

PENGARUH KONSENTRASI KATALIS DAN PERBANDINGAN MOLARITAS REAKTAN PADA SINTESIS SENYAWA α -MONOLAURIN

Galuh Widiyarti^{*)} dan Muhammad Hanafi

Pusat Penelitian Kimia, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang 15314

^{*)}Penulis korespondensi : galuh_w01@yahoo.com

Abstract

In the laboratory scale, the effect of the concentration of H_2SO_4 catalyst (1.25-6.25) (% w/w) and the equivalent mol ratio between lauric acid and glycerol (1:1; 1:2.5; 2.5:1) on the synthesis of α -monolaurin has been studied. The α -monolaurin compound has been synthesized from lauric acid and glycerol was done by batch esterification on the free solvent system. The esterification by using 5% H_2SO_4 catalyst and equivalent mol ratio between lauric acid and glycerol 1:2.5 produced most monolaurin, and dilaurin in amount of 31.14 and 4.42%, respectively. The monolaurin and dilaurin are identified by thin layer chromatography (TLC), infrared spectrophotometer (FTIR), liquid chromatography-mass spectrometer (LC-MS), and Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectrometer. The spectral data of monolaurin was compared to spectral data of standard α -monolaurin.

Key words: α -monolaurin, α, α' -dilaurin, etherification, identification

Abstrak

Telah dilakukan penelitian sintesis senyawa α -monolaurin dari asam laurat dan gliserol, dengan konsentrasi katalis H_2SO_4 (1,25 s.d. 6,25) (% berat) dan perbandingan molaritas reaktan asam laurat terhadap gliserol (1:1; 1:2,5; dan 2,5:1) sebagai parameter. Pada reaksi esterifikasi dengan konsentrasi katalis H_2SO_4 5% dan perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol 1:2,5 dihasilkan senyawa α -monolaurin terbanyak 31,14% sebagai hasil utama dan senyawa α, α' -dilaurin 4,42% sebagai hasil samping sintesis. Kedua senyawa hasil sintesis diidentifikasi dengan kromatografi lapis tipis (KLT), spektrofotometer infra merah (FTIR), spektrometer massa liquid chromatography-mass spectrometer (LC-MS), dan spektrometer resonansi magnetik inti (NMR). Karakteristik senyawa α -monolaurin hasil sintesis dibandingkan dengan karakteristik α -monolaurin standar.

Kata kunci: α -monolaurin, α, α' -dilaurin, esterifikasi, identifikasi

PENDAHULUAN

Monolaurin adalah monogliserida atau monoester asam lemak dari lemak jenuh rantai sedang, asam laurat (C-12) dengan gliserol (Juliati, 2002). Ester asam lemak dapat digunakan untuk aditif bahan makanan, surfaktan, farmasi, kosmetik dan sebagainya. Sebagai surfaktan non-ionik yang mengandung gugus hidrofilik dan hidrofobik, monolaurin dapat dimanfaatkan sebagai suplemen nutrisi (<http://www.lauricidin.com>).

Monoester tertentu diketahui mempunyai bioaktivitas antimikroba terhadap berbagai jenis mikroorganisme tertentu. Antimikroba dari monoester tersebut dipengaruhi oleh strukturnya. Monoester bersifat aktif, sedangkan diester dan triester tidak aktif (Kabara, 1984; Kabara, 1998).

Studi tentang antimikroba, yang mencakup antivirus dan antibakteri dari monolaurin telah dilakukan oleh Prof. Kabara, sejak tahun 1966 (Kabara, 1978). Monolaurin diketahui mempunyai bioaktivitas antivirus terhadap virus RNA dan DNA pada manusia (Kabara, 1982). Antibakteri dari monolaurin hanya berpengaruh terhadap bakteri patogen, seperti *Listeria monocytogenes*, *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus agalactiae*, *Hemophilus influenzae*, dan *Helicobacter pylory*. Pertumbuhan dan produksi racun dari *Staphylococcus aureus* menurun dengan penambahan 150 mg monolaurin per liter (Preuss *et al*, 2005).

Sintesis monolaurin dapat dilakukan secara kimiawi ataupun enzimatis. Sintesis monolaurin secara enzimatis dilakukan dengan menggunakan

biokatalis enzim lipase atau papain (Monteiro *et al*, 2003; Pereira *et al*, 2004; Gandhi, 1997; Gandhi and Mukherjee, 2000). Sedangkan sintesis kimiawi dapat dilakukan dengan cara esterifikasi asam laurat dengan gliserol, dengan menggunakan katalis basa atau asam (Bossaert *et al*, 1999; Fureby *et al*, 1996). Pemurnian senyawa hasil sintesis dapat dilakukan dengan kromatografi kolom, kristalisasi, atau distilasi molekuler.

