

SYNTHESIS OF ANALOG L- α -METIL-DOPA FROM EUGENOL*Sintesis Analog L- α -metil-Dopa dari Eugenol*Hanoch J. Sohilait ^{a,*}, Hardjono Sastrohamidjojo^b, Sabirin Matsjeh^b
and J. Stuart Grossert ^c^a Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Pattimura University, Kampus PGSD, Ambon, Indonesia^b Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Gajah Mada University, Sekip Utara Yogyakarta, Indonesia^c Department of Chemistry, Dalhousie University
Nova Scotia, Canada

Received 18 July 2005; Accepted 10 October 2005

ABSTRACT

Synthesis of analog L- α -metil-Dopa from eugenol has been achieved through conversion of allyl group to ketone, followed by reaction with NH₃ and KCN and by hydrolisis. The addition reaction of methyleugenol with formic acid yield methyleugenyl formate (60,69%). The hydrolisis of methyleugenylformate with KOH in aqueous-ethanolic solution produced methyleugenyl alcohol (73,68%). The oxidation of methyleugenyl alcohol with PCC yield methyleugenyl ketone (67,71%). The reaction of methyleugenyl ketone with NH₃ and KCN yield D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoxybenzyl) propionitril (84,14%). The hydrolisis of D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoxybenzyl) propionitril with concentrated hydrochloric acid gave Analog L- α -metil-Dopa as a main target (91,98%). The structure elucidation of these products were analyzed by FTIR, 1H-NMR, 13C-NMR and MS

Keywords: Analog L- α -metil-Dopa; eugenol.

PENDAHULUAN

Senyawa L- α -metil DOPA yang merupakan obat anti hipertensi dan Parkinson telah dapat disintesis dari bahan dasar 1-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-2-propanon [1] atau 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon[2]. Senyawa 1-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-2-propanon dibuat dari vanilin dengan nitroetana menghasilkan 1-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-2-nitro-propena, diikuti oksidasi dengan Fe, FeCl₃ [3] dan senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon dibuat dari veratraldehid dengan nitroetana menghasilkan 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-nitropropena, diikuti oksidasi dengan Fe, FeCl₃ [2] sedangkan veratraldehid dibuat dari vanilin. Senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon telah dapat juga dibuat dari eugenol melalui metilasi eugenol, isomerisasi, epoksidasi dan pembukaan cincin epoksida [4]. Senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon dapat juga dibuat dari eugenol melalui metilasi eugenol, oksimerkurasi-demerkurasi dan oksidasi dengan piridinium klorokromat, PCC [5].

Senyawa yang analog dengan 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon yaitu 1-(3,4-

