oleh munculnya senyawa tersebut pada kromatografi dari kromatogram gas-spektroskopi massa dengan waktu retensi 25,117.

Abstract :

2-Bromo-1-(3,4-dimethoxyphenyl)propanol-1 Formulation in Dimethyl Sulfoxide

The formulation of 2-Bromo-1-(3,4-dimethoxyphenyl)propanol-1 was investigated by addition reaction N-bromosuccinimide and water to double bond of trans-metilisoegenol in aqueous dimethyl sulfoxide. It was obtained greenish brown gel. The structure of compound identified by infra red spectroscopy and gas chromatography-Mass spectroscopy. Structure analysis of 2-Bromo-1-(3,4-dimethoxyphenyl)propanol-1 by IR gave absorbency at 3400 cm⁻¹ as sign -OH and absorbency at 560 cm⁻¹ sign chromatogram give peak of time retention at 25,117.

Keyword: trans-metilisoegenol, addition reaction, 2-Bromo-1-(3,4-dimethoxyphenyl)propanol-1.

PENDAHULUAN

Bromohidrin merupakan senyawa halohidrin, yaitu suatu senyawa yang mengandung halogen dan hidroksi pada kedua atom berdekatan. Halogen yang berperan dalam senyawa bromohidrin adalah brom.

Suatu senyawa bromohidrin, yaitu eritro-2-bromo-1-fenilpropanol dapat dibuat melalui reaksi adisi N-Bromosuksinimida (NBS) dan H₂O terdapat ikatan rangkap pada trans-fenilpropena dengan media pelarut dimetilsulfoksida (DMSO)⁽²⁾. Adisi NBS dan

H₂O terhadap trans-metilisoegenol dalam media pelarut DMSO menghasilkan senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1. Reaksi pembentukan senyawa tersebut mirip dengan reaksi adisi pada pembentukan halohidrin. Kondisi yang tepat, senyawa halohidrin ini dapat dibuat sebagai produk mayor⁽⁴⁾.

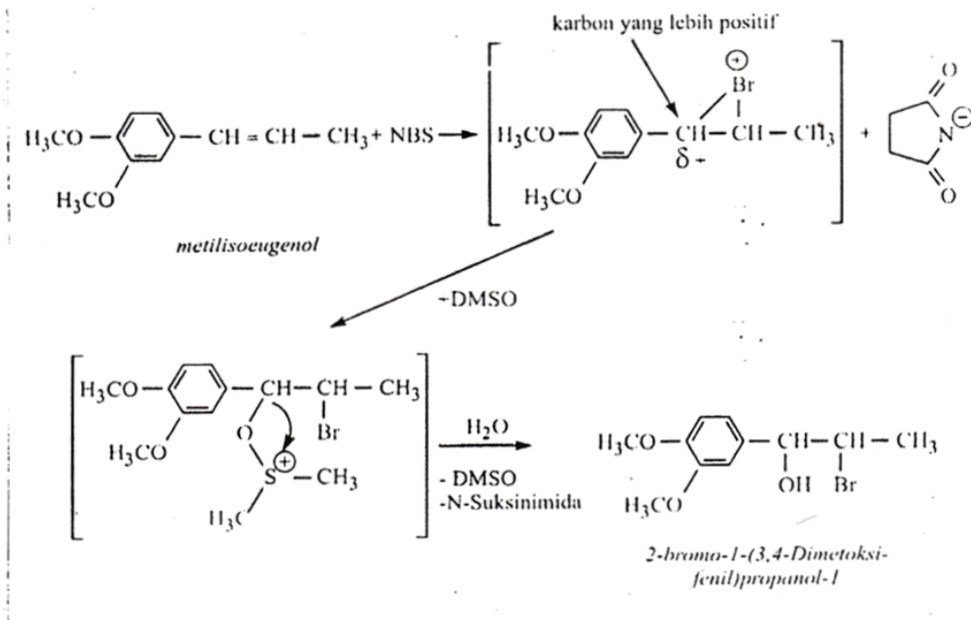
REAKSI ADISI

Reaksi adisi NBS pada alkena, mirip reaksi adisi oleh hidrogen halida (HX) pada alkena⁽³⁾. Apabila NBS mendekati pasangan elektron pada orbital ikatan (dari alkena, maka ikatan N-Br akan terpolarisasi menghasilkan sebuah ion organo-halogen yang bermuatan positif dan disebut sebagai

