

**SINTESIS SENYAWA N-BENZOYL GLUTAMIDA DARI MONOSODIUM
GLUTAMAT MELALUI REAKSI AMIDASI**

Eka Dian Safitri

Prodi S1 Farmasi, STIKES Muhammadiyah Pekajangan Pekalongan

Email: eka.dian.safitri8@gmail.com

Abstract

Tujuan dari penelitian ini adalah sintesis senyawa N-benzoyl glutamida dari monosodium glutamat (MSG). Sintesis dilakukan dengan mengisolasi MSG dan produk hasil isolasi direaksikan dengan senyawa benzoil klorida. Setelah itu, produk hasil sintesis dilakukan ekstraksi dan sublimasi. Identifikasi senyawa hasil sintesis dilakukan melalui analisis terhadap organoleptis dan kelarutan, dilengkapi dengan uji kromatografi lapis tipis dan uji jarak lebur, serta konfirmasi struktur melalui analisis spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR, dan analisis HPLC. Hasil diperoleh kristal jarum berwarna putih dan bau yang khas dengan titik lebur pada suhu 117,5-118,8⁰ C . Hasil rendemen yang diperoleh sebesar 22,4%. Hasil sintesis diindikasikan berupa senyawa N-benzoyl glutamida yang didukung oleh data spektra IR dan HPLC.

Kata kunci : N-benzoyl glutamida, Monosodium glutamat. Benzoil klorida

Abstract

The purpose of this research is the synthesis of N-benzoyl glutamide compounds from monosodium glutamate (MSG). Synthesis can be done by isolating MSG and product of isolation was reacted with benzoyl chloride compound. After that, product of synthesis were extracted and sublimated. Identification of the synthesized compounds was carried out through organoleptic analysis and solubility, supplemented by thin layer chromatography test and melting distance test, and structural confirmation through UV-Vis spectrophotometry analysis, FT-IR spectroscopy, and HPLC analysis. The results obtained a white needle crystal and a distinctive odor with a melting point at a temperature of 117.5-118.8 ⁰C. The yield of rendemen obtained is 22,4%. The results of Synthesis are indicated as N-benzoyl glutamide compounds supported by IR spectra and HPLC result.

Keywords: N-benzoyl *glutamide*, Monosodium glutamate. Benzoyl chloride

1. PENDAHULUAN

Pengembangan senyawa baru dapat dilakukan melalui reaksi sintesis, dan saat ini masih banyak dikembangkan (Clayden, Warren, & Wothers, 2008). Menurut (Siswandono & Soekardjo, 2008) pengembangan senyawa baru dapat dilakukan dengan cara penggunaan senyawa lain, modifikasi struktur, dan merancang kembali dengan bentuk dan sediaan yang lebih baik. Banyak kemungkinan dari bahan tertentu dapat dijadikan sebagai bahan awal dalam pembuatan senyawa baru.

Penelitian ini akan mengembangkan sintesis senyawa N-benzoyl glutamida dengan menggunakan bahan baku senyawa lain. Bahan baku senyawa yang digunakan adalah monosodium glutamat. Senyawa monosodium glutamat digunakan dalam alternatif pembuatan senyawa baru karena mudah didapat di pasaran, serta dalam bentuk asamnya tidak hanya sebagai penyusun protein dan memberikan rasa sedap dalam makanan, tetapi juga dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam pembuatan senyawa baru. Menurut Harold King (1941) asam glutamat dapat diperoleh dari isolasi menggunakan gluten flour ataupun dari monosodium glutamat (ANM).

Pada penelitian Darwis dan Abdi (2006) senyawa N-benzoyl glutamida disintesis

dengan mereaksikan senyawa asam glutamat dengan benzoil klorida. Asam glutamat yang digunakan sumbernya diperoleh dari protein kedelai melalui hidrolisis enzimatis yang selanjutnya difermentasikan (Fox, Allan, & Cameron, 1983). Begitu pula dengan penelitian yang telah dilakukan oleh (Silvasamy, Krishanavei, & Rao, 2001) yaitu pembentukan senyawa steroyl glutamida dengan bantuan steroyl klorida melalui reaksi amidasi.

Berdasarkan uraian diatas, maka dapat diambil penelitian mengenai sintesis senyawa N-benzoyl glutamida dari bahan awal monosodium glutamat melalui reaksi amidasi. Rancangan sintesis tersebut dilakukan dengan mereaksikan senyawa monosodium glutamat dengan bantuan senyawa benzoyl klorida melalui reaksi amidasi.

2. METODE PENELITIAN

A. Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: monosodium glutamat, asam klorida 2 N, aquades, karbon aktif, air es, benzoyl klorida, aseton, natrium hidroksida, dietileter, etil asetat, kalsium oksida anhidrat, Kertas saring, dan silika gel GF₂₅₄.

B. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: seperangkat

alat gelas untuk sintesis (labu alas bulat, beaker glass, erlenmeyer, gelas ukur, corong pisah, batang pengaduk kaca, cawan porselen, tabung reaksi), neraca analitik, hot plate stirer, chamber kromatografi lapis tipis, lampu uv, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu, alat titik lebur Melting point Stuart spektroskopi FT-IR Shimadzu, seperangkat alat kromatografi cair kinerja tinggi Agilent Technologies.

3. Jalannya Penelitian

- a. Prosedur isolasi senyawa asam glutamat dari monosodium glutamat (ANM).

Senyawa asam glutamat diperoleh dari monosodium glutamat. Produk ini merupakan salah satu produk dari jepang yang berupa serbuk dan sebagian besar terdiri dari garam monosodium dan asam glutamat (King Harold, 1941). Pada penelitian yang akan dilakukan senyawa asam glutamat diisolasi dengan mereaksikan monosodium glutamat dengan asam klorida dan air dengan prosedur sebagai berikut:

Sebanyak 20 gram monosodium glutamat dilarutkan dalam 20 mL air, aduk hingga homogen, lalu ditambahkan asam klorida encer 80 mL aduk hingga homogen. Campuran kemudian dididihkan (refluks) selama 15 menit.

Kemudian ditambahkan karbon aktif lalu diamkan selama 2 menit dan campuran disaring pada keadaan panas. Larutan encer kemudian dimasukkan dalam lemari es selama 24 jam, lalu akan terbentuk kristal asam glutamat. Setelah itu kristal asam glutamat di saring dan dicuci dengan air es. Sehingga didapatkan kristal asam glutamat murni. Lalu kristal asam glutamat di timbang dan hitung presentase hasilnya (King¹, 1925) (King², 1941).

- b. Identifikasi asam glutamat

(i) Pemeriksaan Organoleptis Senyawa Asam Glutamat

Pemeriksaan organoleptis yang dilakukan meliputi, warna, bau dan bentuk kristal senyawa hasil sintesis. Kemudian hasil pengamatan dibandingkan dengan marker pembanding monosodium glutamat (Elena, 2016). Pada uji kelarutan dari senyawa asam glutamat dilakukan dengan Aquades sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kristal hasil sintesis dalam wadah (misalnya cawan arloji), ditimbang di atas neraca analitik dan dicatat bobotnya. Kristal tersebut sedikit demi sedikit dimasukkan dalam tabung reaksi, diamati kelarutannya hingga tepat jenuh, lalu dicatat kembali bobot sisanya. Prosedur

yang serupa dilakukan dengan larutan NaOH 10%, etanol 96%, kloroform, dan etil asetat. Kemudian hasil pengamatan dibandingkan dengan marker pembanding monosodium glutamat dalam pelarut-pelarut yang sama (Suminar, 2016).

(ii) Pemeriksaan Senyawa Asam Glutamat dengan metode Kromatografi Lapis Tipis

Analisis senyawa asam glutamat hasil isolasi dilakukan dengan menggunakan fase diam silika gel GF₂₅₄ dan pipa kapiler 1 µl. Kemudian sampel asam glutamat dilarutkan dalam aseton/air dan ditotolkan pada silika gel dengan jarak rambat 8-15 cm. Setelah itu dilakukan elusi dalam chamber kromatografi. Sebelum dieluasi dilakukan penjenjuran larutan eluen. Dalam penelitian ini eluen yang digunakan yaitu 3 macam komposisi eluen 1 kloroform : metanol (2:8), dan eluen 2 butanol : etanol (8:3). Kemudian amati bercak noda yang muncul berdasarkan sinar tampak, UV 254 nm, dan UV 366 nm, serta hitung nilai R_f bercak noda yang timbul (Harmita, 2009).

(iii) Uji Jarak Lebur

Kristal senyawa produk sintesis diisikan ke dalam pipa

kapiler, kemudian dimasukkan ke dalam alat pengukur titik lebur (*Melting Point System*). Amati peleburan kristalnya dan catat suhu waktu pertama kali melebur hingga semua kristal melebur dengan kenaikan suhu 1^o C per-menit (Elena, 2016).

(iv) Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Sampel hasil isolasi dilarutkan dalam beberapa pelarut (etanol 95%, etil asetat, kloroform dan NaOH 10%), selanjutnya diukur serapannya pada daerah UV pada panjang gelombang 200-400 nm, dan amati serapan pada panjang gelombang maksimumnya. Sebagai pembanding, digunakan *starting material* dan dilakukan dengan cara serupa (Pavia, 2009) (Silverstein, 2005).