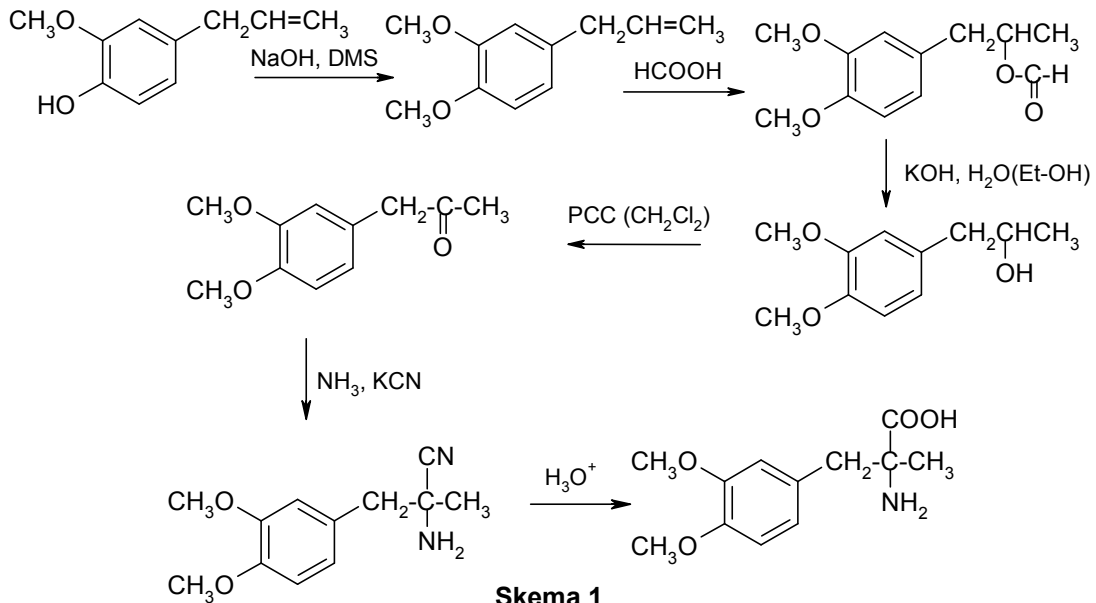
metilendioksifenil)-2-propanon telah dapat buat dari safrol melalui adisi dengan asam format diikuti dengan hidrolisis dan oksidasi dengan piridinium klorokromat, PCC [6]. Metode adisi asam format ini sangat sederhana untuk dikerjakan dan telah dicoba untuk metileugenol dalam pembuatan senyawa dasar 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon yang dari bahan dasar ini dapat dibuat senyawa analog L- α - metil DOPA. Skema reaksi pembuatan senyawa analog L- α -metil DOPA dari eugenol ditunjukkan pada skema 1.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan utama yang dipakai adalah minyak kulit lawang diperoleh dari CV. Merpati Putih, Ambon. Khemikalia yang digunakan buatan Merck terdiri dari NaOH p.a, KOH p.a, petroleum eter p.a, asam klorida p.a, dietil eter p.a, asam sulfat p.a, asam format p.a, diklorometana p.a, etanol p.a, natrium sulfat anhidrous p.a, Piridinium klorokromat, PCC, NH₄Cl p.a, KCN p.a, NaHCO₃ p.a, dimetilsulfat p.a, diklorometana p.a.

* Corresponding author.



Alat

Alat yang dipakai antara lain; Kromatografi gas, Hewlett PACARD 5890 series II, Spektrometer IR Shimadzu FTIR-8201 PC, Spektrometer ¹H-NMR JEOL-MY60, Spektrometer ¹H-NMR Bruker AC-250, Spektrometer ¹³C-NMR Bruker AC-62, GC-MS Shimadzu QP-5000 dan Seperangkat peralatan gelas.

Prosedur Kerja

Isolasi eugenol dari minyak kulit lawang.

Enam ratus gram minyak kulit lawang dimasukkan ke dalam erlenmeyer kapasitas 2 L dan ditambah 80 g NaOH dalam 600 mL air. Campuran diaduk kuat hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah (B) dipisahkan dari lapisan atas (A) dan ditambahkan HCl 25% hingga pH = 3. Selanjutnya diekstraksi tiga kali dengan 150 mL petroleum eter dan dicuci dengan air hingga netral dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous. Petroleum eter dipisahkan dengan evaporator dan dilakukan destilasi dengan pengurangan tekanan pada 15 mmHg/140 °C. Kemurnian diuji dengan kromatografi gas dan struktur ditentukan dengan FTIR, ¹H-NMR dan MS.

Sintesis metileugenol

Ke dalam labu leher tiga ukuran 500 mL yang telah dilengkapi dengan pendingin bola, pengaduk magnit, termometer, corong penetes dan tabung berisi silika gel biru, dimasukkan 122,28 g (0,74 mol) eugenol dan 36 g (0,90 mol) NaOH dalam 200 mL air, diaduk dengan pengaduk magnit. Melalui corong diteteskan 86 mL dimetil sulfat selama 1 jam sambil diaduk. Campuran direfluks pada suhu 103 °C selama 1 jam. Lapisan organik dipisahkan,

lapisan air diekstraksi tiga kali dengan 75 mL dietil eter dan lapisan eter digabungkan dengan lapisan organik. Lapisan organik dicuci dengan 50 mL larutan NaOH 10% dan dicuci dengan air hingga netral. Hasilnya dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous dan dietil eter untuk dipisahkan dengan evaporator dilanjutkan dengan destilasi pengurangan tekanan pada suhu 140 °C/29 mmHg. Kemurnian diuji dengan GC dan struktur ditentukan dengan IR, ¹H-NMR, dan MS.