ion halonium (dalam hal ini disebut ion bromonium)⁽³⁾. Br masuk ke dalam ikatan rangkap trans-metilisoegenol sesuai dengan aturan Markovnikov untuk reaksi adisi kepada alkena tak simetris, menghasilkan karbokation bertitian sebagai zat antara. Zat antara ini bereaksi dengan ion dimetilsulfoksinium dari DMSO untuk mencapai struktur yang lebih stabil.

Kehadiran H₂O menyebabkan ion dimetilsulfoksonium lepas dan digantikan oleh OH- dari H₂O. Reaksi selanjutnya dari reaksi adisi tersebut merupakan reaksi substitusi nukleofilik unimolekuler (S_N1)⁽⁵⁾.

Reaksi keseluruhan dapat digambarkan sebagai berikut.



Gambar 1. Mekanisme Reaksi Pembentukan Senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan

Metilisoegenol dari laboratorium kimia organik FMIPA UGM Yogyakarta. N-Bromo-suksinimida (E.Merck)

Alat

Spektrometer infra merah Shimadzu FT IR-8201 PC, kromatografi gas spektrometer massa Shimadzu QP-5000.

Eksperimen

Ke dalam labu leher tiga kapasitas 100 ml dilengkapi corong pemisah, termometer, pengaduk magnet, dan pendingin bola dimasukkan NBS seberat 8,9 gram. DMSO ditambahkan sebanyak 15 ml. Sistem didinginkan sampai temperatur 10°C dilanjutkan pengaliran gas N₂.

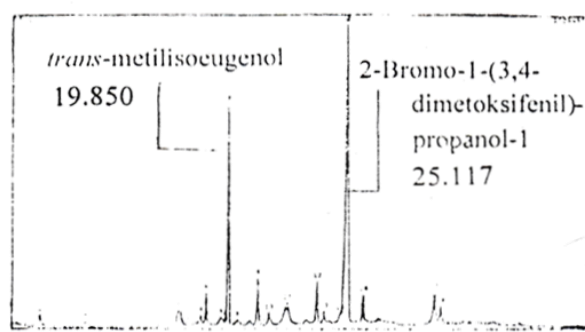
Metilisoegenol ditambahkan sebanyak 4,45 gram dengan cara bertetes-tetes, dilanjutkan

penambahan 0,9 gram H₂O. Pengadukan tetap dilanjutkan sampai 30 menit. Natrium sulfat anhidrus dimasukkan ke dalam larutan. DMSO dievaporasi, residu yang tertinggal didestilasi vakum. Identifikasi hasil dilakukan dengan spektroskopi infra merah dan kromatografi gas-spektrometri massa.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Reaksi adisi NBS dan H₂O dilakukan kepada ikatan rangkap metilisoegenol dengan media DMSO pada temperatur 10°C dan suasana atmosfer nitrogen. Reaksi adisi bersifat eksotermis, hal ini terbukti dengan naiknya temperatur menjadi sekitar 45°C saat reaksi berlangsung.

