

SINTESIS 2-MONOKAPRIN DARI ASAM KAPRAT

Hendrikus Paulus Malelak, Antonius Ola, Febri Odel Nitbani

*Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Jln. Adisucipto, Penfui,
Kupang, Nusa Tenggara Timur, 85001, Indonesia
Email: febri_nitbani@yahoo.com*

Abstrak

Sintesis senyawa 2-monokaprin dilakukan melalui jalur etanolisis enzimatis. Sintesis ini melalui 2 tahap, yaitu sintesis trikaprin dan etanolisis trikaprin. Sintesis trikaprin dilakukan dengan mereaksikan asam kaprat dan gliserol dengan H₂SO₄ sebagai katalis. Hasil yang diperoleh berupa cairan kuning kental dengan rendemen 32%. Senyawa trikaprin kemudian dietanolisis dengan bantuan enzim lipozim TL IM sebagai katalis sehingga diperoleh 2-monokaprin berupa cairan kuning dengan rendemen sebesar 57%. Senyawa 2-monokaprin yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan KLT, Spektroskopi IR dan NMR.

Kata Kunci: *Trikaprin, 2-Monokaprin, Asam kaprat, etanolisis*

Abstract

The synthesis of 2-monocaprine compound was carried out through the enzymatic ethanollolysis pathway. This synthesis went through 2 stages, namely tricaprine synthesis and tricaprine ethanollolysis. Tricaprine synthesis was carried out by reacting capric acid and glycerol with H₂SO₄ as a catalyst. The results were obtained in the form of a thick yellow liquid with a yield of 32%. The tricaprine compound was then ethanolyzed with the help of the enzyme lipozyme TL IM as a catalyst to obtain 2-monocaprine in the form of a yellow liquid with a yield of 57%. The 2-monocaprine compound obtained was characterized using TLC, IR spectroscopy, and NMR

Keyword: *Tricaprine, 2-Monocaprine, Capric acid, ethanollolysis*

PENDAHULUAN

Monoasilgliserol merupakan kelompok gliserida yang terdiri dari suatu molekul gliserol yang berikatan dengan asam lemak melalui ikatan esternya. Monoasilgliserol berfungsi sebagai emulsifier dan bahkan sebagai substansi anti mikroba khususnya jika dihasilkan dari minyak kelapa atau dari minyak inti sawit [4]. Penggunaan monoasilgliserol sebagai emulsifier di industri pangan untuk digunakan pada pengolahan *margarin, peanut butter, coffe whitener, confectionary*, puding, roti, biskuit dan kue-kue kering.

Monokaprin adalah pengemulsi makanan yang paling banyak digunakan karena mengandung asam lemak rantai samping C₁₀ dan umumnya dikenal sebagai aditif makanan yang aman. Selain itu, monokaprin juga menunjukkan efek penghambatan yang luas terhadap pertumbuhan bakteri yang ditularkan melalui makanan, termasuk *Campylobacter jejuni, Salmonella spp, Bacillus cereus, Salmonella typhimurium dan Escherichia coli* serta jamur seperti spesies *Penicillium* dan *Aspergillus*, dan virus seperti HIV, HSV, *Chlamydia trachomatis* dan *Neisseria gonorrhoeae* [3].

Monokaprin dapat disintesis menggunakan berbagai metode sintesis monoasilgliserol. Produksi monoasilgliserol skala industri dilakukan dengan metode gliserolisis kimiawi berkelanjutan dari lemak dan minyak, menggunakan katalis anorganik seperti kalium hidroksida atau Ca (OH)₂. Metode ini memiliki kelemahan yaitu membutuhkan suhu reaksi yang tinggi (220-250°C). Temperatur yang tinggi ini menyebabkan produk yang dihasilkan berwarna gelap dengan bau yang tidak diinginkan. Reaksi gliserolisis dapat dilakukan dengan menggunakan katalis enzim. Enzim yang sering digunakan adalah enzim lipase.

Sintesis enzimatis monoasilgliserol menggunakan lipase, memiliki keuntungan seperti dilakukan pada suhu lebih rendah, menghasilkan produk berkualitas lebih tinggi, konsumsi energi lebih rendah dan limbah cair lebih ramah lingkungan. Sintesis enzimatik monokaprin menggunakan lipase sebelumnya pernah dilaporkan oleh Da Silva *et al* (2003) dengan menggunakan esterifikasi asam kaprat dan gliserol menghasilkan produk monokaprin sebesar 61,3% [1].