Sintesis metileugenil format

Ke dalam labu leher tiga ukuran 500 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnit, termometer, pendingin bola dan tabung yang berisi silika gel biru dimasukkan 340,87 g (7,41 mol) asam format dan melalui corong penetes dimasukkan 50,0 g (0,28 mol) metileugenol secara pelan-pelan sambil diaduk. Campuran direfluks kontinyu pada suhu 104 °C selama 19 jam. Selanjutnya didinginkan dan sisa asam format dipisahkan dengan pengurangan tekanan di atas pemanas air. Campuran dinetralkan dengan larutan NaHCO₃ jenuh dan diekstraksi dua kali dengan 100 mL dietil eter, keringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous. Dietil eter dipisahkan dengan evaporator. Pemurnian hasil dilakukan dengan destilasi pengurangan tekanan pada suhu 159 °C/20 mmHg. Kemurnian diuji dengan GC dan struktur ditentukan dengan IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR dan MS.

Hidrolisis metileugenil format

Ke dalam labu leher tiga ukuran 250 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnit, termometer dan pendingin bola dimasukkan 21 g (0,37 mol) KOH dalam 125 mL air, 60 mL etanol dan 30,45 g (0,17 mol) metileugenil format. Campuran

direfluks pada suhu 34-40 °C selama 2 jam. Campuran didinginkan dan dinetralkan dengan H₂SO₄ 50%, diekstraksi dua kali dengan 100 mL dietil eter. Hasil dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous dan dietil eter dipisahkan dengan evaporator. Kemurnian diuji dengan GC dan struktur ditentukan dengan IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR dan MS.

Sintesis metileugenil keton

Ke dalam labu leher tiga ukuran 500 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnit, termometer, pendingin bola dan tabung yang berisi silika gel biru dimasukkan 19,97 g (0,09 mol) PCC dalam 150 mL CH₂Cl₂ kering dan 12,0 g (0,06 mol) 1-(3,4-dimetoksi fenil)-2-propanol dalam 25 mL CH₂Cl₂. Campuran direfluks pada suhu 39 °C selama 90 menit hingga terbentuk pasta hitam dan hasilnya didekantasi. Residu pasta hitam diekstraksi tiga kali dengan 100 mL dietil eter dan filtrat digabungkan. Hasil dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous, disaring dengan penyaring Buchner yang berisi silika gel dan pelarut diklorometana dipisahkan dengan evaporator. Pemurnian hasil dilakukan dengan destilasi pengurangan tekanan pada suhu 166 °C / 25 mmHg. Kemurnian diuji dengan GC dan struktur ditentukan dengan IR, ¹H-NMR, dan MS.

Sintesis D,L-α-amino-α-(3,4-dimetoksibenzil) propionitril

Ke dalam labu leher tiga ukuran 100 mL dimasukkan 2,31 g (0,035 mol) KCN dan 1,90 g (0,0356 mol) NH₄Cl dan 50 mL larutan NH₄OH 25% dan campuran diaduk hingga larut dan melalui corong penetes ditambahkan 3,50 g (0,0178 mol) 1-(3,4-dimetoksi fenil)-2-propanon. Campuran direfluks pada suhu 10 °C selama 6 jam dan pada suhu 0 °C selama 1 jam, disaring dan dicuci dua kali dengan 40 mL larutan NH₄OH 25% dingin, kemudian dicuci dengan 10 mL 2-propanol dingin pada 0 °C dan dikeringkan dalam udara terbuka. Titik lebur 90 °C. Identifikasi struktur dilakukan dengan menggunakan FTIR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR dan MS.