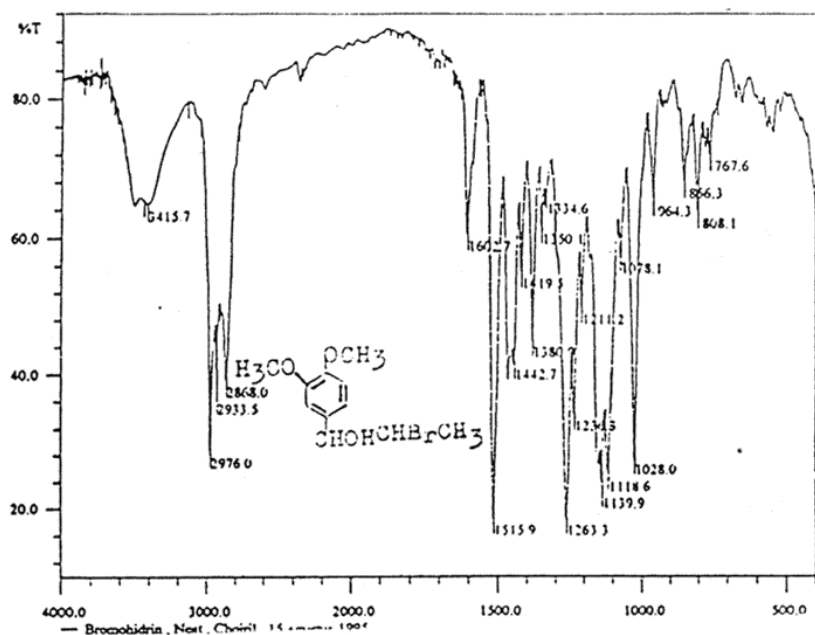
Identifikasi hasil pada kromatogram dari GC-MS, memunculkan senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1 sebagai puncak kelimabelas dengan waktu retensi 25,117 dan area 42,10 %. Kemurnian senyawa ini sekitar 32,2 %.



Gambar 2. Kromatogram dari GC-MS senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1

Data ini diperkuat oleh spektrum infra merah dari senyawa tersebut. Pada daerah sekitar 1.700 cm^{-1} tidak terdapat puncak spektra, sehingga dapat dipastikan senyawa tidak mengandung gugus karbonil. Serapan melebar di dekat 3.600 cm^{-1} sampai 3.300 cm^{-1} timbul dari rentangan OH atau NH. Jika terdapat OH dalam spektrum ini seperti halnya alkohol alifatik maka harus ada pita-pita antara 1.200 cm^{-1} sampai 1.000 cm^{-1} dan

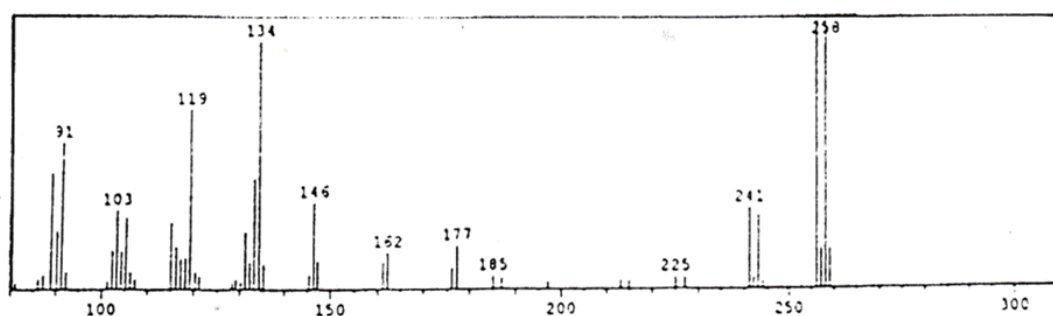
oleh OH. Pita antara 3.000 cm^{-1} dan 2.800 cm^{-1} kompleks menunjukkan adanya gugus-gugus metil dan metilena. Hal ini didukung oleh adanya pita kecil tetapi tajam di sekitar 560 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-X dengan X adalah brom sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut mengandung gugus -OH, C-Br, CH_3 , dan senyawa aromatis.



Gambar 3. Spektrum Infra Merah Senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1

Hasil fragmentasi senyawa 2-bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1 terlihat pada Gambar 4. Dalam spektroskopi massa, reaksi pertama suatu molekul adalah ionisasi awal-abstraksi (pengambilan) sebuah elektron.

Hilangnya sebuah elektron menghasilkan ion molekul. Dari puncak untuk radikal ion ini, massa molekul senyawa tersebut dapat ditentukan. Biasanya muncul pada puncak yang paling kanan dalam spektrum.

