



SKRIPSI

**ANALISIS MINYAK ATSIRI JINTEN HITAM
(*NIGELLA SATIVA*) INDONESIA DENGAN
KROMATOGRAFI GAS-SPEKTROSKOPI MASSA**

**MUHAMMAD ICHSAN MACHMUDI
0121154000044**

**Dosen Pembimbing
Sri Fatmawati, S.Si, M.Sc, Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**



UNDERGRADUATE THESIS

**ANALYSIS OF INDONESIAN BLACK SEED
(*NIGELLA SATIVA*) ESSENTIAL OILS WITH GAS
CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROSCOPY**

**MUHAMMAD ICHSAN MACHMUDI
0121154000044**

**Advisor Lecture
Sri Fatmawati, S.Si, M.Sc, Ph.D.**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCE AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**

ANALISIS MINYAK ATSIRI JINTEN HITAM (*NIGELLA SATIVA*) INDONESIA DENGAN KROMATOGRAFI GAS-SPEKTROSKOPI MASSA

SKRIPSI

Disusun untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Sains Program Studi S-1
Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

MUHAMMAD ICHSAN MACHMUDI
NRP. 0121154000044

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**

LEMBAR PENGESAHAN
ANALISIS MINYAK ATSIRI JINTEN HITAM (*NIGELLA SATIVA*) INDONESIA DENGAN KROMATOGRAFI GAS-SPEKTROSKOPI MASSA

SKRIPSI

Oleh:

MUHAMMAD ICHSAN MACHMUDI
NRP. 0121154000044

Surabaya, 26 Desember 2019

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Sri Fatmawati, S.Si, M.Sc, Ph.D.
NIP. 19801103 200212 2 001



Dr. Sc. Arif Fadlan, S.Si, M.Si.
NIP. 19810809 200812 1 001

Mengetahui:

Kepala Departemen Kimia,

Prof. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan S.Si., M.Si.
NIP. 19740428 199802 1 001



ANALISIS MINYAK ATSIRI JINTEN HITAM (*NIGELLA SATIVA*) INDONESIA DENGAN KROMATOGRAFI GAS-SPEKTROSKOPI MASSA

Nama : Muhammad Ichsan Machmudi
NRP : 0121154000044
Departemen : Kimia
Pembimbing 1 : Sri Fatmawati, S.Si, M.Sc, Ph.D.

ABSTRAK

Tanaman jinten hitam (*Nigella sativa*) diketahui mengandung berbagai senyawa aktif pembawa sifat obat. Dalam penelitian ini minyak atsiri *N. Sativa* diperoleh dari biji *N. sativa* lokal Indonesia melalui metode hidrodestilasi dengan rendemen sebanyak 0,13%. Analisis minyak atsiri *N. sativa* dilakukan dengan instrumen kromatografi gas-spektroskopi massa (KG-SM) dan ditemukan total 23 senyawa, yaitu β -pinena; (+)-4-carena; *p*-simena; γ -terpinena, linalool; bornanon; estragol; 2-metil-3-fenil propanal; anethol; safrol; 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena; 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahidro-1,7a-dimetil-5-(1-metiletil)- [1S- (1a, 2a, 3a β , 4a, 5a, 7a β , 8S*)]-isoleдена; α -copaena; longifolena; kariofilena; 1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil-benzena; 1,5-dimetil-8-(1-metiletilidene)-, (E,E)-1,5-siklodekadiena; 3,7-dimetil-10-(1-metiletilidene)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-one; asam tetradekanoat; asam *n*-heksadekanoat; metil ester 9,12-oktadekanoat; asam linoleat; asam oleat. Berdasarkan data analisis, senyawa dominan yang terkandung dalam *N. sativa* adalah *p*-simena dengan luas area 8,97.

Kata Kunci: *Nigella sativa*, hidrodestilasi, KG-SM, *p*-simena

ANALYSIS OF INDONESIAN BLACK SEED (*NIGELLA SATIVA*) ESSENTIAL OILS WITH GAS CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROSCOPY

Name : Muhammad Ichsan Machmudi
NRP : 0121154000044
Departement : Chemistry
Supervisor 1 : Sri Fatmawati, S.Si, M.Sc, Ph.D.

ABSTRACT

Black cumin or *Nigella sativa* known have much active compounds that have medicinal properties. In this study, essential oil of Indonesia's *N. sativa*, obtained by hydrodistillation with cleverger apparatus and have 0,14 % of essential oil. The essential oil was determined by GC-MS. Total 23 compound have been identified in essential oil, and all of the compound is *p*-simena; β -pinene; (+)-4-carene; γ -terpinene; linalool; (+)-2-Bornanone; estragole; 4-(1-methylethyl)-benzaldehyde; anethole; saffrole; *a*-copaene; longifolene; caryophyllene; 1-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-4-methyl benzene; 1,5-dimethyl-8-(1-methyl ethylidene)-, (E,E)-1,5-cyclodecadiene 2,6,6,9-tetramethyl- (1R, 2S,7R,8R)-tricyclo [5.4.0.0(2,8)] undec-9-ene; 1,2,4-metheno-1H-indene octahydro-1,7a-dimethyl-5-(1-methylethyl) -[1S-(1*a*, 2*a*, 3*a* β , 4*a*, 5*a*, 7*a* β , 8S*)]-isoidene; tetradecanoic acid, *n*-hexadecanoic acid, methyl ester 9,12-octadecadienoic acid, linoleic acid, oleic acid. Based on data from analysis, the major compound in Indonesia's *N. sativa* is *p*-simena with percentage of area is 8,97.