Hidrolisis D,L-α-amino-α-(3,4-dimetoksibenzil) propionitril

Ke dalam labu leher tiga ukuran 100 mL dimasukkan 35 mL HCl 37% dan dijenuhkan dengan HCl gas pada suhu -10⁰ C dan dimasukkan 1,0 g (0,0046 mol) D,L-α-amino-α-(3,4-dimetoksibenzil) propionitril perlahan-lahan sambil diaduk selama 48 jam pada suhu kamar. Sisa HCl dipisahkan dengan mengalirkan gas N₂ dan ditambahkan 50 mL air dan dilakukam

evaporasi untuk memisahkan air. Ditambahkan 5 mL air dan didinginkan pada suhu 5 °C selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dicuci dengan 15 mL air dingin, direkristalisasi dengan 10 mL air dan dikeringkan dalam eksikator. Identifikasi struktur dilakukan dengan menggunakan FTIR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR dan MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

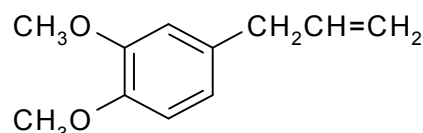
Isolasi Eugenol

Isolasi eugenol dari minyak kulit lawang yang dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH dan dilanjutkan dengan destilasi pengurangan tekanan pada suhu 140 °C/15 mmHg diperoleh eugenol sebanyak 328 g (54,66%) dengan nD^{30,7} = 1,533.

Spektrum IR (cm⁻¹): 3447, 2939, 1637, 1612, 1514. Spektrum ¹H-NMR (ppm); δ = 3,2 (d, -CH₂-), δ = 3,8 (s, -OCH₃), δ = 4,8-5,0 (d, =CH₂), δ = 5,6 (s, -OH), δ = 5,5-6,4 (m, =CH-), δ = 6,5-7,0 (m, 3H Ar). Spektrum MS (m/z); 39, 55, 77, 91, 103, 121, 131, 137, 149 dan 164 [C₁₀H₁₂O₂]⁺ (puncak dasar).

Sintesis Metileugenol

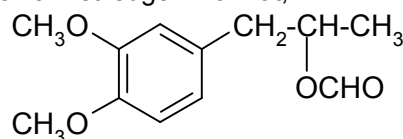
Hasil metilasi eugenol dan pemurnian dengan pengurangan tekanan pada suhu 140 °C / 29 mmHg diperoleh metileugenol sebanyak 92,26 g (70%). Struktur senyawa metileugenol :



Spektrum IR (cm⁻¹): 2906, 1639, 1589, 1140, 912. Spektrum ¹H-NMR-60 MHz (ppm); δ = 3,2 (d, -CH₂-), δ = 3,4 (s, 2 x -OCH₃), δ = 5,0 (d, =CH₂), δ = 5,9 (m, -CH=), δ = 6,8 (m, 3H dari Ar). Spektrum MS (m/z); 41, 65, 77, 91, 107, 115, 135, 147, 163, 164, 178 [C₁₁H₁₄O₂]⁺ (puncak dasar)..

Sintesis Metileugenil Format

Sintesis metileugenil format dari metileugenol dan asam format yang direfluks kontinyu pada suhu 105 °C selama 19 jam dan pemurnian dilakukan dengan destilasi pengurangan tekanan pada tekanan 20 mmHg / 147 °C diperoleh metileugenil format 38,07g (60,69%), nD^{29,3} = 1,512. Struktur senyawa metileugenil format;



Spektrum IR (cm⁻¹): 2935, 2831, 1716, 1238, 1028. Spektrum ¹H-NMR-250 MHz (ppm): δ = 1,23 (d, -

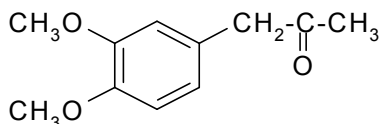
CH₃, $j = 6,7$ Hz), $\delta = 2,65-2,91$ (m , -CH₂-, $^2j_{gem} = 14,0$ Hz, $^3j_{vis.} = 6,1$; 6,7 Hz), $\delta = 3,82$ (s , 2 x -OCH₃), $\delta = 5,14-5,21$ (m , -CH- $^3j_{vis.} = 6,1$ Hz), $\delta = 6,68-6,78$ (m , 3H, Ar), $\delta = 7,96$ (s , -CHO). Spektrum ¹³C-NMR (δ , ppm): 19,4 (C, -CH₃), 41,6 (C, -CH₂-), 55,7 (2C, -2 x OCH₃), 71,5 (C, -CH-), 111,1 (C2, Ar), 112,4 (C5, Ar), 121,2 (C6, Ar), 129,6 (C1, -Ar), 147,7 (C3, Ar), 148,7 (C4, Ar) dan 160,6 (C, -CHO). Spektrum MS (m/z): 45, 66, 77, 91, 107, 135, 147, 151 (puncak dasar), 164, 178 dan 224 [C₁₂H₁₆O₄]⁺.