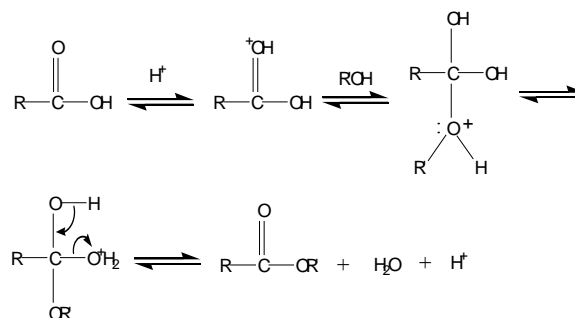
Reaksi esterifikasi pada sintesis monolaurin secara kimiawi biasanya dilakukan pada temperatur tinggi. Penggunaan katalis asam anorganik dengan konsentrasi yang sesuai, diharapkan dapat menurunkan temperatur reaksi sintesis. Selain itu, dengan kondisi reaksi yang tepat, seperti perbandingan molaritas reaktan antara asam laurat dan gliserol, waktu, dan temperatur reaksi, diharapkan dapat menghasilkan monolaurin dengan rendemen yang tinggi.

Pada reaksi esterifikasi asam laurat dengan gliserol pada sintesis monolaurin ini, dilakukan tanpa gugus pelindung sehingga semua gugus hidroksil pada gliserol dapat diesterifikasikan dan ester yang dihasilkan dapat terjadi pada posisi α , β atau α' menjadi α , β atau α' -monolaurin. Selain itu, ester dapat juga terjadi pada posisi α dan β atau α' dan β menjadi α,β -dilaurin atau α,α' -dilaurin, atau semua gugus hidroksil teresterkan menjadi trilaurin. Dengan mengatur perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol, diharapkan produk sintesis yang dihasilkan hanya monoester (monolaurin) sebagai hasil utama tidak tercampur dengan diester (dilaurin) atau trilaurin sebagai hasil samping. Karena tidak ada halangan sterik, maka gugus hidroksil (OH) pada gliserol pada CH_2 , OH primer pada posisi α dan α' dari gliserol lebih mudah tersubstitusi oleh laurat menjadi monoester (α -monolaurin) daripada gugus OH pada CH, OH sekunder pada posisi β dari gliserol. Oleh karena itu, monoester (monolaurin) yang dihasilkan diperkirakan adalah α -monolaurin.

Penelitian ini mencakup 4 tahapan proses, yaitu sintesis monolaurin, pemurnian dengan kromatografi kolom, dan identifikasi monolaurin hasil sintesis. Sintesis monolaurin dilakukan tanpa pelarut pada temperatur 130°C dan waktu reaksi selama 6 jam. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan perbandingan molaritas antara asam laurat dan gliserol pada reaksi esterifikasi sintesis α -monolaurin. Konsentrasi katalis H_2SO_4 divariasikan antara (1,25-6,25) (% berat) dan variasi perbandingan molaritas antara asam laurat terhadap gliserol (1:1; 1:2,5 dan 2,5:1). Karakteristik α -monolaurin hasil sintesis diharapkan sama dengan karakteristik α -monolaurin standar.

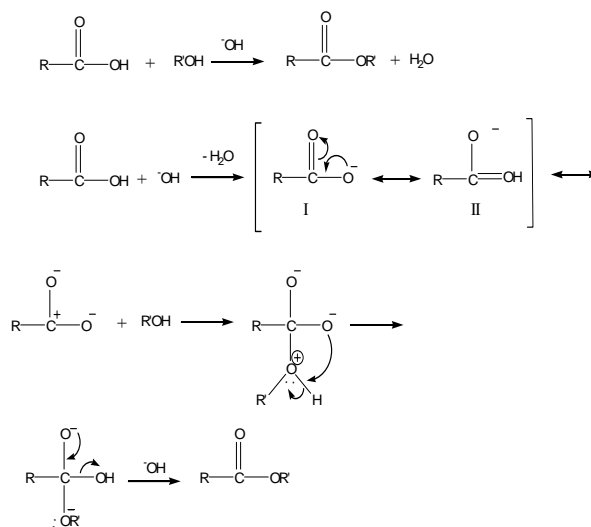
Reaksi esterifikasi asam laurat dengan gliserol bersifat bolak-balik jika dikatalisis oleh asam karena katalis asam menyebabkan asam karboksilat mengalami konyugasi. Dengan memisahkan produk samping air dari reaksi esterifikasi dengan menggunakan peralatan deanstark, kesetimbangan reaksi diharapkan akan bergeser ke kanan ke arah produk, sehingga rendemen

senyawa monolaurin yang dihasilkan tinggi. Mekanisme reaksi esterifikasi asam laurat dengan gliserol pada sintesis monolaurin jika dikatalisis oleh asam tampak pada Gambar 1 sebagai berikut :



Gambar 1. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis asam (H^+)

Reaksi esterifikasi selain dapat dikatalisis oleh asam [H^+], dapat juga dikatalisis oleh basa [OH^-]. Jika reaksi esterifikasi yang dikatalisis oleh asam bersifat bolak-balik, maka reaksi esterifikasi yang dikatalisis oleh basa bersifat satu arah. Hal ini disebabkan karena garam karboksilat yang terbentuk dapat membentuk struktur resonansi (I \leftrightarrow II). Mekanisme reaksi dengan katalis basa tampak pada Gambar 2 sebagai berikut :



Gambar 2. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis basa (OH^-)

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : asam laurat (SIGMA), gliserol (Sumi Asih dengan kemurnian 99%), H_2SO_4 dan NaHCO_3 (E. Merck), pelarut teknis *n*-heksana dan etil asetat yang telah didestilasi, monolaurin standar (DL- α -laurin dari Fluka) sebagai pembanding.