Keyword: *Nigella sativa*, hydrodistillation, GC-MS, *p*-simena

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah tugas akhir yang berjudul “**Analisis Minyak Atsiri Jinten Hitam (*Nigella sativa*) Indonesia dengan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa**”. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, dukungan, doa serta dorongan semangat dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Sri Fatmawati, S.Si., M.Sc., Ph.D. serta Dr. Sc. Arif Fadlan, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah ini.
2. Prof. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan S.Si., M.Si. selaku Kepala Departemen Kimia FSAD-ITS yang telah memberikan fasilitas hingga naskah tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Kedua orang tua dan keluarga yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
4. Teman-teman mahasiswa Kimia GOLDSCHMIDT yang selalu menemani dalam penyelesaian naskah tugas akhir ini.
5. Teman-teman kopi squad yang turut membantu dalam penyelesaian naskah tugas akhir ini.
6. Candra Arfina yang selalu memberi semangat dalam proses pengerjaan naskah.
7. Danang Triawan yang meminjami laptop selama proses pengerjaan naskah.
8. Cagar Irwin B.P. yang selalu mendorong serta turut membantu dalam proses pengerjaan naskah.
9. Serta teman-teman lain yang tidak bisa penulis sebut satu-persatu

Penulis menyadari bahwa penulisan naskah tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun yang dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga naskah ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, Januari 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN AWAL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Jinten Hitam	5
2.2 Destilasi Minyak Atsiri <i>N. sativa</i>	9
2.3 Karakterisasi Minyak Atsiri.....	11
BAB III METODOLOGI	13
3.1 Alat & Bahan.....	13
3.1.1 Alat	13
3.1.2 Bahan.....	13
3.2 Proses Hidrodistilasi Minyak Atsiri <i>N. sativa</i>	13
3.3 Karakterisasi Minyak Atsiri <i>N. sativa</i>	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15
4.1 Hidrodistilasi Minyak Atsiri <i>N. sativa</i>	15
4.2 Karakterisasi Minyak Atsiri <i>N. sativa</i>	16
BAB V KESIMPULAN.....	57
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN.....	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Senyawa major pada <i>N. sativa</i>	7
Gambar 2.2	Susunan alat destilasi	10
Gambar 2.3	Salah satu bentuk perlengkapan clevenger.....	10
Gambar 4.2	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 7,390 menit.....	17
Gambar 4.3	Prediksi pola fragmentasi senyawa <i>p</i> -simena.....	17
Gambar 4.4	Pola fragmentasi senyawa <i>p</i> -simena berdasarkan database NIST 14.LIB	17
Gambar 4.5	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 17,670 menit.....	18
Gambar 4.6	Prediksi pola fragmentasi senyawa longifolena ..	18
Gambar 4.7	Pola fragmenetasi senyawa longifolena berdasarkan database NIST 14.LIB	19
Gambar 4.8	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 19,534 menit.....	19
Gambar 4.9	Spektrum massa senyawa 1-(1,5-dimetil-4- heksenil)-4-metil-Benzena berdasarkan database NIST 14.LIB.....	20
Gambar 4.10	Prediksi pola fragmentasi senyawa 1-(1,5-dimetil- 4-heksenil)-4-metil-benzena	20
Gambar 4.11	Spektrum massa pada waktu retensi 6,168 menit	21
Gambar 4.12	Spektrum massa senyawa β -pinena berdasarkan database NIST 14.LIB	21
Gambar 4.13	Prediksi pola fragmentasi senyawa β -pinena	22
Gambar 4.14	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 7,147 menit.....	22
Gambar 4.15	Prediksi pola fragmentasi senyawa (+)-4-carena	23
Gambar 4.16	Spektrum massa senyawa (+)-4-carena berdasarkan database NIST 14.LIB	23

Gambar 4.17	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 8,256 menit.....	24
Gambar 4.18	Prediksi pola fragmentasi senyawa γ -terpinena ..	24
Gambar 4.19	Spektrum massa senyawa γ -terpinena berdasarkan database NIST 14.LIB	24
Gambar 4.20	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 9,367 menit.....	25
Gambar 4.21	Spektrum massa linalool berdasarkan database NIST 14.LIB.....	25
Gambar 4.22	Prediksi pola fragmentasi senyawa linalool	26
Gambar 4.23	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 10,560 menit.....	27
Gambar 4.24	Prediksi pola fragmentasi senyawa (+)-2-Bornanona	27
Gambar 4.25	Spektrum massa senyawa (+)-2-Bornanona berdasarkan database NIST 14.LIB	27
Gambar 4.26	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 12,055 menit	28
Gambar 4.27	Prediksi pola fragmentasi senyawa estragol.....	28
Gambar 4.28	Spektrum massa senyawa estragol berdasarkan database NIST 14.LIB	29
Gambar 4.29	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 13,189 menit.....	29
Gambar 4.30	Prediksi pola fragmentasi senyawa 2-metil-3-fenilpropanal	30
Gambar 4.31	Spektrum massa senyawa 2-metil-3-fenilpropanal (11) berdasarkan database NIST 14.LIB.....	30
Gambar 4.32	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 14,441 menit.....	31
Gambar 4.33	Prediksi pola fragmentasi senyawa anethol	31