(v) Analisis Spektroskopi FT-IR

Sampel hasil isolasi ± 1 mg (1-2%) dihaluskan. Kemudian sampel yang telah dihaluskan dimasukkan dalam alat FT-IR dengan kondisi ATR (*Attenuated Total Reflectance*). Dibuat spektrum inframerah pada bilangan gelombang (ν) = 500-4000 cm⁻¹ dan diidentifikasi pita absorpsi yang khas dari gugus fungsi pada spektrum inframerah. Digunakan pembanding monosodium glutamat

dan pengujian dilakukan dengan cara yang serupa (Silverstein, 2005).

c. Sintesis senyawa N-Benzoyl glutamida dari asam glutamat

Dalam sintesis senyawa N-benzoyl glutamida dari asam glutamat dilakukan dari modifikasi metode Darwis Subakti dkk, 2006 dengan cara sebagai berikut:

Sebanyak 5 gram asam glutamat dilarutkan dalam campuran pelarut air : aseton (15:75) dan ditambahkan natrium hidroksida 2 N sampai pH 12. Kemudian ke dalam campuran tersebut ditambahkan 5,25 gram benzoil klorida dan diaduk pada suhu $0-1^{\circ}\text{C}$ selama 25 menit pada pH 12. Kemudian campuran diaduk pada suhu kamar selama 60 menit. Diamkan sampai terbentuk dua lapisan yang jelas, kemudian pisahkan. (Surbakti & Sebayang, 2006).

d. Prosedur isolasi senyawa N-Benzoyl glutamida

Hasil dari proses sintesis kemudian diekstraksi dengan dietileter dengan volume 25 mL, lakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Fase air diasamkan dengan HCl 2N hingga pH larutan mencapai 2-3. Selanjutnya dilakukan ekstraksi kembali dengan etil asetat sebanyak 3 kali. Fase etil asetat dikeringkan dengan

menggunakan kalsium klorida anhidrat, kemudian larutan tersebut disaring dan filtrat diuapkan. Kemudian hasil residu dikristalisasi dengan menggunakan metode sublimasi. Kemudian akan didapatkan kristal putih bening. Kristal ditimbang dan hitung persentasenya serta dilakukan pemeriksaan organoleptis dan kemurnian senyawa tersebut. Selanjutnya dilakukan pemeriksaan konfirmasi struktur melalui analisis spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR dan LC-MS (Surbakti & Sebayang, 2006).

e. Identifikasi senyawa N-Benzoyl glutamida

(i) Pemeriksaan Organoleptis Senyawa N-Benzoyl Glutamida.

Pemeriksaan organoleptis yang dilakukan meliputi bentuk, warna, bau (Elena, 2016). Pada uji kelarutan dari produk sintesis dilakukan dengan Akuades sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Prosedur yang serupa dilakukan dengan larutan NaOH 10%, etanol 96%, kloroform, dan etil asetat (Suminar, 2016).

(ii) Pemeriksaan Pemurnian Senyawa N-Benzoyl Glutamida.

- Uji Jarak Lebur

Kristal senyawa produk sintesis diisikan ke dalam pipa kapiler, kemudian dimasukkan ke dalam alat pengukur titik lebur (*Melting Point System*). Amati peleburan kristalnya dan catat suhu waktu pertama kali melebur hingga semua kristal melebur dengan kenaikan suhu 1°C per-menit (Elena, 2016).

- Analisis Kromatografi Lapis Tipis

Analisis senyawa produk sintesis dilakukan dengan menggunakan fase diam silika gel GF₂₅₄ dan pipa kapiler 1 μl . Kemudian sampel hasil sintesis dilarutkan dalam etil asetat dan ditotolkan pada silika gel dengan jarak rambat 8-15 cm. Setelah itu dilakukan eluasi dalam chamber kromatografi. Sebelum dieluasi dilakukan penjenjuran larutan eluen. Eluen yang digunakan terdiri dari 2 komposisi yaitu eluen 1 diklorometan : etanol 95% (10:1) dan eluen 2 heksana : etanol 95% (10:1). Kemudian amati bercak noda yang muncul berdasarkan sinar tampak, UV 254 nm, dan UV 366 nm, serta hitung nilai Rf bercak noda yang timbul (Harmita, 2009).

(iii) Pemeriksaan Konfirmasi Struktur

- Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Sampel produk sintesis yang telah diisolasi kemudian dilakukan analisa dengan dilarutkan dalam etil asetat, selanjutnya diukur serapannya pada daerah UV pada panjang gelombang 200-400 nm, dan amati serapan pada panjang gelombang maksimumnya. Sebagai pembanding, digunakan starting material dan dilakukan dengan cara serupa (Pavia, 2009) (Silverstein, 2005).