Alat

Seperangkat alat proses yang terdiri dari labu leher dua yang dilengkapi dengan alat refluks, kolom deanstark, pengaduk magnetik, dan termometer. Seperangkat alat kolom kromatografi untuk pemurnian senyawa hasil sintesis. Seperangkat alat identifikasi senyawa hasil sintesis yaitu plat silika gel (E. Merk) untuk analisa KLT, Melter (Fisher Scientific), FTIR (Shimadzu), LC-MS (Shimadzu Mariner HP 5972), dan NMR (JEOL ECA 500 Mhz).

Sintesis Monolaurin

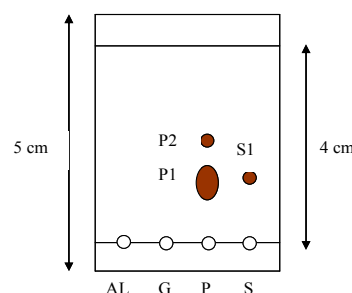
Sintesis monolaurin dilakukan tanpa pelarut dan dalam kondisi gas nitrogen. Labu leher dua yang telah berisi campuran reaksi, 10,016 g (0,05 mol) asam laurat dan 3,7 mL (0,05 mol) gliserol, dihubungkan dengan kolom deanstark, diaduk dengan pengaduk magnetik pada kecepatan putar tetap selama 6 jam waktu reaksi, direfluks pada temperatur 130⁰C, dan ditambahkan katalis H₂SO₄ 0,4 mL (5% berat). Selama waktu reaksi, dilakukan sampling setiap jam waktu reaksi secara periodik. Terbentuknya monolaurin dianalisis dengan menggunakan KLT dengan eluen campuran *n*-heksana dan etil asetat. Identifikasi pemisahan spot dimonitor di bawah lampu Ultra Violet (UV) pada panjang gelombang, λ = 254 dan dideteksi dengan penampak noda larutan 5% H₂SO₄ pekat dalam etanol, yang memberikan warna coklat pada noda setelah dipanaskan. Terbentuknya monolaurin dapat diketahui dengan membandingkan monolaurin standar.

Hasil sintesis diekstraksi dengan *n*-heksana. Katalis H₂SO₄ dipisahkan dari hasil sintesis dengan cara dinetralkan. Pemekatan dilakukan dengan menguapkan pelarut *n*-heksana. Pemurnian senyawa yang terkandung dalam hasil sintesis dilakukan dengan kromatografi kolom, dengan silika gel sebagai fasa diam dan campuran pelarut *n*-heksana dan etil asetat yang dielusikan secara bertahap. Fraksi-fraksi yang mengandung noda dominan dengan *Rf* sama dikumpulkan, pelarutnya diuapkan dengan penguap putar vakum. Pekatan hasil sintesis didiamkan selama 24 jam pada temperatur ruang, sehingga diperoleh kristal putih. Kristal yang diperoleh, ditimbang beratnya, dan dihitung rendemennya. Kristal yang diperoleh ditentukan titik lelehnya dan diidentifikasi dengan menggunakan FTIR, LC-MS, ¹H dan ¹³C-NMR. Dengan prosedur yang sama dilakukan sintesis monolaurin dengan konsentrasi katalis H₂SO₄ yang lain (1,25; 2,5; 3,75; dan 6,25) (% berat) dan perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol yang lain (1:2,5 dan 2,5:1).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa ester hasil reaksi esterifikasi dianalisa awal dengan KLT. Dua (2) spot yang terbentuk pada plat KLT menunjukkan reaksi esterifikasi menghasilkan 2 senyawa. Campuran 2 senyawa hasil sintesis diperkirakan adalah monoester (monolaurin) dengan *Rf* 0,45, sama dengan *Rf* monolaurin standar, dan senyawa

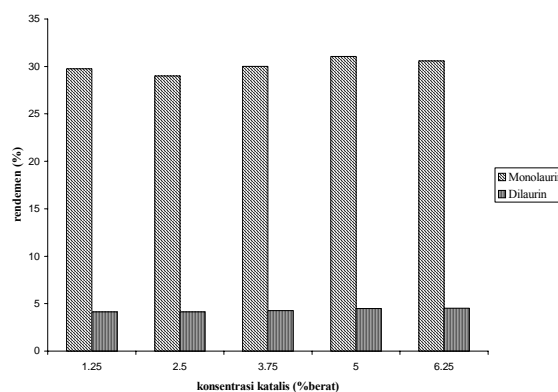
diester yang diperkirakan adalah dilaurin dengan *Rf* 0,55 seperti tampak pada Gambar 3.