Banyaknya manfaat dari monokaprin yang diaplikasikan dalam industri makanan, kosmetik dan

farmasi maka perlu dilakukan pengembangan metode untuk mensintesis monokaprin secara enzimatik. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa 2-monokaprin melalui jalur etanolisis enzimatis.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: alat-alat gelas laboratorium, satu set alat refluks, corong pisah, alat timbang elektrik (Libror EB-330 Shimadzu), satu set evaporator Buchi (R-124), Kromatografi Gas-Spektrometer massa (GC-MS, Shimadzu QP - 2010).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam kaprat, gliserol, metanol, etanol, Na_2CO_3 , Na_2SO_4 anhidrat, aquades dan enzim lipase.

Prosedur Kerja

Sintesis Trikaprin

Asam kaprat (0,0097 mol), gliserol (0,097 mol) dan larutan asam sulfat 5% direfluks pada suhu 120°C selama 7 jam, kemudian ditetesi larutan NaOH 10% pada campuran hingga pH campuran mencapai 13. Produk diekstraksi dengan n-heksana dan lapisan organik dicuci dengan aquades sampai pH netral. Fase organik kemudian dikeringkan dengan natrium sulfat dan dievaporasi pelarutnya.

Etanolisis Trikaprin

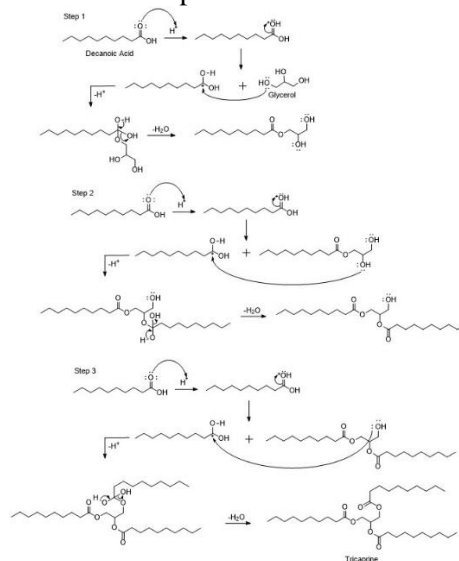
Trikaprin (0,0013 mol) dilarutkan dalam etanol, dan campuran diinkubasi pada 35°C selama 24 jam dengan adanya enzim lipase sebagai katalis. Setelah 24 jam campuran disaring, dan filtrat diencerkan dengan etanol 80%. Produk samping dihilangkan menggunakan n-heksana. Fase air diuapkan dan dimurnikan menggunakan plat KLT dengan perbandingan n-heksana: etil asetat 7:3 sebagai fase gerak, kemudian noda yang diperoleh dikeringkan, digerus dan ditimbang beratnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Trikaprin

Senyawa Trikaprin adalah senyawa turunan asam kaprat dengan komponen utama minyak trigliserida rantai menengah, yang memiliki potensi antiandrogen dan sifat anti hiperglikemik. Trikaprin dihidrolisis menjadi asam kaprat yang mengikat dan mengaktifkan sebagian peroksisom proliferasi-activated receptor PPAR-gamma, serta PPAR-alpha dan PPAR- beta/delta, tanpa menginduksi adipogenesis. Sintesis trikaprin dilakukan menggunakan reaksi esterifikasi.

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi substitusi asil nukleofil dengan katalisator asam [2]. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah refluks, penggunaan metode refluks dalam penelitian ini karena reaksi dilakukan pada suhu tinggi yang menyebabkan reaksi menjadi kering, penggunaan metode ini agar uap yang terbentuk dapat terkondensasi dalam kondensor sehingga reaksi tidak menjadi kering. Berikut adalah mekanisme reaksi sintesis trikaprin.