Metileugenil format yang terjadi dapat dibuktikan dengan adanya gugus karakteristik serapan pada spektrum IR; 2831 cm⁻¹ (-CHO), 1716 cm⁻¹ (C=O). Signal pada ¹H-NMR; $\delta = 1,23$ ppm (d , -CH₃), $\delta = 2,69$ ppm (dd , H_A, -CH₂-) dan $\delta = 2,87$ ppm (dd , H_B, -CH₂-), $\delta = 5,14-5,2$ ppm (m , -CH-), $\delta = 7,96$ ppm (s , -CHO). Signal dengan daerah pergeseran kimia, $\delta = 2,69-2,87$ ppm menunjukkan bahwa gugus -CH₂- adalah α dari -CH- kiral, sehingga memiliki H_A dan H_B yang tidak ekuivalen dan memberikan signal "doublet of doublet". Spektrum ¹³C-NMR memberikan karakteristik karbon pada, $\delta = 19,36$ ppm (-CH₃), $\delta = 160,58$ ppm (-CHO).

Pada spektrum MS, metileugenil format mengalami pecahan dengan $m/z = 151$ yang merupakan puncak dasar karena struktur terstabilkan oleh pengaruh resonansi dari cincin benzena yang tersubstitusi gugus metoksi pada posisi para.

Hidrolisis Metileugenil Format

Hasil hidrolisis metileugenil format dalam larutan KOH etanol diperoleh metileugenil alkohol sebanyak 24,55 g (73,68%). Struktur senyawa 1-(3,4 dimetoksi fenil)-2-propanol (metileugenil alkohol);

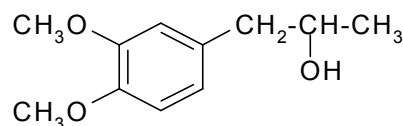


Spektrum IR (cm⁻¹): 3396, 2934, 1518, 1236, 1028. Spektrum ¹H-NMR (ppm); $\delta = 1,2$ (d , -CH₃), $\delta = 1,9$ (s , -OH), $\delta = 2,7$ (dd , -CH₂-), $\delta = 3,8$ (s , -2 x -OCH₃), $\delta = 6,8$ (m , -3H dari, -Ar). Spektrum ¹³C-NMR (δ , ppm); 22,4 (C, -CH₃), 44,9 (C, -CH₂-), 55,4 (C, -OCH₃), 55,5 (C, -OCH₃), 68,5 (C, -CH-OH), 111,0 (C2, Ar), 112,3 (C5, Ar), 121,0 (C6, Ar), 130,9 (C1, Ar), 147,3 (C4, Ar), 148,5 (C3, Ar). Spektrum MS (m/z); 45, 65, 77, 91, 107, 121, 135, 137, 151 (puncak dasar), 181 dan 196 [C₁₁H₁₆O₃]⁺.

Senyawa metileugenil alkohol dapat dibedakan dari metileugenil format yaitu adanya serapan, ν -OH pada 3396 cm⁻¹ pada spektrum IR, tidak adanya serapan ν -C=O pada daerah 1716 cm⁻¹ dan tidak adanya signal singlet pada daerah, $\delta = 8,0$ ppm pada spektrum ¹H-NMR. Signal multiplet, $\delta = 2,7$ ppm (m , -CH₂-) muncul pada spektrum ¹H-NMR karena gugus -CH₂- terikat pada CH_{kiral} sehingga memberikan signal doublet of doublet. Spektrum ¹³C-NMR memberikan daerah pergeseran kimia, $\delta = 68,5$ ppm (CH-OH) yang sesuai dengan struktur metileugenil alkohol serta pada spektrum MS metileugenil alkohol mengalami pemecahan (m/z) = 151 yang merupakan puncak dasar karena struktur terstabilkan oleh pengaruh resonansi dari cincin benzena yang tersubstitusi gugus metoksi pada posisi para.