Keterangan :
 AL = Asam laurat
 G = Gliserol
 P = Produk
 P1 = Monolaurin
 P2 = Dilaurin
 S, S1 = Monolaurin standar

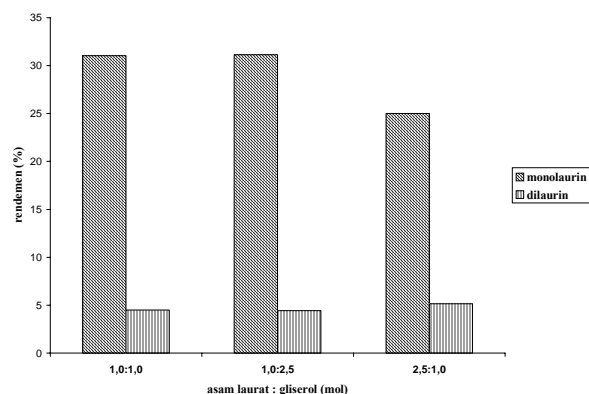
Gambar 3. Hasil analis KLT

Hasil sintesis diekstraksi dengan *n*-heksana, dipisahkan katalisnya dengan cara dinetralkan dan dicuci dengan air. Pemekatan kedua fraksi, *n*-heksana dan air dilakukan dengan penguap putar vakum. Dari berat pekatan fraksi *n*-heksana yang diperoleh, diketahui rendemen ester yang diperoleh. Pemurnian senyawa dilakukan dengan kromatografi kolom silika gel dan campuran pelarut *n*-heksana-etil asetat yang dielusikan secara bertahap. Pengaruh konsentrasi katalis pada reaksi esterifikasi dikaji dengan memvariasikan konsentrasi katalis H₂SO₄ 1,25; 2,5; 3,75; 5 dan 6,25 (% berat). Pemurnian senyawa ester hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan kolom kromatografi menghasilkan monolaurin dan dilaurin. Pengaruh konsentrasi katalis H₂SO₄ pada reaksi esterifikasi sintesis monolaurin tampak pada Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap rendemen monolaurin pada reaksi esterifikasi asam laurat/gliserol.

Pada konsentrasi katalis 5% H₂SO₄ menghasilkan monolaurin dengan rendemen 31,05%, dan dilaurin sebagai hasil samping sebesar 4,48% seperti tampak pada Gambar 4. Kajian pengaruh perbandingan molaritas reaktan asam laurat terhadap gliserol menunjukkan bahwa, pada perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol 1:2,5 menghasilkan monolaurin dengan rendemen terbesar 31,14%, dan dilaurin sebagai hasil samping sintesis sebesar 4,42% seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol pada reaksi esterifikasi.

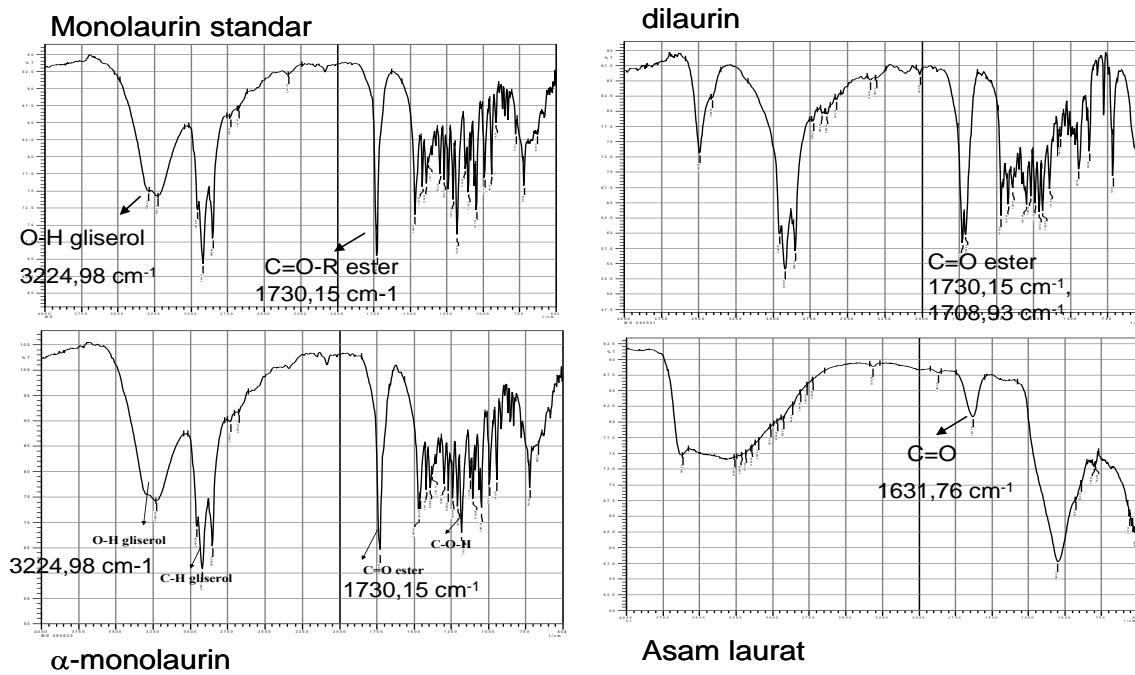
Berdasarkan data kajian konsentrasi katalis H₂SO₄ dan perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol dapat dikatakan bahwa, kondisi optimum reaksi esterifikasi pada sintesis monolaurin adalah pada konsentrasi katalis 5% H₂SO₄, perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol 1:2,5, pada temperatur reaksi 130⁰C dan 6 jam waktu reaksi.