- Analisis Spektroskopi FT-IR

Sampel produk sintesis dianalisa dengan mencampurkan sampel $\pm 1\text{ mg}$ (1-2%) dengan $\pm 150\text{ mg}$ serbuk kering kalium bromida (KBr) untuk dibuat menjadi pelet. Kemudian campuran dimasukkan dalam alat cetakan pelet dan ditekan dengan kekuatan sebesar 10000-15000 pon per inci persegi menjadi sebuah cakram bening (pellet). Dibuat spektrum inframerah pada bilangan gelombang (ν) = 500-4000 cm^{-1} dan diidentifikasi pita absorpsi yang khas dari gugus fungsi pada spektrum inframerah (Silverstein, 2005).

- Analisis HPLC (High Performance Liquid Chromatography) Identifikasi senyawa produk sintesis dengan menggunakan HPLC (High Performance Liquid Chromatography) dilakukan dengan menimbang sebanyak 5 ml sampel hasil sintesis dilarutkan dalam 5 ml pelarut HCl. Kemudian larutan disaring dengan menggunakan filter syringe, lalu di masukkan dalam vial 2 mL, dan injeksikan ke dalam sistem HPLC. Kondisi kromatografi pada instrumen HPLC digunakan kolom C₁₈ dengan laju alir 5000 ml/menit, volume yang diinjeksikan 20 µl dan dilakukan dengan perbandingan eluen 50:50 (metanol : air) serta lamanya waktu pengukuran selama 5 menit. Lalu Identifikasi hasil spektrum HPLC yang muncul. Lakukan sesuai cara diatas pada senyawa pembanding (Andriani, Nashrianto, & Aminingsih, 2016).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Asam glutamat merupakan asam amino dan termasuk dalam asam amino non-essensial. Menurut Fox (1983) asam glutamat sumbernya banyak diperoleh

dari protein kedelai melalui hidrolisis enzimatik yang kemudian difermentasikan. Pada penelitian ini asam glutamat yang digunakan diperoleh dari isolasi monosodium glutamat. Penggunaan monosodium glutamat (MSG) karena bahan mudah didapatkan dan prosesnya yang lebih sederhana.

Asam glutamat diperoleh dengan mereaksikan monosodium glutamat (MSG) dengan aquades dan penambahan HCl 2N kemudian dididihkan (refluks). Hasil dari refluks dilakukan proses kristalisasi. Aquades berfungsi untuk melarutkan monosodium glutamat (MSG) dan penambahan HCl 2N berfungsi untuk mengikat atom Natrium (Na) pada monosodium glutamat (MSG). Digunakan HCl berlebih diharapkan agar monosodium glutamat (MSG) yang digunakan dapat bereaksi secara total. Pemanasan (refluks) bertujuan untuk mempercepat proses reaksi. Proses kristalisasi senyawa asam glutamat dilakukan dengan menggunakan penurunan suhu solven.

Dalam hal ini prinsip proses kristalisasi yaitu kelarutan asam glutamat dalam air pada suhu tinggi, dan dengan menurunnya suhu solven (aquades) tersebut diharapkan kelarutan asam glutamat dapat mengalami penurunan juga sehingga dapat terbentuk kristal yang tidak larut air ketika suhu rendah. Setelah

terbentuk kristal dilakukan pencucian dengan air dingin. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan sisa HCl dan zat pengotor dalam reaksi. Dari isolasi yang telah dilakukan, di peroleh presentase senyawa asam glutamat sebesar 17,25 %. Kristal yang dihasilkan jumlahnya cukup kecil. Hal ini disebabkan karena langkah-langkah isolasi yang dilakukan dalam penelitian, diantaranya pada saat proses penyaringan yang memicu hilangnya sejumlah produk isolasi.

Kristal kemudian dilakukan pemeriksaan organoleptis meliputi bentuk warna bau dan kelarutan. Berdasarkan pengujian didapatkan serbuk amorf berwarna putih dan tidak berbau. Kelarutan senyawa hasil isolasi larut dalam air panas dan NaOH 10%. Pada Uji titik lebur senyawa hasil isolasi MSG melebur pada suhu awal 214°C dan titik akhir melebur pada suhu 216°C . Pada uji kromatografi lapis tipis menggunakan dua macam fase gerak yaitu kloroform : metanol (2:8) dan butanol : etanol 96% (8:3). Dari masing-masing fase gerak menunjukkan noda tunggal baik pada lampu UV 254 nm maupun pada lampu UV 366 nm dengan hasil nilai R_f masing-masing 0,82 dan 0,81.

Identifikasi senyawa hasil isolasi dengan metode spektrofotometri UV-Vis dilakukan untuk membuktikan bahwa senyawa hasil isolasi (asam glutamat)

berbeda dari senyawa (MSG) dengan membandingkan nilai serapan maksimum panjang gelombang atau hasil profil spektrum UV dari kedua senyawa tersebut pada pelarut yang berbeda.