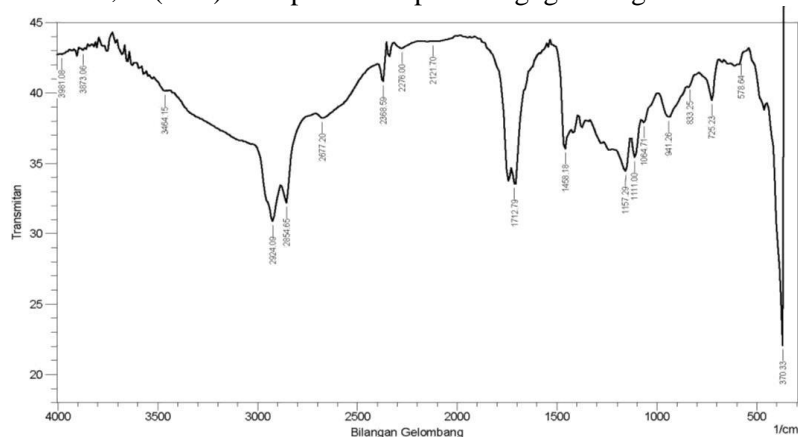


Gambar 1. Mekanisme reaksi sintesis trikaprin

Sintesis trikaprin dilakukan dengan mereaksikan asam kaprat dengan asam sulfat agar H sebagai asam dari asam sulfat memprotonasi O dari gugus karbonil dari senyawa asam kaprat dan terbentuk gugus -OH muatan (+) pada atom oksigen dengan keadaan tidak stabil sehingga terjadi polarisasi, polarisasi terjadi dengan pemutusan ikatan rangkap yang dimana ikatan phi (π) putus dan tersisa ikatan zigma (Σ) dan terbentuklah gugus OH yang menyebabkan atom C pada gugus karbonil menjadi lebih positif atau C karbonil memiliki sifat karbokation. Setelah terbentuk karbokation, direaksikan dengan gliserol sehingga gugus hidroksil (OH) dari gliserol menyerang karbokation dari gugus C karbonil sehingga salah satu gugus OH pada pada senyawa asam kaprat putus dan terbentuklah senyawa trikaprin.

Campuran yang dihasilkan kemudian diekstraksi menggunakan n-Heksan dan dicuci dengan aquades dalam corong pisah untuk memisahkan komponen-komponen yang merupakan produk yang larut dalam n-Heksan dan pengotor yang diduga bersifat polar yang larut dalam air. Digunakan pelarut n-Heksan karena produk 2,3-di(decanoxy) propyl decanoate/ (glyceryl tricaprinate) memiliki sifat non polar yang disumbangkan oleh rantai alkil. Setelah dicuci dengan aquades diukur pH, fasa n-Heksan memiliki pH 9 kemudian pH dinetralkan menggunakan H₂SO₄. Setelah pH netral dilakukan evaporasi hingga n-Heksan menguap, setelah n-Heksan menguap diperoleh hasil Trikaprin (glyceryl tricaprinate) berupa cairan berwarna kuning dengan rendemen 32%.

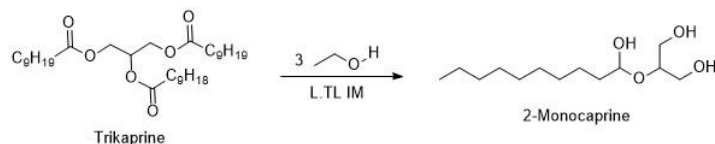
Spektrum IR pada bilangan gelombang 2924,09 (cm⁻¹) dan 2854,65 (cm⁻¹) adalah karakteristik yang disebabkan adanya rentangan gugus Csp³-H. Serapan tajam di daerah 1712,79 (cm⁻¹), diperkuat dengan adanya overtone di daerah 3464,15 (cm⁻¹) yang merupakan serapan dari gugus -C=O- karbonil. Serapan pada bilangan gelombang 1458,18 (cm⁻¹) merupakan serapan dari gugus metilen -CH₂-. Serapan pada daerah 1157,29 (cm⁻¹) merupakan serapan dari gugus fungsi C-O-C Ester.



Gambar 2. Spektrum IR Trikaprin

Sintesis 2-Monokaprin

Sintesis 2-monokaprin dilakukan menggunakan metode etanolisis. Metode etanolisis adalah pemecahan struktur dengan menggunakan enzim lipozim TL IM dan pelarut etanol. Enzim lipozim TL IM bekerja secara regioselektif dengan melisis gliserol ester pada atom karbon satu dan tiga yang dapat menyebabkan terbentuknya senyawa 2 monokaprin dengan skema reaksi sebagai berikut.



Gambar 3. Skema reaksi sintesis 2-monokaprin

Senyawa trikaprin direaksikan dengan enzim lipozim TL IM dalam etanol selama 24 jam. Enzim lipozim TL IM merupakan katalis yang bersifat regioselektif yang dapat meningkatkan regioselektivitas dari suatu senyawa yang bereaksi. Enzim liposim TL IM (R1,3) akan mengarahkan arah serangan nukleofil dari etanol terhadap trikaprin yang merupakan trigliserida pada posisi C no.1 dan C no.3.

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I
UNIVERSITAS NUSA CENDANA
Kupang, 31 Maret 2022**

Enzim lipozim TL IM aktivitasnya akan menurun jika lingkungan sekitarnya mengandung air atau tidak dapat bekerja dengan baik apabila mengkatalisis senyawa yang mengandung air oleh karena itu penggunaan pereaksi etanol dikeringkan terlebih dahulu dengan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat.