Monolaurin dan dilaurin yang dihasilkan dianalisa titik lelehnya. Hasil analisa titik leleh yang diukur dengan Melter Scientific menunjukkan titik leleh dari monolaurin hasil sintesis 30⁰C identik dengan monolaurin standar, sedangkan titik leleh dari dilaurin adalah 38⁰C.

Analisis FTIR

Identifikasi infra merah terhadap monolaurin hasil sintesis menunjukkan terbentuknya gugus baru pada bilangan gelombang 3224,98 dan 3290,56 cm⁻¹, vibrasi ulur asimetrik gugus hidroksil dari gliserol, dan serapan pada bilangan gelombang 1730,15 cm⁻¹, vibrasi ulur gugus karbonil dari ester yang terbentuk, berbeda dengan serapan pada bilangan gelombang 1697,36 cm⁻¹, vibrasi ulur gugus karbonil dari asam laurat. Hasil analisis FTIR monolaurin hasil sintesis identik dengan monolaurin standar seperti tampak pada Gambar 6.

Identifikasi infra merah terhadap diester yang diperkirakan senyawa dilaurin menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 3493,09 cm⁻¹, vibrasi ulur asimetrik hidroksil dari gliserol. Serapan pada bilangan gelombang 1708,93 dan 1730,15 cm⁻¹, vibrasi ulur gugus karbonil dari ester, berbeda dengan serapan gugus karbonil dari asam laurat dan monolaurin standar (gugus karbonil dari asam laurat pada bilangan gelombang 1697,36 cm⁻¹, sedangkan gugus karbonil dari monolaurin standar hanya pada bilangan gelombang 1730,15 cm⁻¹).