Gambar 4.34	Spektrum massa senyawa anethol berdasarkan database NIST 14.LIB	32
Gambar 4.35	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 14,507 menit.....	32
Gambar 4.36	Prediksi pola fragmentasi senyawa safrol	33
Gambar 4.37	Spektrum massa senyawa safrol berdasarkan database NIST 14.LIB	33
Gambar 4.38	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,198 menit.....	34
Gambar 4.39	Prediksi pola fragmentasi senyawa 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]-undek-9-ena.....	34
Gambar 4.40	Spektrum massa senyawa 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena berdasarkan database NIST 14.LIB	34
Gambar 4.41	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,715 menit.....	35
Gambar 4.42	Spektrum massa senyawa 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1a, 2a, 3a β , 4a, 5a, 7a β , 8S*)]-isoleдена berdasarkan database NIST 14.LIB	35
Gambar 4.43	Prediksi pola fragmentasi senyawa 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1a, 2a, 3a β , 4a, 5a, 7a β , 8S*)]-isoleдена	36
Gambar 4.44	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,845 menit.....	37
Gambar 4.45	Prediksi pola fragmentasi senyawa <i>a</i> -copaena	37
Gambar 4.46	Spektrum massa senyawa <i>a</i> -copaena berdasarkan database NIST 14.LIB	37
Gambar 4.47	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 17,970 menit.....	38

Gambar 4.48	Spektrum massa senyawa kariofilena berdasarkan database NIST 14.LIB	38
Gambar 4.49	Prediksi pola fragmentasi senyawa kariofilena	39
Gambar 4.50	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 21,300 menit.....	40
Gambar 4.51	Prediksi pola fragmentasi senyawa 1,5-dimetil-8-(1-metiletiliden)-(E,E)-1,5-siklodekadiena	40
Gambar 4.52	Spektrum massa senyawa 1,5- dimetil-8-(1-metiletiliden)- (E, E)- 1,5-siklodekadiena berdasarkan database NIST 14.LIB	41
Gambar 4.53	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 24,417 menit.....	41
Gambar 4.54	Spektrum massa senyawa 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on (19) berdasarkan database NIST 14.LIB	42
Gambar 4.55	Prediksi pola fragmentasi senyawa 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on	42
Gambar 4.56	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 25,814 menit.....	43
Gambar 4.57	Prediksi pola fragmentasi senyawa asam tetradekanoat.....	43
Gambar 4.58	Spektrum massa senyawa asam tetradekanoat berdasarkan database NIST 14.LIB	44
Gambar 4.59	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 30,035 menit.....	44
Gambar 4.60	Prediksi pola fragmentasi senyawa asam <i>n</i> -heksadekanoat	45
Gambar 4.61	Spektrum massa senyawa asam <i>n</i> -heksadekanoat (21) berdasarkan database NIST 14.LIB	45
Gambar 4.62	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 32,271 menit	46

Gambar 4.63	Prediksi pola fragmentasi senyawa asam 9,12- Oktadekadienoat metil ester.....	46
Gambar 4.64	Spektrum massa senyawa asam 9,12- Oktadekadienoat metil ester berdasarkan database NIST 14.LIB	47
Gambar 4.65	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 33,199 menit	47
Gambar 4.66	Prediksi pola fragmentasi senyawa asam linoleat	48
Gambar 4.67	Spektrum senyawa asam linoleat berdasarkan database NIST 14.LIB	48
Gambar 4.68	Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 33,270 menit 49	
Gambar 4.69	Prediksi pola fragmentasi senyawa asam oleat ...	49
Gambar 4.70	Spektrum massa senyawa asam oleat berdasarkan database NIST 14.LIB	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak pada minyak atsiri <i>N. sativa</i> ...	8
Tabel 2.2 Golongan senyawa yang ditemukan dalam minyak atsiri <i>N. sativa</i>	8
Tabel 2.3 Kondisi GC-MS (Singh dan Jhunjhunwalla, 2014)	12
Tabel 4 1 Hasil karakterisasi minyak atsiri <i>N. sativa</i>	52

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara tropis dengan potensi tanaman yang secara turun temurun digunakan sebagai obat tradisional (Kemendag, 2014). Penggunaan obat herbal alami dapat menjadi alternatif untuk mengobati berbagai jenis kondisi patologis. Hal ini dikarenakan obat herbal alami tersebut memiliki banyak manfaat serta efek samping yang ditimbulkan lebih sedikit dibandingkan dengan obat sintetis. Obat tradisional yang digunakan oleh masyarakat yang ada pada beberapa daerah di Indonesia sangat beragam. Masyarakat pada suatu daerah tertentu memiliki obat tradisional yang berbeda dengan masyarakat daerah lainnya (Lesmana, 2018). Salah satu obat bahan alam yang saat ini sering digunakan dalam pengobatan alternatif adalah habbatussauda atau jinten hitam atau *Nigella sativa* (Yulianti dan Junaedi, 2006).