Berdasarkan hasil pengujian, pada pelarut etanol 96% hasil spektra produk isolasi menunjukkan serapan maksimum pada panjang gelombang 262 nm, sedangkan pada senyawa MSG memberikan hasil serapan maksimum pada panjang gelombang 260 nm. Sedangkan produk isolasi pada pelarut NaOH 10% memberikan hasil serapan maksimum pada panjang gelombang 260 nm dan pada senyawa asalnya MSG tidak memberikan nilai serapan maksimum. Sedangkan pada pelarut lainnya, yakni kloroform dan etil asetat tidak memberikan hasil serapan maksimum, sehingga analisis yang digunakan hanya membandingkan hasil profil spektrum UV dari kedua senyawa tersebut. Hasil pengujian menunjukkan bahwa profil spektrum UV produk isolasi memiliki perbedaan dengan profil spektrum UV MSG. Sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan suatu senyawa baru dan berbeda dengan senyawa MSG.

Data spektra IR produk isolasi menunjukkan adanya vibrasi $-\text{OH}$ yang melebar pada daerah bilangan gelombang $3441,01\text{ cm}^{-1}$, hal ini didukung oleh

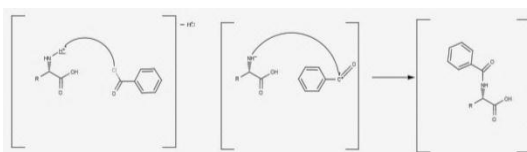
adanya vibrasi bending pada daerah bilangan gelombang $1735,93\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C=O pada karbonil asam. Pita spesifik yang menunjukkan adanya vibrasi gugus N-H pada daerah bilangan gelombang $3371,57\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan data spektra IR pada MSG menunjukkan adanya puncak-puncak serapan pada bilangan gelombang $3610,74\text{ cm}^{-1}$, $1743,64\text{ cm}^{-1}$ dan $1110,1\text{ cm}^{-1}$. Dari masing-masing puncak serapan menunjukkan adanya gugus N-H pada daerah $3610,74\text{ cm}^{-1}$. Pada daerah $1743,64\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus C=O karbonil pada asam. Sedangkan pada daerah $1110,1\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C-O. Kemudian dilihat daerah sidik jari (dari 1500 cm^{-1} ke 500 cm^{-1}) pada produk isolasi dan MSG memiliki perbedaan pola daerah sidik jari, karena pada daerah sidik jari setiap senyawa organik akan memberikan pola yang berbeda. Berdasarkan uraian diatas, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa yang berbeda dengan senyawa MSG.

Hasil spektra IR produk isolasi dengan spektra IR asam glutamat standar yang telah dibandingkan sedikit memiliki kesamaan pola pada daerah sidik jari (dari 1500 cm^{-1} ke 500 cm^{-1}) karena pada produk isolasi masih belum murni. Hal ini disebabkan karena penggunaan bahan-

bahan dalam perlakuan memiliki derajat teknis atau tingkat kemurniannya rendah.

Tahap selanjutnya dilakukan sintesis senyawa n-benzoyl glutamida melalui reaksi amidasi. Dilakukan sintesis senyawa ini untuk membuktikan bahwa senyawa n-benzoyl glutamida dapat dibentuk dari bahan awal MSG. Pada penelitian darwis dkk (2006) senyawa N-benzoyl glutamida dapat dibentuk dari amidasi asam glutamat dan benzoil klorida. Menurut penelitian dari darwis dkk (2006) senyawa N-benzoyl glutamida dapat berfungsi sebagai surfaktan.

Mekanisme reaksi yang terjadi adalah seperti dalam penelitian darwis dkk (2006) yaitu dalam hal ini yang merupakan asam keras (*hard acid*) berupa unsur H^+ pada gugus NH_2 yang terdapat pada asam glutamat dan mudah bereaksi dengan atom Cl^- dari benzoil klorida yang merupakan basa keras (*hard base*). Selanjutnya gugus NH^- merupakan asam lunak (*soft acid*) yang kemudian akan bereaksi dengan gugus asil ($\text{R}-\text{C}^+=\text{O}$) dari benzoil klorida yang merupakan basa lunak (*soft base*). Berikut reaksi yang terjadi :



Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan senyawa hasil isolasi dengan

benzoil klorida pada pH 12 dengan suhu 0-1⁰ C dan 25 ⁰C. Dari sintesis yang telah dilakukan, menghasilkan 1,12 gram senyawa produk. Dengan demikian, diperoleh presentase rendemen sebesar 22,4%. Dalam penelitian digunakan pelarut aseton/air untuk melarutkan senyawa hasil isolasi. Dilakukan pada pH 12 disebabkan pada pH < 12 senyawa amida akan mengalami hidrolisa dan menurunkan nilai rendemen. Dalam reaksi ini benzoil klorida yang digunakan berlebih, hal ini diharapkan agar semua asam glutamat yang digunakan bereaksi secara total. Dan penggunaan dietil eter dimaksudkan untuk melarutkan sisa benzoil klorida dalam reaksi. Senyawa hasil sintesis diasamkan sampai pH 2-3 bertujuan untuk merubah senyawa hasil sintesis dalam bentuk molekulnya. Penggunaan etil asetat bertujuan untuk menarik senyawa hasil sintesis.