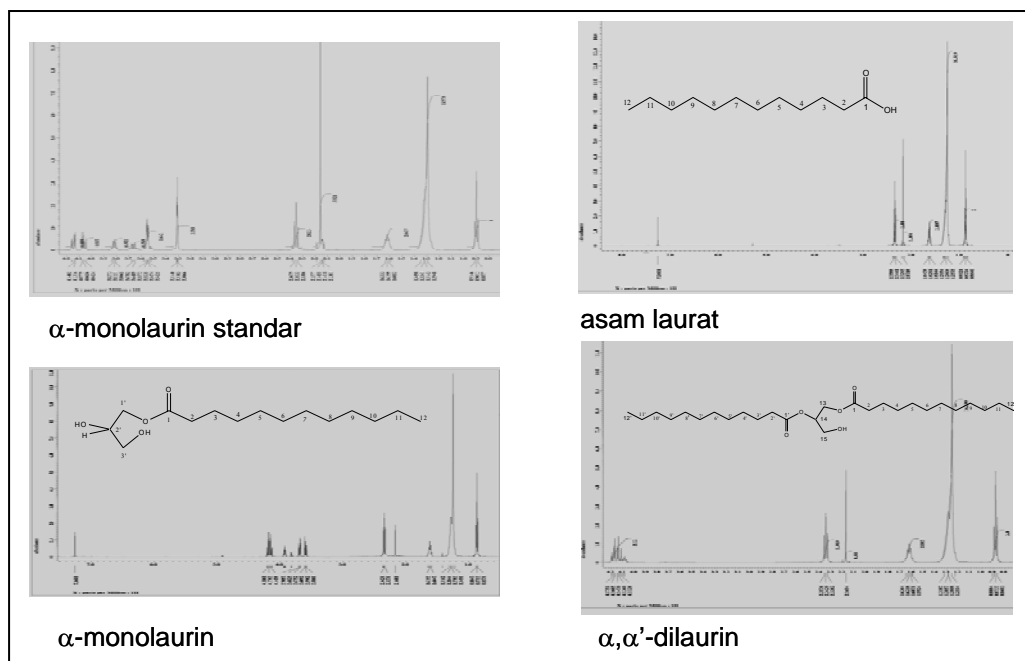


Gambar 6. Spektrum IR reaktan dan produk

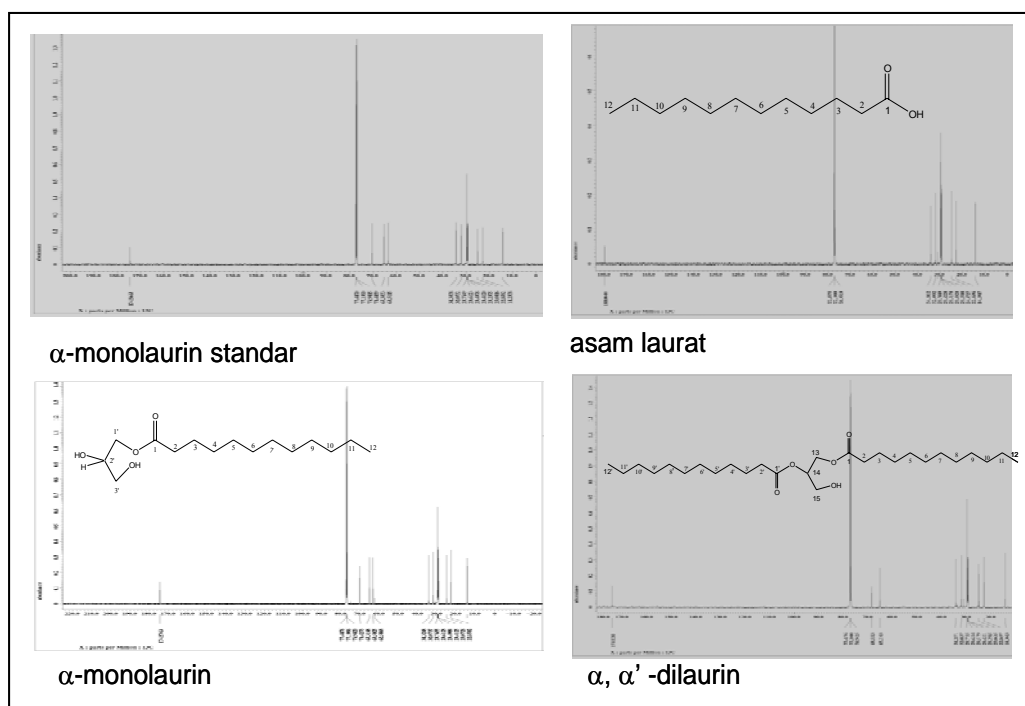
Analisis Berat Molekul

Analisis berat molekul (BM) yang diukur dengan menggunakan LC-MS terhadap hasil utama sintesis menghasilkan kromatogram dengan puncak dominan pada waktu retensi 12,7 menit, dengan luas area 15397,79 dan BM 274,28. Hasil analisis LC-MS ini menunjukkan hasil utama sintesis adalah monolaurin (BM monolaurin berdasar literatur 274,4). Puncak kedua pada waktu retensi 22,6 menit dengan luas area 654,17 merupakan pengotor. Kemurnian monolaurin

dihitung dengan membandingkan luas area monolaurin dengan luas total area pada kromatogram, menunjukkan kemurnian monolaurin hasil sintesis 95,9%. LC-MS monolaurin hasil sintesis identik dengan monolaurin standar. Analisis LC-MS terhadap diester yang diperkirakan dilaurin, menghasilkan kromatogram dengan puncak dominan pada waktu retensi 17,8 menit, dengan luas area 13412,20 dan BM 454,87 (BM dilaurin berdasar literatur 456) dengan kemurnian produk 95,2%.



Gambar 7. Spektrum ¹H-NMR reaktan dan produk



Gambar 8. Spektrum ¹³C-NMR reaktan dan produk

Tabel 1. Data pergeseran kimia (δ , ppm) spektrum ^1H dan ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) senyawa α -monolaurin hasil sintesis dan α -monolaurin standar.

C/H	Pergeseran Kimia (δ , ppm)			
	α -Monolaurin Hasil Sintesis		α -Monolaurin Standar	
	^1H	^{13}C	^1H	^{13}C
1	-	174,57	-	175,60
2	2,34 (2H, <i>t</i> , $J = 7,3$ Hz)	34,32	2,34 (2H, <i>t</i> , $J = 7,3$ Hz)	34,50
3	1,61 (2H, <i>p</i> , $J = 7,3$ Hz)	25,07	1,61 (2H, <i>p</i> , $J = 7,3$ Hz)	25,85
4 -11	1,28 (16H, <i>m</i>)	22,75 (11); 29,28 - 29,87 (4-9); 32,07 (10)	1,27 (16H, <i>m</i>)	22,90 (11); 30,31-30,83 (4-9); 32,50(10)
12	0,87 (3H, <i>t</i> , $J = 6,7$ Hz)	14,05	0,87 (3H, <i>t</i> , $J = 6,7$ Hz)	14,54
1'	4,15 (1H, <i>dd</i> , $J = 6,1$ & 11,6 Hz) 4,18 (1H, <i>dd</i> , J $= 4,9$ & 11,6 Hz)	65,31	4,15 (1H, <i>dd</i> , $J = 6,1$ & 11,6 Hz) 4,17 (1H, <i>dd</i> , $J = 4,9$ & 11,6 Hz)	66,56
2'	3,93 (1H, <i>p</i> , $J = 4,2$ Hz)	70,43	3,92 (1H, <i>p</i> , J $= 4,2$ Hz)	71,24
3'	3,61 (1H, <i>dd</i> , $J = 5,5$ & 11,6 Hz) 3,67 (1H, <i>dd</i> , J $= 3,7$ & 15 Hz)	63,50	3,60 (1H, <i>dd</i> , $J = 5,5$ & 11,6 Hz) 3,67 (1H, <i>dd</i> , $J = 4,3$ & 11,6 Hz)	64,15

Keterangan : *t* = triplet, *dd* = doublet-doublet, *m* = multiplet, dan *p* = pentaplet.