Suhu merupakan faktor yang dapat mempengaruhi produk yang dihasilkan, semakin tinggi suhu dalam suatu reaksi produk yang dihasilkan akan semakin banyak, namun suhu tinggi dapat merusak komponen aktivitas dari suatu senyawa ataupun dapat merusak senyawa yang dihasilkan [5]. Selain suhu yang tinggi dapat menurunkan komponen aktivitas dari suatu senyawa dilihat dari katalis enzim yang digunakan merupakan protein yang akan rusak atau terdenaturasi akibat suhu yang tinggi.

Setelah 24 jam reaksi dihentikan dan dilakukan pemisahan dengan cara disaring untuk memisahkan enzim dari produk dan dilakukan dengan ekstraksi menggunakan larutan hidroalkoholik. Larutan hidroalkoholik dibuat dengan cara mencampurkan air dan etanol dengan perbandingan 80:20. Tujuan dari penggunaan larutan hidroalkoholik yaitu dilihat dari sifat kelarutan antara etanol dan n-heksan yang memungkinkan keduanya dapat tercampur sempurna karena tetapan dielektrik dari etanol 24,3 dan n-heksan 1,88

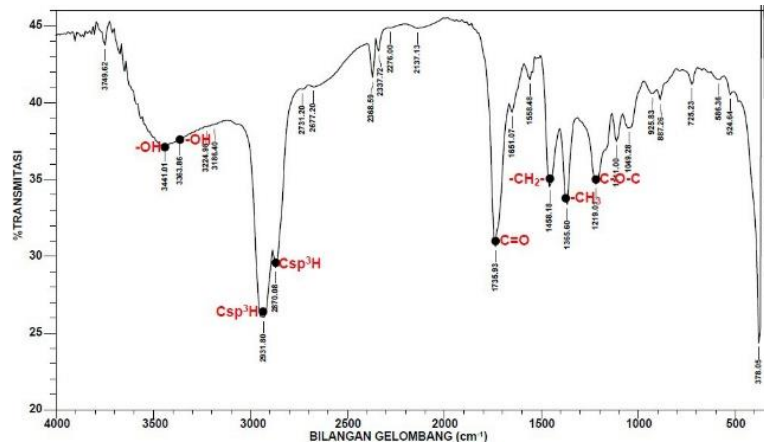
Setelah dilarutkan dalam larutan hidroalkoholik kemudian dicuci menggunakan n-heksan dengan tujuan melarutkan pengotor yang bersifat non-polar yang diduga berupa etil kaprat dan trikaprin yang belum terkonversi menjadi 2-monokaprin. Setelah produk target dicuci dengan n-heksan diambil fasa etanol air kemudian dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat lalu dievaporasi dan diperoleh produk 0,85 g pada dengan tampilan cairan kuning mudah dengan rendemen 57%.

Analisis KLT dilakukan dengan menggunakan eluen n-heksana:etil asetat dengan perbandingan 7:3. Untuk memvisualisasi noda pada plat KLT digunakan uap dari iodium. Hasil KLT menunjukkan adanya satu noda dibagian bawah plat yang merupakan representasi dari senyawa 2-monokaprin.