Kristal yang diperoleh memiliki bentuk kristal jarum berwarna putih, berbau khas dan larut dalam etil asetat, serta memiliki nilai titik lebur 117,5-118,8 ⁰C. Pada uji kromatografi lapis tipis dilakukan dengan menggunakan dua fase gerak yaitu diklorometan : etanol 96% (10:1) dan eluen 2 campuran heksana : etanol 96% (10: 1). Hasil noda diamati pada lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Hasil pengujian menunjukkan bahwa terbentuk noda

tunggal pada masing-masing plat KLT. dan lebih jelasnya dapat diamati melalui hasil perhitungan Rf pada masing-masing plat KLT. Pada Rf₁ (eluen pertama) didapatkan nilai sebesar 0,575 dan pada Rf₂ (eluen kedua) diperoleh nilai 0,337.

Setelah itu dilanjutkan pengujian KLT dengan senyawa

Fase Gerak	Nilai Rf		
	Produk Sintesis	Asam Glutamat	MSG
Heksana : Etanol 96% (10:1)	0,187	0,775	-

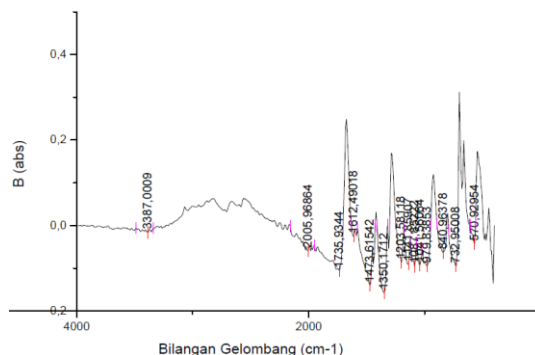
pembanding. Diperoleh nilai Rf yang didapatkan pada noda senyawa hasil sintesis sebesar 0, 187 sedangkan nilai Rf pada noda pembanding senyawa hasil isolasi MSG sebesar 0,775.

Hasil pengujian dengan spektrofotometri UV-Vis, disebutkan bahwa hasil spektra pada pelarut etanol 96% pada senyawa pembanding hasil isolasi MSG menunjukkan nilai serapan maksimum pada panjang gelombang 262 nm, sedangkan produk sintesis memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 272 nm. Hasil spektrum UV pada pelarut kloroform menunjukkan hasil serapan maksimum hanya pada produk sintesis yakni pada panjang gelombang 273 nm, sedangkan pada senyawa pembanding

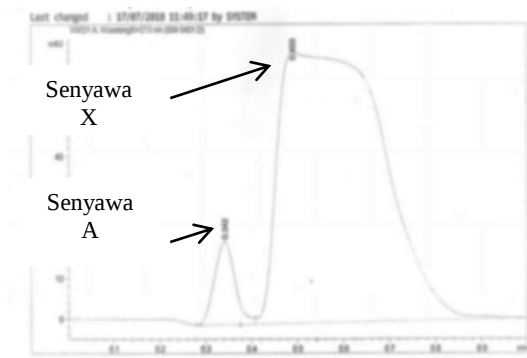
hasil isolasi MSG tidak menunjukkan hasil serapan maksimum. Hasil spektrum UV produk sintesis pada pelarut etil asetat memberikan hasil serapan maksimum pada panjang gelombang 271 nm dan pada senyawa pembanding hasil isolasi MSG tidak memberikan hasil serapan maksimum. Sedangkan pada pelarut NaOH 10% produk sintesis tidak memberikan nilai serapan maksimum dan pada senyawa pembanding hasil isolasi MSG menunjukkan nilai serapan maksimum pada panjang gelombang 260 nm.

Analisis dengan menggunakan spektroskopi FT-IR memberikan data spektra IR. Pada senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya puncak-puncak serapan bilangan gelombang pada daerah 3387 cm^{-1} , $2005,97\text{ cm}^{-1}$, $1735,93\text{ cm}^{-1}$, $1612,49\text{ cm}^{-1}$, $1473,62\text{ cm}^{-1}$ dan $1350,17\text{ cm}^{-1}$. Pada puncak serapan bilangan gelombang daerah 3387 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus N-H, hal ini didukung oleh adanya vibrasi bending pada daerah bilangan gelombang $2005,97\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus N-H. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang $1735,93\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi C=O pada karbonil asam sedangkan pita serapan yang menunjukkan adanya gugus C=O pada karbonil amida serta vibrasi *stretching* dari gugus C-N yaitu pada daerah $1612,49\text{ cm}^{-1}$. adanya serapan pada