Oksidasi Metileugenil Alkohol dengan PCC

Hasil oksidasi metileugenil alkohol dengan PCC dan pemurnian dengan destilasi pengurangan tekanan pada 166 °C / 25 mmHg diperoleh metileugenil keton sebanyak 7,81 g (67,71%). Struktur senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon (metil eugenil keton);



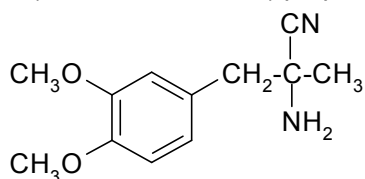
Spektrum IR (cm⁻¹): 2935, 2835, 1708, 1593, 1238, 1142, 1028. Spektrum ¹H-NMR-60 MHz (ppm); $\delta = 2,0$ (s , -CH₃), $\delta = 3,6$ (s , -CH₂-), $\delta = 3,8$ (s , -2 x -OCH₃), $\delta = 6,7$ (m , -3H Ar). Spektrum MS (m/z); 43, 51, 65, 91, 106, 107, 122, 135, 151 (puncak dasar) dan 194 [C₁₁H₁₄O₃]⁺.

Senyawa keton, 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon dapat dibedakan dari metileugenil alkohol yaitu adanya serapan ν -C=O pada 1708 pada spektrum IR dan signal pada $\delta = 2,0$ ppm (s , -CH₃) dan $\delta = 3,6$ ppm (s , -CH₂-) pada spektrum ¹H-NMR, serta $m/z = 194$ pada spektrum MS yang merupakan berat molekul dari senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon (metileugenil keton).

Sintesis D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril

Pembuatan D,L- α - amino - α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril dari 1-(3,4-dimetoksi fenil)-2-propanon dilakukan dengan KCN. Eksperimen dilakukan dengan menggunakan KCN dan NH₄Cl dalam larutan NH₃ 25 % diperoleh D,L- α - amino - α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril

sebanyak 3,29 g (84,14). Struktur senyawa D,L- α -amino - α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril;

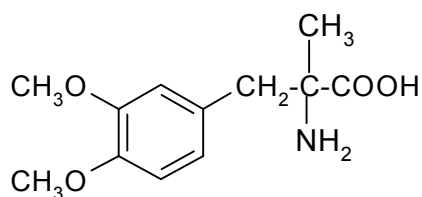


Spektrum IR (cm^{-1}); 3369, 3308, 2972, 2225, 1608, 1517, 1159. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ (ppm); $\delta = 1,6$ (s, $-\text{CH}_3$), $\delta = 2,1$ (s, $-\text{NH}_2$), $\delta = 2,8$ (s, $-\text{CH}_2-$), $\delta = 3,8$ (s, $-2x -\text{OCH}_3$), $\delta = 6,8$ (s, -3H dari $-\text{Ar}$). Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ (δ , ppm); 28,0 (C, $-\text{CH}_3$); 47,1 (C, $-\text{CH}_2-$), 50,4 (C, $-\text{CNH}_2-$), 55,9 (2C, $2 \times -\text{OCH}_3$) 111,2 (C2, Ar), 113,2 (C5, Ar), 122,4 (C, $-\text{C}\equiv\text{N}$) 124,2 (C6, Ar), 127,1 (C1, Ar), 148,6 (C4, Ar), 148,9 (C3, Ar). Spektrum MS (m/z); 39, 65, 77, 91, 103, 115, 121, 131, 146, 151, 177, 178, 202, 218 (puncak dasar) dan 220 [$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_2$] $^+$.

Senyawa D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril dapat dibedakan dari senyawa 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon yaitu tidak adanya serapan pada $\nu-\text{C}=\text{O}$ pada 1708 cm^{-1} pada spektrum IR, adanya serapan $\nu-\text{NH}_2$ pada daerah $3369-3308 \text{ cm}^{-1}$, serapan $\nu-\text{CN}$ pada 2225 cm^{-1} dan signal pada $\delta = 2,1$ ppm (s, $-\text{NH}_2$) spektrum $^1\text{H-NMR}$ dan signal pada $\delta = 122,4$ ppm ($-\text{C}\equiv\text{N}$) spektrum $^{13}\text{C-NMR}$. Pada spektrum MS; $m/z = 218$ yang merupakan puncak dasar karena lepasnya molekul H_2 , serta $m/z = 220$ yang merupakan berat molekul dari senyawa D,L- α - amino - α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril.