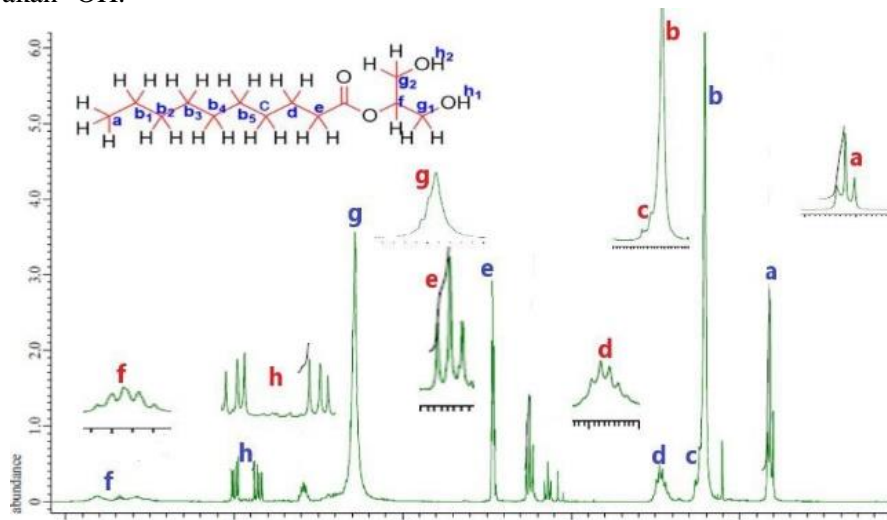
Gambar 4. KLT 2-monokaprin

Spektrum IR menunjukkan serapan pada bilangan gelombang $3441,01(\text{cm}^{-1})$ - $3186,40(\text{cm}^{-1})$ merupakan serapan dari gugus fungsi OH. Pada bilangan gelombang $2931,80(\text{cm}^{-1})$ dan $2870,08(\text{cm}^{-1})$ adalah karakteristik yang disebabkan adanya rentangan gugus $-\text{C}^3-\text{H}-$. Serapan tajam di daerah $1735,93(\text{cm}^{-1})$, diperkuat dengan adanya overtone di daerah $3749,62(\text{cm}^{-1})$ yang merupakan serapan dari gugus $(-\text{C}=\text{O})$ karbonil. Serapan pada bilangan gelombang $1458,18(\text{cm}^{-1})$ merupakan serapan dari gugus metilen $(-\text{CH}_2-)$. Serapan pada daerah $1365,60(\text{cm}^{-1})$ merupakan gugus fungsi dari metil $(-\text{CH}_3)$ Serapan pada daerah $1219,01(\text{cm}^{-1})$ merupakan serapan dari gugus fungsi C-O-C ester.



Gambar 5. Spektrum IR 2-monokaprin

Pada spektrum ¹H-NMR terdapat 8 puncak. Puncak a merupakan pergeseran kimia $\delta H = 0,82$ ppm triplet dengan integrasi 3H yang merupakan gugus metil (-CH₃) pada atom C10 gugus kapril. Puncak b dengan pergeseran kimia $\delta H = 1,20$ ppm H singlet dengan integrasi 10 H adalah gugus metilen (-CH₂-CH₂-) yang berada pada C9-C5 gugus kapril. Puncak b memiliki peak tertinggi, disebabkan adanya banyak atom H yang terintegrasi. Puncak c dengan pergeseran kimia $\delta H = 1,27$ ppm H triplet dengan integrasi 2H adalah serapan dari gugus -CH₂- pada atom C4 gugus kapril. Puncak d $\delta H = 1,46$ ppm, quintet 2H adalah gugus -CH₂- pada atom C3 gugus kapril. Puncak E dengan pergeseran kimia $\delta H = 2,46$ ppm H triplet dengan integrasi 2H merupakan gugus -CH₃ pada atom C2 gugus kapril. Puncak f dengan pergeseran kimia $\delta H = 4,68$ ppm doublet of doublet dengan integrasi 1H adalah gugus -O-CH-CH₂-. Puncak g dengan pergeseran $\delta H = 3,28$ ppm H triplet dengan integrasi 2H yang menunjukkan gugus CH₂-OH. Puncak H $\delta H = 3,90$ ppm dan 3,99 ppm dengan pola sinyal double triplet merupakan -OH.



Gambar 6. Spektrum H-NMR 2-monokaprin

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa 2-monokaprin dapat sintesis melalui jalur etanolisis enzimatis dengan rendemen sebesar 57%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Da Silva, M.A.M., Madeiros, V.C., Langone, M.A.P and Freire, D.M.G. 2003. *Synthesis of Monocaprin Catalyzed by Lipase. Applied Biochemistry and Biotechnology. Vol 105-108.*
- [2] Fessenden, Ralph J & Fessenden, Joan S. 1995. *Kimia Organik*. Edisi Ketiga. Erlangga. Jakarta
- [3] Ma, Maomao., Wen, X., Xie, Y., Guo, Z., Zhao, R., Yu, P., Gong, D., Deng, S., and Zheling Zeng.

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I
UNIVERSITAS NUSA CENDANA
Kupang, 31 Maret 2022**

2017. *Antifungal activity and mechanism of monocaprin against food spoilage fungi.* *J.foodcont.*2017.07.022.
- [4] Mapiratu, and Frida Dwi Anggraini. "Pembuatan Digliserida Dari Santan Kelapa Menggunakan Enzim Lipase Kecambah Biji Wijen." *Conference on Innovation and Application of Science and Technology (CIASTECH)*. Vol. 3. No. 1. 2003.
- [5] Zeng, Fan-kui., Yang, Bo., Wang, Yong-hua., Wang, Wei-fei., Ning, Zhengxiang., Li, Lin., 2010, Enzymatic Production of Monoacylglycerols with 63 Camellia Oil by the Glycerolysis Reaction, *J. Am Oil Chem. Soc.*,87,531-537