N. sativa diketahui memiliki banyak manfaat, diantaranya untuk pengobatan beberapa penyakit yang berhubungan dengan fungsi kesehatan pernafasan, lambung, usus, fungsi ginjal dan hati (Lautenbacher, 1997; Eschborn, 1997; Ramadan, 2007; Islam, 2016). Selain itu, beberapa penelitian telah menunjukkan manfaat *N. sativa* sebagai anti bakteri (Rafati dkk, 2014), anti virus (Salem dan Hossain, 2000), anti jamur (Elfadil dkk, 2015), anti peradangan (Kundu dkk, 2013), pigmentasi kulit (Ghorbanibirgani dkk, 2014). Bagian tanaman *N. sativa* yang banyak dimanfaatkan adalah biji atau minyak atsiri yang diambil dari bijinya.

Biji *N. sativa* diketahui memiliki kandungan karoten yang baik dan beberapa mineral seperti Cu, P, Zn, dan Fe (Ahmed dkk., 2013) serta mengandung 36-38% asam lemak alkaloid dan saponin (Lautenbacher, 1997; Burits dan Butchar, 2000; Singh dkk., 2005). Biji *N. sativa* dapat digunakan sebagai perasa makanan dalam bentuk yogurt, saus, serta salad (Hajhasemi dkk., 2004; venkatachallam dkk., 2010). Biji *N. sativa* juga dilaporkan mengandung 0,4-2,5% minyak

atsiri yang biasa digunakan sebagai obat dan bumbu makanan (Wajs dkk., 2008).

Minyak atsiri *N. sativa* mengandung banyak senyawa kimia, diantaranya adalah *p*-simena, α -thujene, linalool, β -pinena, α -pinena, longifolen, carvone dan timokuinon (**1**) (Singh dan Jhunjhunwalla, 2014). Timokuinon (**1**) serta turunannya banyak ditemukan sebagai senyawa utama dalam minyak atsiri *N. sativa* dan dianggap sebagai pembawa sifat obat dari *N. sativa* (Venkatachallam dkk., 2000). Aktivitas timokuinon (**1**) sebagai anti kanker telah diteliti oleh Woo pada tahun 2011. Penelitian oleh Burits dan Bucar pada tahun 2000 menemukan adanya perbedaan kadar timokuinon (**1**) dalam minyak atsiri yang diperoleh dari beberapa *N. sativa* dari berbagai wilayah yang memengaruhi aktivitas farmakologinya. Penelitian yang dilakukan oleh Khosravi dkk. pada tahun 2011 menunjukkan bahwa minyak atsiri *N. sativa* dapat menekan pertumbuhan aflaktoksin oleh *Aspergillus paracitrus*. Sedangkan Viuda-Martos dkk. pada tahun 2011 melaporkan pengaruh minyak esensial jinten hitam sebagai anti bakteri *Listeria*, *Pseudomonas*, dan *Serratia*. Minyak atsiri *N. sativa* juga dilaporkan menunjukkan aktivitas antioksidan (Singh dkk., 2005; Edris, 2011). Selain itu senyawa terpenoid juga dilaporkan memiliki potensi sebagai antioksidan *in vitro* dan dapat menghambat pelepasan nitrat oksida oleh lipopolisakarida teraktivasi makrofag RAW 264.7 (Bourgou dkk., 2012).

1.2 Rumusan Masalah

Jinten hitam atau *Nigella sativa* diketahui banyak digunakan dalam berbagai pengobatan seperti pada penyakit yang berhubungan dengan fungsi kesehatan pernafasan, lambung, usus, fungsi ginjal dan hati. *N. sativa* juga menunjukkan aktivitas antibakteri, antivirus, antijamur, antiperadangan, pigmentasi kulit. Biji *N. sativa* mengandung berbagai senyawa dan banyak digunakan dalam makanan. Minyak atsiri dapat diperoleh dari biji *N. sativa* dan diketahui mengandung senyawa-senyawa aktif. Timokuinon serta turunannya banyak ditemukan sebagai senyawa utama dalam minyak atsiri *N. sativa* dan menunjukkan aktivitas antikanker, antioksidan,

dan mampu menekan pertumbuhan aflaktoksin oleh *Aspergillus paracitrus*. Perbedaan kadar timokuinon dalam minyak atsiri biji *N. sativa* dari berbagai wilayah dilaporkan memengaruhi aktivitas farmakologinya. Minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia sejauh ini belum banyak dilaporkan sehingga penelitian ini mengkaji dan mempelajari kandungan senyawa-senyawa dalam minyak atsiri tersebut. Profil dan kandungan minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia dipelajari berdasarkan kromatogram hasil analisis menggunakan kromatografi gas-spektroskopi massa (*Gas Chromatography - Mass Spectrometry, GC-MS*).

1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari profil dan kandungan senyawa-senyawa dalam minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia. Hal tersebut dipelajari berdasarkan kromatogram hasil analisis menggunakan kromatografi gas-spektroskopi massa (*Gas Chromatography - Mass Spectrometry, GC-MS*).