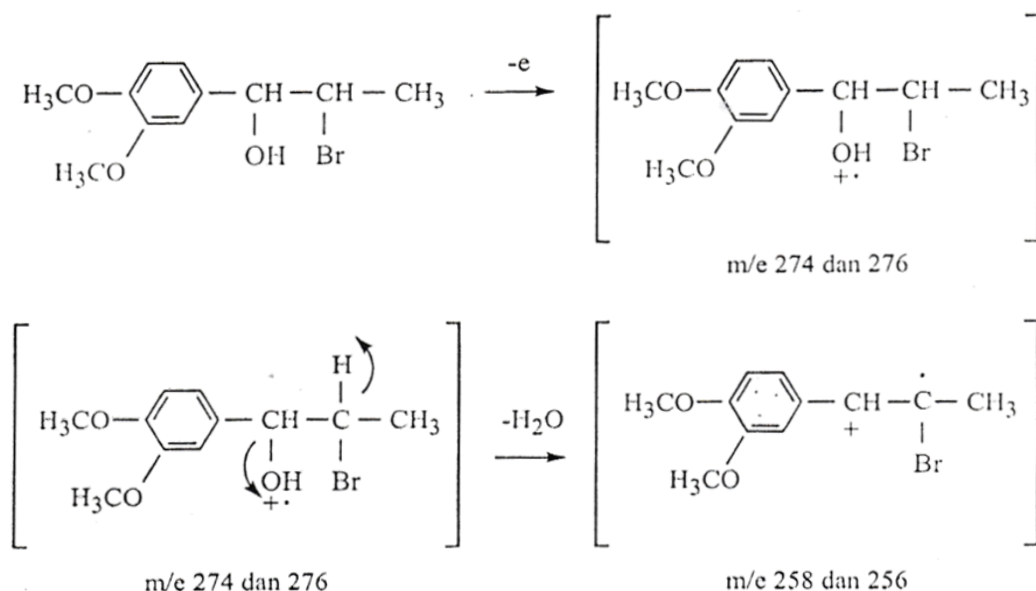


Gambar 4. Spektrum Massa Hasil Reaksi Adisi pada Pembentukan Senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1

Molekul-molekul yang stabil seperti H_2O , CO_2 , CO , dan C_2H_4 dapat terlepas dari dalam sebuah ion molekul. Misalnya, sebuah alkohol mudah kehilangan H_2O dan menunjukkan suatu puncak yang 18 satuan massa lebih kecil daripada puncak ion molekul. Puncak ini dirujuk sebagai puncak M-18. Dalam banyak alkohol, eliminasi H_2O sedemikian mudah sehingga puncak ion molekul itu bahkan tidak dijumpai dalam spektrum. Seperti halnya dalam pembentukan bromohidrin ini, massa molekul senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil) propanol-1 adalah 274 dan 276.

Spektrum 274 dan 276 tidak dijumpai dalam Gambar 4. Spektrum paling kanan yang teramati adalah pada 258 dan 256 yang merupakan puncak M-18. Munculnya puncak dengan massa molekul yang berbeda dua satuan disebabkan adanya brom yang mempunyai dua isotop dengan perbandingan intensitas kira-kira seharga $^{79}Br : ^{81}Br$ (1:1). Oleh karena itu ion-ion yang mengandung 1 atom Br akan muncul sebagai doublet yang karakteristik dan ter-pisah dengan dua satuan massa.

Analisis hasil fragmentasi senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol adalah sebagai berikut.



Gambar 5. Hasil fragmentasi Senyawa 2-Bromo-1-(3,4-dimetoksifenil)propanol-1

KESIMPULAN

Pembentukan suatu senyawa bromohidrin 2-Bromo-1-(3,4-dime-toksifenil)propanol-1 dapat dilaku-kan melalui reaksi adisi NBS dan air pada metilisoeugenol dalam pelarut DMSO.

Kiranya perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memisahkan senyawa hasil dengan sisa dan produk sampingnya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Allinger, L.N., 1976. Organic Chemistry, Second Edition. Worth Publisher, Inc., New York, page 300-301.
2. Dalton, D.R., V.P. Dutta, and D.C. Jones., 1968. Bromohydrin Formation in Dimethyl Sulfoxide, *Journal of the American Chemical Society*, Volume 90, page 5489-5501.
3. Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden., 1982. Organic Chemistry, Second Edition. PWS Publisher, Massachusetts.
4. Sykes, P., 1986. A Guidebook to Mechanism Organic Chemistry. Longman Group Ltd.
5. Putterbaugh, W.H. and M.S. Newman. 1957., *Journal American Chemical Society*, Volume 79, page 3469.