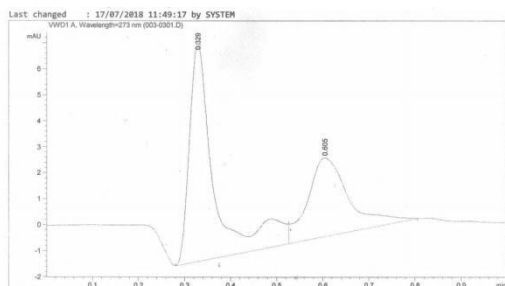
daerah bilangan gelombang $1473,62\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan cincin aromatis. Sedangkan pada daerah bilangan gelombang $1350,17\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya tekuk -C-H.



Selanjutnya, dilakukan analisis HPLC (High Performance Liquid Chromatography) memberikan hasil pola kromatogram. Pada senyawa hasil sintesis memberikan hasil berupa kemunculan dua *peak* yang saling berdekatan. Dari kedua *peak* memiliki waktu retensi yang berbeda yaitu 0,342 menit (senyawa A) dan 0,490 menit (senyawa X). Area puncak pada kromatogram menunjukkan keberadaan kedua senyawa dengan tingkat intensitas yang berbeda yaitu pada 5,766% (senyawa A) dan 94,234% (senyawa X). Senyawa X diindikasikan merupakan produk sintesis sedangkan senyawa A diindikasikan sebagai senyawa pengotor. Berikut hasil kromatogram senyawa hasil sintesis:



Sedangkan pada senyawa pembanding hasil isolasi MSG memberikan hasil kromatogram berupa kemunculan dua *peak* yakni pada puncak pertama memiliki waktu retensi sekitar 0,329 menit dan pada puncak kedua sekitar 0,605 menit. Sedangkan luas area puncak pertama sebesar 62, 788% dan pada puncak kedua luas areanya sebesar 37, 212 %. Berikut hasil kromatogram senyawa pembanding hasil isolasi MSG :



4. SIMPULAN

A. Kesimpulan

Senyawa hasil sintesis diindikasikan sebagai senyawa golongan amida yakni N-benzoyl glutamida yang dapat disintesis dari bahan awal monosodium glutamat (MSG) dan benzoil klorida melalui

reaksi amidasi dengan presentase hasil rendemen sebesar 22,4%.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, penulis menyarankan :

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai optimasi suhu dan waktu berjalannya reaksi, pemurnian senyawa hasil sintesis secara lebih spesifik agar didapatkan senyawa sintesis yang lebih murni.
2. Dilakukan konfirmasi struktur yang lebih spesifik dengan menggunakan metode Resonansi Magnetik Nuklir Proton (H^1 -NMR),
3. Dilakukan penelitian lanjutan tentang uji aktifitas senyawa N-benzoyl glutamida.

5. REFERENSI

Anonim¹. (1979). *Farmakope Indonesia Edisi III*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI.

Anonim². (2011). *FDA Drug Safety Communication : Monosodium Glutamate (MSG)*. Dipetik Januari 10, 2018, dari U.S. Department of Health and Human Services: <http://www.fda.gov/opacom/backgrounders/msg.html>

Anonim³. (2012). *NIST Chemistry WebBook, SRD 69*. Dipetik 15 Juli 2018, pukul 19.30 WIB, dari <https://webbook.nist.gov/chemistry/name-ser/>