1.4 Manfaat

Mengetahui profil dan kandungan senyawa-senyawa dalam minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia.

halaman sengaja dikosongkan

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

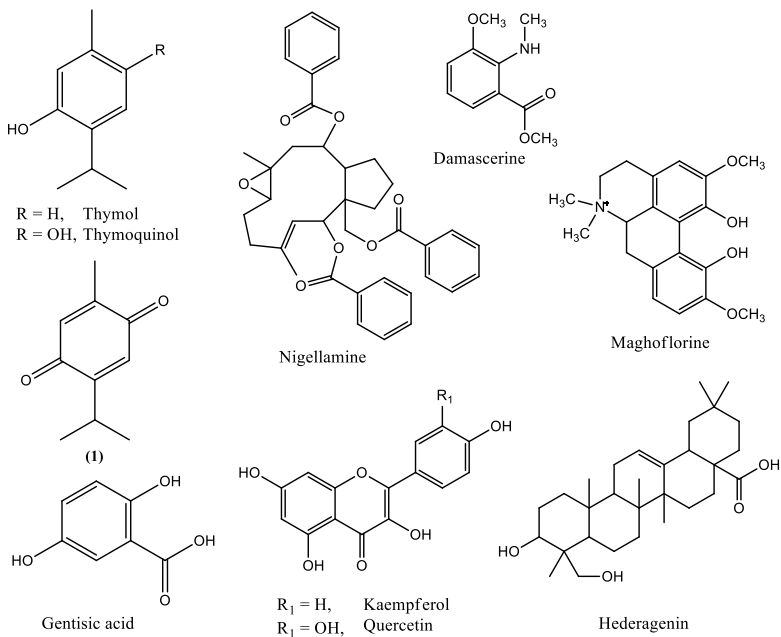
2.1 Jinten Hitam

Jinten hitam (*Nigella sativa*) atau sering disebut habbatussauda telah lama diketahui memiliki berbagai khasiat di bidang pengobatan, bahkan sejak zaman Nabi Muhammad SAW. Dalam salah satu hadist yang diriwayatkan oleh Shahih Al-Bukhari 3391 bahkan disebutkan bahwa habbatussauda merupakan penawar segala macam penyakit kecuali kematian (Al-Jauziyah, 2008). Tumbuhan *N. sativa* tumbuh hingga mencapai tinggi 20-30 cm, dengan daun hijau lonjong, ujung dan pangkal runcing, tepi beringgit, dan pertulangan menyirip. Bunga *N. sativa* majemuk, bentuk karang, kepala sari berwarna kuning, mahkota berbentuk corong berwarna antara biru sampai putih, dengan 5-10 kelopak bunga dalam satu batang pohon (Hutapea, 1994). Manfaat dari *N. sativa* sendiri telah banyak diteliti, diantaranya pengobatan untuk beberapa penyakit yang berhubungan dengan fungsi kesehatan pernafasan, lambung, usus, fungsi ginjal dan hati (Lautenbacher, 1997; Eschborn, 1997; Ramadan, 2007; Islam, 2016). Selain itu ditemukan juga manfaat *N. sativa* sebagai antibakteri (Rafati dkk, 2014), antivirus (Salem dan Hossain, 2000), antijamur (Elfadil dkk, 2015), antiperadangan (Kundu dkk, 2013), pigmentasi kulit (Ghorbanibirgani dkk, 2014), dan sebagainya.

Minyak atsiri *N. sativa* memiliki banyak kandungan kimia dengan kandungan utamanya yaitu *p*-simena, α -thujene, linalool, β -pinene, α -pinene, longifolena, carvone dan timokuinon (**1**) (Singh dan Jhunjhunwalla, 2014). Umumnya aktivitas antikanker biji jinten hitam dihubungkan dengan keberadaan timokuinon (**1**), suatu metabolit sekunder kelompok minyak atsiri yang menjadi senyawa identitas dari *N. sativa* (Agbaria dkk., 2015). Timokuinon (**1**) serta turunannya banyak ditemukan sebagai senyawa major dari *N. sativa* dan dianggap sebagai pembawa sifat obat dari jinten hitam (Venkatachallam dkk., 2000). Manfaat timokuinon (**1**) sebagai antikanker telah diteliti oleh Woo pada tahun 2011. Penelitian oleh Burits dan Bucar pada tahun 2000 juga ditemukan adanya perbedaan kadar timokuinon (**1**) dari

beberapa jinten hitam dari berbagai wilayah yang memengaruhi aktivitas farmakologi dari minyak atsirinya. Meski demikian, timokuinon (**1**) bukan satu-satunya metabolit sekunder yang memiliki aktivitas antikanker. Beberapa senyawa utama yang ditemukan dalam minyak atsiri *N. sativa* terlihat pada Gambar 2.1 dan juga ditemukan asam lemak jenis monohidroksi, dihidroksi dan trihidroksi. Asam lemak jenis hidroksi yang ditemukan sebagian besar teridentifikasi sebagai asam 9,12,13-trihidroksi oktadeka-7-enoic (C₁₈) (Farag dkk, 2013). Turunan asam lemak hidroksi diketahui memiliki aktivitas anti-inflamasi, antimikroba, dan sitotoksik. (Martin-Arjol dkk, 2010).