Hidrolisis Senyawa D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoksi-benzil) propionitril

Hidrolisis senyawa D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril dengan HCl pekat diperoleh senyawa analog DOPA yaitu D,L- α -metil dimetil DOPA sebanyak 0,93 g (91,98%), titik lebur $231 \text{ }^\circ\text{C}$. Struktur senyawa analog D,L- α -metil dimetil DOPA;



Spektrum IR (cm^{-1}); 3435, 3179, 2937, 1686, 1610, 1518, 1146. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ (ppm); $\delta = 1,6$ (s, $-\text{CH}_3$), $\delta = 3,1$ (s, $-\text{CH}_2-$), $\delta = 3,8$ (s, $-2x -\text{OCH}_3$), $\delta = 6,8$ (s, -3H dari $-\text{Ar}$). Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ (δ , ppm); 22,8 (C, $-\text{CH}_3$), 43,9 (C, $-\text{CH}_2-$) 56,7 (2C, $2 \times -\text{OCH}_3$), 62,2 (C, $-\text{CNH}_2-$) 113,5 (C2, Ar), 115,1 (C5, Ar), 124,1 (C6, Ar), 127,2 (C1, Ar), 150,6 (C3, Ar), 150,8 (C4, Ar) 174,7 (C, $-\text{COOH}$). Spektrum MS (m/z); 42, 51, 65, 77, 88, 91, 106, 107, 121, 137, 151 (puncak dasar), 152, 178, 193, 194 dan 239 [$\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{NO}_4$] $^+$.

Senyawa analog DOPA dapat dibedakan dari senyawa D,L- α -amino- α -(3,4-dimetoksibenzil) propionitril yaitu tidak adanya serapan $\nu-\text{CN}$ pada 2225 cm^{-1} pada spektrum IR, munculnya serapan $\nu-\text{OH}$ pada 3435 cm^{-1} , $\nu-\text{NH}_2$ pada $3179-2937 \text{ cm}^{-1}$ dan $\nu-\text{C}=\text{O}$ pada 1686 cm^{-1} . Tidak munculnya signal untuk proton dari gugus $-\text{COOH}$ dan NH_2 pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ karena terjadi penggantian hidrogen oleh deuterium, didukung oleh adanya signal pada $\delta = 174,7$ ppm ($-\text{COOH}$) dan tidak adanya $\delta = 122,4$ ppm ($-\text{C}\equiv\text{N}$) pada spektrum $^{13}\text{C-NMR}$. Fragmen dengan $m/z = 151$ (puncak dasar) dan $m/z = 239$ merupakan berat molekul dari senyawa analog DOPA.

KESIMPULAN

Senyawa analog L- α -metil DOPA dapat dibuat melalui konversi eugenol menjadi 1-(3,4-dimetoksifenil)-2-propanon diikuti dengan aminasi dan nitrilasi dengan amonium klorida dan kalium sianida dan selanjutnya dengan hidrolisis asam.

DAFTAR PUSTAKA

1. Reinhold, D.F, Firestone, R.A, Gaines, W.A, Chemerda, J.M and Sletzingers, M., 1968, *J.Org.Chem.*, Vol.33, 1209-1213.
2. Fuhrhop, J, Penzlin, G., 1994, *Organic Synthesis, Concepts, Methods, Starting Material*, second edition, VCH Weinheim, 50.
3. Sittig, M, 1979, *Pharmaceutical Manufacturing Encyclopedia*, Noyes Data Corporation, Park Ridge
4. Anwar, C, 1994, *The Conversion of Eugenol into More Valuable Substances*, Desertation, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
5. Sohilait, H. J, 2003; *Sigma*, 6, 2, 193-196.
6. Sohilait, H. J; Sastrohamidjojo, H; Matsjeh, S and Grossert, J, St, 2001, *Indo. J. Chem.*, 1, 3, 145-148