Tabel 2. Data pergeseran kimia (δ , ppm) spektrum ^1H dan ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) senyawa α, α' -dilaurin hasil sampling sintesis dan reaktan asam laurat

C/H	Pergeseran Kimia (δ , ppm)			
	α, α' -dilaurin		Asam laurat	
	^1H	^{13}C	^1H	^{13}C
1, 1'	2,34 (2H, <i>t</i> , $J = 7,3$ Hz)	174,14	-	180
2, 2'	1,61 (2H, <i>p</i> , $J = 7,3$ Hz)	34,29	2,34 (2H, <i>t</i> , $J = 7,3$ Hz)	34,20
3, 3'	1,28 (32H, <i>m</i>)	32,08	1,63 (2H, <i>p</i> , $J = 7,3$ Hz)	24,87
4 -11 & 4'-11'	0,87 (6H, <i>t</i> , $J = 6,7$ Hz)	22,87 (11, 11') 25,06; 29,63 (5- 10 & 5'-10') 31,10 (4, 4')	1,29 (16H, <i>m</i>)	22,86(C11) 29,52 (C4-C9) 32,09 (C10)
12, 12'		14,30	0,88 (3H, <i>t</i> , $J = 7,4$ Hz)	14,29
14	4,17 (2H, <i>m</i>)	65,21	-	-
13 & 15		68,56	-	-

Analisis spektra ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR

Spektrum ^1H -NMR digunakan untuk menentukan jumlah dan posisi proton dalam senyawa hasil sintesis, sedangkan spektrum ^{13}C -NMR digunakan untuk mengetahui jumlah karbon (C), karbon metil, metilen, metin, ataupun karbonil ester. Spektrum dan data spektroskopi ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 500 MHz, δ ppm) dari hasil sintesis : senyawa monolaurin, monolaurin standar, dilaurin, dan reaktan asam laurat terdapat pada Gambar 7 dan Gambar 8, serta Tabel 1 dan Tabel 2.

Berdasarkan data spektrum ^1H -NMR senyawa monolaurin hasil sintesis, pemisahan spin pada $\delta_{\text{H}} = 4,15$ dan $4,17$ ppm yang berbentuk *doublet-doublet* (*dd*), menunjukkan terbentuknya ester pada posisi α ($\text{C}1'$), senyawa monolaurin yang dihasilkan adalah α -monolaurin. Selain itu, spektrum ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR hasil utama sintesis dan α -monolaurin standar (DL- α -laurin) identik, sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil utama sintesis adalah α -monolaurin.

Selain itu, jika dibandingkan dengan spektrum $^1\text{H-NMR}$ reaktan asam laurat, pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ monolaurin terdapat puncak-puncak pergeseran kimia baru yang sebelumnya tidak ada pada reaktan asam laurat, yaitu pada $\delta_{\text{H}}=2,34$ ppm yang berbentuk triplet adalah pergeseran kimia 2 proton dari gugus CH_2 yang berinteraksi dengan gugus CH_2 . Pada $\delta_{\text{H}}=3,60$ ppm dan $\delta_{\text{H}}=3,67$ ppm adalah pergeseran kimia 2 proton gugus CH_2 dari gliserol yang berbentuk *doublet-doublet* dan muncul *downfield*, karena letaknya dekat dengan oksigen yang elektronegatif pada posisi α dan ester pada posisi α , $\delta_{\text{H}}=3,92$ ppm yang berbentuk *pentaplet* adalah pergeseran kimia 1 proton gugus CH yang berinteraksi dengan 2 gugus CH_2 dari gliserol dan $\delta_{\text{H}}=4,14$ ppm yang berbentuk *doublet-doublet*, dan $\delta_{\text{H}}=4,18$ ppm yang berbentuk *doublet-doublet* adalah pergeseran kimia 2 proton gugus CH_2 dari gliserol. Pada spektrum $^{13}\text{C-NMR}$, karbonil karboksilat dari asam laurat pada $\delta_{\text{C}}=180$ ppm, menjadi karbonil ester dari monolaurin pada $\delta_{\text{C}}=174,57$ ppm.