Selain timokuinon (**1**), senyawa fenolat seperti *p*-simena, timol dan karvakrol yang terkandung dalam *N. sativa* memengaruhi sebagian besar sifat antimikroba (Singh dkk., 2005). Pada penelitian yang dilakukan oleh Khosravi dkk. pada tahun 2011, ditemukan bahwa minyak atsiri *N. sativa* dapat menekan pertumbuhan aflaktoksin oleh *Aspergillus paracitrus*. Sedangkan Viuda-Martos dkk. pada tahun 2011 menemukan pengaruh minyak atsiri *N. sativa* sebagai anti bakteri *Listeria*, *Pseudomonas*, dan *Serratia*. Minyak atsiri *N. sativa* juga berperan sebagai antioksidan (Singh dkk., 2005; Edris, 2011). Kadar senyawa γ -terpinen dalam minyak *N. sativa* diperkirakan menjadi salah satu faktor untuk meningkatkan stabilitas oksidatif dari ekstrak *N. sativa*. Selain itu senyawa terpenoid juga memiliki potensi sebagai antioksidan *in vitro* dan dapat menghambat pelepasan nitrat oksida oleh lipopolisakarida teraktivasi makrofag RAW 264.7 (Bourgou dkk., 2012).



Gambar 2.1 Senyawa major pada *N. sativa* (farag dkk., 2013)

Pada penelitian lain, Singh dan Jhunjhunwalla dkk. (2014) menemukan bahwa golongan monoterpen merupakan senyawa utama pada minyak *N. sativa*. Selain itu penelitian oleh Hadi dkk. (2016) menemukan bahwa setidaknya ada 28 senyawa yang ditemukan dalam ekstrak *N. sativa*. Hasil penelitian menunjukkan terdapat lima senyawa terbanyak yang terkandung dalam ekstrak *N. sativa* berdasarkan intensitas yang ditunjukan pada instrumen GC-MS yaitu β -Pinena, 6-O- α -D-galaxyopiranosil-D-glukosa, *o*-simena, DL-arabinosa, dan trans-4-metoksitujana. Nickavar dkk. pada tahun 2003 menemukan ada 8 senyawa asam lemak pada minyak *N. sativa* dan 32 senyawa pada minyak atsirinya. Senyawa tersebut digolongkan menjadi 6 berdasarkan jenis rantai karbon utamanya. Asam lemak

yang ditemukan terdapat pada Tabel 2.1 dan golongan senyawa yang ditemukan terdapat pada Tabel 2.2 (Nickavar dkk., 2003).

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak pada minyak atsiri *N. sativa*

Asam Lemak	Persentase
Asam laurat	0,6
Asam milistrat	0,5
Asam palmitat	12,5
Asam stearat	3,4
Asam oleat	23,4
Asam linoleat	55,6
Asam linolenat	0,4
Asam eikosadienoat	3,1
Total	99,5

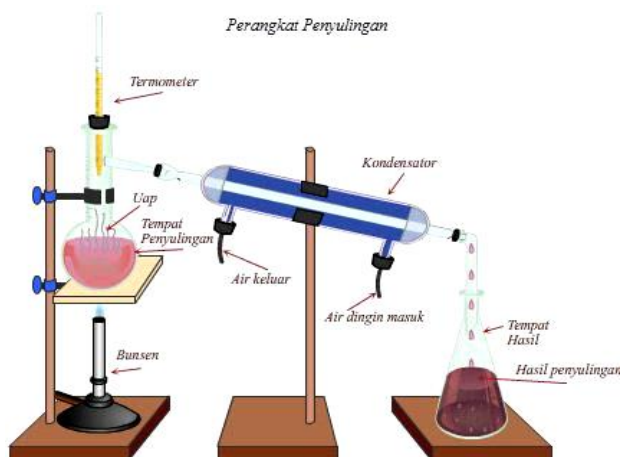
Tabel 2.2 Golongan senyawa yang ditemukan dalam minyak atsiri *N. sativa*

Senyawa	Persentase
Nonterpenoid hidrokarbon	4,0
Monoterpenoid hidrokarbon	26,9
Monoterpenoid keton	6,0
Monoterpenoid alcohol	2,7
Sesquiterpenoid hidrokarbon	1,0
Senyawa fenil propanoid	46,1

2.2 Destilasi Minyak Atsiri *N. sativa*

Destilasi adalah suatu metode yang digunakan untuk memisahkan zat cair dengan memanfaatkan perbedaan titik didih atau volatilitas dari bahan yang dipisahkan. Pada prinsipnya, proses destilasi dilakukan dengan menguapkan bahan dan mencairkan uap air yang dihasilkan dengan memanfaatkan perbedaan suhu yang terdapat pada kondensor. Secara teoritis, destilasi uap air minyak esensial mempunyai hubungan yang erat dengan proses difusi, terutama peristiwa osmosis. Penggunaan sampel segar atau yang sudah dikeringanginkan sebelum proses destilasi akan mempengaruhi hasil destilasi, demikian juga proses perajangan sampel. Penggunaan suhu yang tinggi pada proses destilasi akan menciptakan kondisi yang lebih baik untuk proses osmosis minyak, karena pergerakan air akibat kenaikan dalam labu destilasi, akan mempercepat proses diffusi (Guenther, 2006). Susunan alat destilasi secara umum dapat dilihat pada Gambar 2.7. Untuk memudahkan proses ekstraksi minyak atsiri dari *N. sativa* digunakan instrumen tambahan clevenger.