Anonim⁴. (2017). *L-Glutamic Acid*. *NCBI*

- Chidambaram, G., Yehoshua, B.-D., & David. (2007). Direct Synthesis Of Amides From Alcohols and Amines with Liberation Of H₂. *Science Milstein* vol.317.no.5839, p.790-792.
- Clayden , G., Warren, & Wothers. (2008). *Organic Chemistry*. Oxford, UK: Oxford University Press.
- Dachriyanus. (2004). *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektrofotometri*, Cetakan Pertama. Padang: Andalas University Press.
- Elena, N. A. (2016). Sintesis Senyawa Asam 2-(3',4' Diklorobenzoiloksi)Benzoat Dan Uji Aktivitas Analgesik Pada Mencit (*Mus musculus*). *Fakultas Farmasi Universitas Airlangga* (Skripsi).
- Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. (1997). *Dasar-dasar Kimia Organik*. Jilid 2, Edisi ke tiga. Terjemahan S.Maun. Jakarta: Binarupa Aksara.
- Fox, B. A., Allan, G., & Cameron. (1983). *Foof Science: a chemical approach 4th Ed*. London: Hodder and Stoughton.
- Giacometti, T. (1979). *Free and bound glutamate in natural products*. In: *Glutamic Acid:Advances in Biochemistry* (Filer, L.J., Garattini, S., Kare, M.R., Reynolds, W.A. and Wurtman, R.J., eds). New York: Raven Press.
- Harmita. (2009). *Analisis Fisikokimia : Kromatografi Vol. 2*. Jakarta: Kedokteran EGC.
- Idris, A. M., & Ahmed. (2008). The Effect of Monosodium Glutamate Additive On Performance Of Dialysis Membrane. *Jounal.Science.Technologi*. **Vol. 3 (2)**, 172-179.
- Irawan, B. (2010). Peningkatan Mutu Minyak Nilam Dengan Ekstraksi dan Destilasi pada Berbagai Komposisi Pelarut. (Tesis). *Universitas Diponegoro Semarang*.
- Keenan, K., & Wood. (1990). *Kimia Untuk Universitas* Jilid 1 Edisi VI Penerjemah Aloysius H.Pudjaatmaka. Jakarta: Erlangga.
- Khopkar SM. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- King1, H. (1925). d-Glutamic Acid. *Organic Synthetic call* **Vol. 5**, 63.
- King2, H. (1941). d-Glutamic Acid. *Organic Synthetic call* **Vol. 1**, 286.
- Lisma, Surbakti, D., & Ginting, M. (2004). Sintesis 1,9-Nonanadioil Glutamida dari Asam Azelat dengan Asam Glutamat. *Komunikasi Penelitian* **Vol. 16 (2)**, 22.
- McMurry, J. (2007). *Organic Chemistry A Biological Approach. International Student Edition*. New York: Thomson Brooks/Cole.
- Pavia, L. D. (2009). *Introduction to Spectroscopy A Guide For Student of Organic Chemistry 4th Edition*. Washington: Washington University.
- Petrucci, K. H. (1985). *Kimia Dasar Edisi IV Jilid II Penerjemah Suminar S. Achmadi*. Jakarta: Erlangga.
- Pine, S. H. (1988). *Kimia Organik Terbitan Keempat*. Bandung: ITB Press.
- Prashant, e. (2011). Phytochemical Screening and Extraction. *Internationale Pharmaceutica Sciencia* **Vol.1**, 1.
- Riswiyanto. (2009). *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Rohman, A. (2009). *Kromatografi Untuk Analisis Obat*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Sari, N. K. (2010). *Analisa Instrumentasi*. Klaten: Yayasan Humaniora.
- Sarker, S. D., Zahid, L., & Alexander, I. G. (2006). *Natural Products Isolation*. New Jersey: Humana Press.

- Sastrohamidjojo¹, H. (2005). *Termodinamika Teknik*. Jakarta: Erlangga.
- Sastrohamidjojo², H. (2007). *Dasar-Dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Silvasamy, A., Krishanavei, M., & Rao, P. G. (2001). Preparation Characterization and Surface and Biological Properties N-Steroyl Amino Acid. *Journal.Am.Oil.Chemistry. Soc* 78 (9).
- Silverstein, R. M. (2005). *Spectroscopy Of Organic Compoun 4th Edition*. New York: John Wileyand Sons Inc.
- Siswandono, & Soekardjo, B. (2008). *Kimia Medisinal 2*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Skoog, D. A., & West, D. M. (1971). *Principles of Instrumental Analysis*. New York: Holt, Rinehart and Winston, Inc.
- Sukawan, U. Y. (2008). Efek Toksik Monosodium Glutamat (MSG) pada Binatang Percobaan. *Jurnal Sutisning 2008*; 3 (2), 306-314.
- Sumarnie, Priyono, H., & Praptiwi. (2005). Identifikasi Senyawa Kimia dan Aktivitas Antibakteri Ekstrak Piper sp.Asal Papua. *Biologi-LIPI*.
- Suminar, D. L. (2016). Sintesis Senyawa \$-Asetamidofenil Benzoat dari Paracetamol dan Benzoiil Klorida Berdasarkan Reaksi Substitusi Nukleofilik asil. *Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma Yogyakarta (Skripsi)*.
- Surbakti, D., & Sebayang , A. S. (2006). Sintesis N-Benzoyl Glutamida Melalui Amidasi Benzoyl Klorida dengan Asam Glutamat. *Komunikasi Penelitian* **Vol.18** (3).
- Syukri, S., & Achmad, S. (1999). *Kimia Dasar Jilid dua*. Bandung: ITB Press.
- Vogel, G. H. (2002). *Drug Discovery and Evaluation 2nd Edition*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Wade, L. G. (2013). *Organic Chemistry Eighth Edition*. perason Education.
- Watson, D. G. (2007). *Analisis Farmasi Buku Ajar Untuk Mahasiswa Farmasi dan Praktisi Kimia Farmasi. Diterjemakanoleh Winny R Syarief*. Jakarta: EGC.