Hasil samping sintesis, senyawa dilaurin yang dihasilkan diperkirakan adalah α,α' -dilaurin. Gugus hidroksil (OH) pada CH_2 , OH primer pada posisi α dan α' dari gliserol lebih mudah tersubstitusi oleh laurat daripada gugus OH pada CH (OH sekunder pada posisi β dari gliserol), dikarenakan tidak ada halangan sterik. Jika 2 gugus OH pada posisi α dan α' dari gliserol tersubstitusi oleh laurat, maka produk yang dihasilkan adalah α, α' -dilaurin. Pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ tersebut, dapat dilihat bentuk pemisahan spin pada $\delta_{\text{H}}=4,17$ ppm yang berbentuk *pentaplet* (C_{14}) dan *doublet-doublet* (*dd*) (C_{13}) yang bertumpuk sehingga seperti bentuk *multiplet*, menunjukkan terbentuknya ester pada posisi α dan α' . Hal ini menunjukkan bahwa 2 dari 3 gugus hidroksil awal dari gliserol tersubstitusi oleh laurat, sehingga dipastikan bahwa hasil samping sintesis adalah dilaurin, yaitu α, α' -dilaurin. Dari spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ pada Gambar 8, terbentuknya ester ditunjukkan oleh pergeseran kimia karbon (C_1 dan C_1'), gugus karbonil ester yang paling *downfield* pada $\delta_{\text{C}}=174,14$ ppm. Spektrum ^1H dan $^{13}\text{C-NMR}$ tersebut menunjukkan adanya kesimetrian senyawa dari produk, sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil samping sintesis adalah α, α' -dilaurin.

Berdasarkan hasil analisis KLT yang menunjukkan terjadinya perubahan nilai R_f dari R_f reaktan asam laurat 0, menjadi R_f monolaurin hasil sintesis 0,45 dan data spektroskopi (IR, Massa dan NMR) di atas, membuktikan bahwa reaksi esterifikasi pada sintesis monolaurin telah berhasil dilakukan.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat diambil beberapa kesimpulan yaitu pada kondisi optimum reaksi esterifikasi asam laurat dengan gliserol, dengan perbandingan molaritas asam laurat terhadap gliserol 1:2,5; konsentrasi katalis 5% H_2SO_4 , temperatur 130°C , dan 6 jam waktu reaksi, dihasilkan senyawa α -monolaurin sebanyak 31,14% sebagai hasil utama

sintesis dan senyawa α,α' -dilaurin sebanyak 4,48% sebagai hasil samping sintesis.

Identifikasi sampel dengan KLT, FTIR, LC-MS, ^1H dan $^{13}\text{C-NMR}$ menunjukkan bahwa senyawa α -monolaurin yang dihasilkan identik dengan α -monolaurin standar (DL- α -laurin). Identifikasi sampel dengan NMR menunjukkan bahwa, hasil utama dan hasil samping sintesis adalah senyawa α -monolaurin dan α,α' -dilaurin, sedangkan identifikasi dengan LC-MS menunjukkan kemurnian senyawa α -monolaurin dan α,α' -dilaurin hasil sintesis adalah 95,9% dan 95,2%.

SARAN

Perlu adanya penelitian lebih lanjut untuk memperoleh kondisi reaksi esterifikasi yang tepat, sehingga dihasilkan senyawa α -monolaurin dengan rendemen tinggi, dan dilakukan uji aktivitas antibakteri senyawa α -monolaurin terhadap bakteri uji seperti *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Streptococcus iniae* dan jamur *Candida albicans*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PP Kimia LIPI dan Biro Organisasi dan Kepegawaian LIPI atas bantuan dana dalam kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Bossaert, W.D. *et al*, (1999), Mesoporous Sulfonic Acids as Selective Heterogeneous Catalyst for the Synthesis of Monoglycerides, *J. Catalysis*, 182, 156-164.
- Clarke, A., Minimal Inhibitory Concentration of Fatty acids in Mothers Milk Against Some Microorganism, In Lauricidin, The Natural Way To Better Health, <http://www.lauricidin.com>, 24-02-2006.
- Fureby, A.M., Creutz, P.A., and Mattiasson, B., (1996), Glyceride Synthesis in a Solvent Free System, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 74 (11), 1489-1495.
- Gandhi, N.N., (1997), Application of Lipase, *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 74 (6), 621-634.
- Gandhi, N.N. and Mukherjee, (2000), Papaya (*Carica papaya*) lipase with some distinct acyl and alkyl specificities as compared with microbial lipases, *Biochem. Soc.*, 977-978.
- Juliati, B.T., (2002), *Ester Asam Lemak*, Kimia, FMIPA USU, digital library.
- Kabara, J.J., (1984), Inhibition of *Staphylococcus aureus* in a model agar meat system by monolaurin, *J. Food Safety*, 6, 197-201.
- Kabara, J.J., (1998), *Medium-chain fatty acids and ester: In Antimicrobial in Food*, Marcel Dekker, New York, 307-342.

Kabara, J.J., (1978), Fatty acids and derivatives as antimicrobial agent, *AOCS*.

Kabara, J.J., and Hierholzer, J.C., (1982), In vitro effects of monolaurin compound on enveloped RNA and DNA viruses, *J. Food Safety*, 4, 1-12.

Monteiro, J.B. *et al*, (2003), Lipase-catalyzed synthesis of monoacylglycerol in a homogeneous system, *J. Biotechnology*, 8, 641-644.

Pereira, C.C B., Silva, M.A.P., and Langone, M.A.P., (2004), Enzymatic Synthesis of Monolaurin, *J. Appl. Biochem. Biotech.*, 114, 433-446.

Preuss, H.G. *et al*, (2005), *Effects of Essential Oils and Monolaurin on Staphylococcus aureus: In Vitro and In Vivo Studies*, 1-15.