Clevenger adalah salah satu metode dari destilasi yang digunakan untuk khusus mendapatkan minyak atsiri. Teknik ini menggunakan suhu untuk memisahkan minyak aromatik dari sumber organik. Dengan menggunakan metode ini, minyak atsiri yang didapatkan akan terperangkap di tabung clevenger dan dapat terpisahkan secara langsung dari pelarutnya. Peralatan clevenger dapat dilihat pada Gambar 2.8



Gambar 2. 2 Susunan alat destilasi (Pustekkom Kemdikbud, 2013)



Gambar 2. 3 Salah satu bentuk perlengkapan clevenger

2.3 Karakterisasi Minyak Atsiri

Proses karakterisasi dilakukan untuk menentukan hasil dari proses yang telah dilakukan sebelumnya. Dalam hal ini dilakukan untuk mengetahui profil metabolit sekunder dari *N. sativa*. Untuk itu proses karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrumen *Gas Chromatography - Mass Spectrometry* (GC-MS).

Kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel, sedangkan spektrometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing molekul komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas (Agusta, 2000). GC-MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kualitatif maupun kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit (Abdi, 2004). Analisis dengan GC-MS dapat dibagi dalam dua kelompok, yaitu: kualitatif dan kuantitatif. Kedua analisis tersebut menggunakan spektrometer massa sebagai detektor (Munson, 1991).

Prinsip kerja GC-MS didasarkan pada perbedaan kepolaran dan massa molekul sampel yang dapat diuapkan. Sampel yang berupa cairan atau gas langsung diinjeksikan ke dalam injektor. Aliran gas yang mengalir akan membawa sampel yang teruapkan untuk masuk ke dalam kolom. Komponen-komponen yang ada pada sampel akan dipisahkan berdasarkan partisi diantara fase gerak (gas pembawa) dan fase diam (kolom). Hasilnya adalah berupa molekul gas yang kemudian akan diionisasikan pada spektrometer massa sehingga molekul gas itu akan mengalami fragmentasi yang berupa ion-ion positif. Ion akan memiliki rasio yang spesifik antara massa dan muatannya (Fowlis, 1998). Kondisi kerja instrumen GC-MS yang digunakan oleh Singh dan Jhunjhunwalla pada tahun 2014 ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Kondisi GC-MS (Singh dan Jhunjhunwalla, 2014)

Kolom	DB5-MS			
Dimensi Kolom	60.0m x 0.25mm x 0.25 μ m			
Gas Pembawa	Helium			
Suhu Injektor	270			
Suhu Detektor	270			
Mode MS	(50 – 550 amu)			
Tekanan Konstan	23psi			
Ionisasi	70ev			
Rasio Pemisahan	1:50			
Pengaturan Oven				
	Laju (C/min)	Kalor (C)	waktu tahan (min)	waktu <i>running</i> (min)
Awal	-	70	0	100
Ramp 1	20	270	20	120

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat & Bahan

3.1.1 Alat

Satu set alat destilasi dengan tambahan alat tipe clewenger yang digunakan pada proses ekstraksi dan alat timbangan kasar. Serta botol vial gelap 100 ml untuk penyimpanan. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi adalah GC-MS (GC 7890B agilent & MS 5977A agilent) di laboratorium Analisis dan Instrumentasi UNAIR Surabaya.

3.1.2 Bahan

Serbuk biji *N. sativa* yang digunakan merupakan produk dari RJ Herbal yang berlokasi di Surabaya, Jawa Timur, Indonesia. Pelarut yang digunakan adalah aquades. Natrium sulfat dan *n*-heksana untuk proses akhir ekstraksi.

3.2 Proses Hidrodistilasi Minyak Atsiri *N. sativa*

Serbuk biji *N. sativa* yang telah disiapkan, diambil minyak atsirinya dengan metode hidrodistilasi menggunakan perlengkapan tipe clewenger. Hidrodistilasi dilakukan dengan perbandingan sampel dan pelarut sebesar 1:2 (w/v) selama 4-6 jam hingga minyak atsiri yang didapatkan pada tabung penangkap minyak clewenger tidak bertambah. Selanjutnya minyak atsiri yang didapatkan ditampung dalam gelas kimia, dan tabung penangkap minyak pada clewenger dibilas dengan *n*-heksana. Minyak atsiri yang diperoleh dikeringkan dengan magnesium sulfat. Minyak atsiri selanjutnya didekantasi dan dipindahkan kedalam botol gelap untuk kemudian dilakukan karakterisasi.

3.3 Karakterisasi Minyak Atsiri *N. sativa*

Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen *Gas chromatography mass spectrometry* (GC-MS). Proses GC-MS dilakukan di Laboratorium Analisis Dan Instrumen UNAIR Surabaya. Instrumen dilengkapi dengan kolom HP-5ms Ultra Inert (30 m x 250 μm x 0,25 μm) dengan gas pembawa He dan diatur suhu awal 60 $^{\circ}\text{C}$ selama 2 menit yang selanjutnya diatur hingga suhu 280 $^{\circ}\text{C}$ dengan kecepatan 5 $^{\circ}\text{C}$ permenit. Laju alir gas helium diatur 1 ml permenit dan *split ratio* sebesar 1:10 dengan injeksi sampel sebesar 2 μL . Untuk MS digunakan daya sebesar 50 Hz dengan teknik EI. Hasil yang didapatkan selanjutnya dicocokkan dengan database (NIST 14.LIB) pada instrumen.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

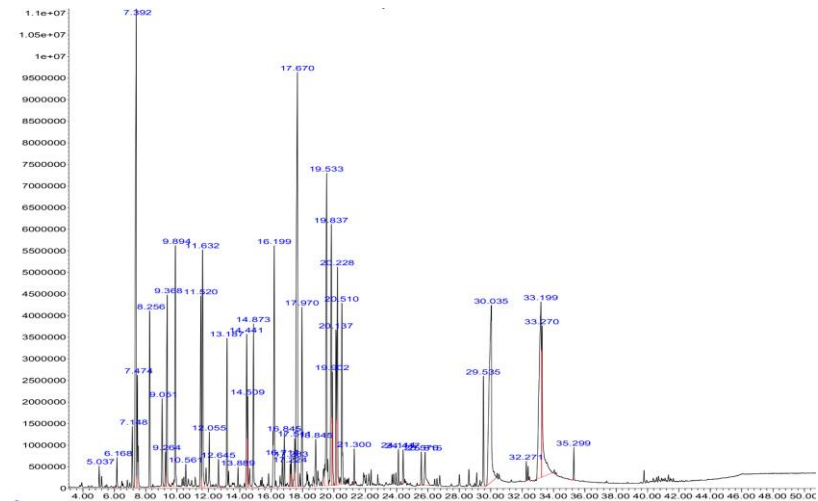
4.1 Hidrodistilasi Minyak Atsiri *N. sativa*

Proses hidrodistilasi dilakukan untuk mendapatkan minyak atsiri dari biji *N. sativa*. Sampel biji *N. sativa* berupa serbuk dengan tujuan meningkatkan luas permukaan yang kontak dengan pelarut. Luas permukaan yang besar dapat meningkatkan presentase senyawa metabolit sekunder yang didapatkan pada saat proses hidrodistilasi. Hidrodistilasi dilakukan menggunakan serbuk biji *N. sativa* sebanyak 1 kg dalam 2 liter air menggunakan alat tipe clevenger. Hidrodistilasi dengan clevenger dipilih untuk mempermudah mendapatkan minyak atsiri dari *N. sativa*.

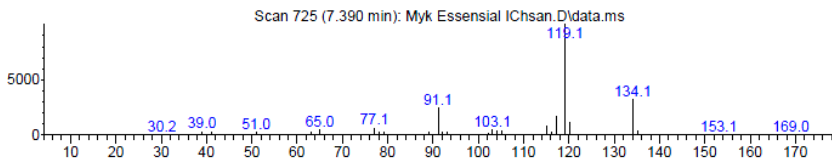
Minyak atsiri yang diperoleh pada alat hidrodistilasi berwarna kuning cerah dengan aroma khas *N. sativa*. Minyak atsiri yang didapat sebanyak 1,3576 g dengan persen rendemen sebesar ~0,14 % (w/w). Minyak atsiri yang dihasilkan lebih tinggi dibanding dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ali dkk. pada tahun 2006 yang mendapatkan minyak atsiri sebesar 0,08 % (w/w). Akan tetapi hasil ini jauh lebih rendah apabila dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh El-Dakhkhny pada tahun 1968 yang mendapatkan minyak atsiri dengan rendemen sebesar 0,4 %. Perbedaan hasil yang cukup signifikan ini kemungkinan disebabkan oleh pengaruh teknik distilasi yang dilakukan, jenis atau asal sampel yang digunakan maupun kondisi sampel pada saat proses distilasi dilakukan. Penggunaan sampel segar atau yang sudah dikeringanginkan dapat mempengaruhi hasil minyak atsiri yang diperoleh. Penggunaan suhu yang tinggi pada proses hidrodistilasi memberikan kondisi yang lebih baik untuk proses osmosis minyak, karena pergerakan air akibat kenaikan dalam labu distilasi mempercepat proses difusi (Guenther, 2006).

4.2 Karakterisasi Minyak Atsiri *N. sativa*

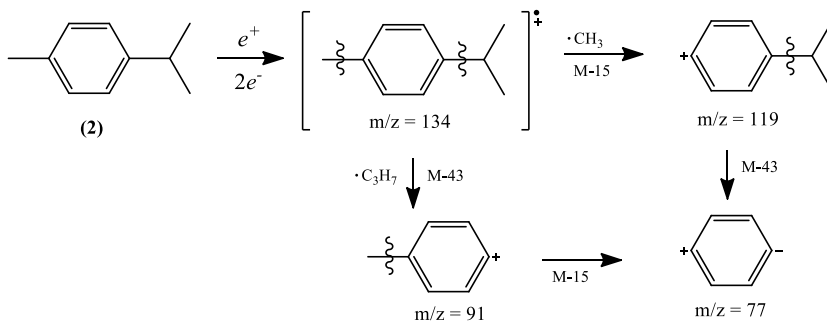
Karakterisasi minyak atsiri *N. sativa* menggunakan GC-MS menghasilkan kromatogram yang dapat dilihat pada Gambar 4.1. Kromatogram menunjukkan puncak utama pada waktu retensi 7,390 dengan persen area relatif sebesar 8,97 %. Spektrum massa pada waktu retensi tersebut terlihat pada Gambar 4.2. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekuler (M^+) pada m/z 134 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 119. Pelepasan gugus metil (CH_3) $^+$ memberikan puncak pada m/z 119 yang juga memberikan puncak pada m/z 77 melalui pelepasan gugus metil (C_3H_7) $^+$. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7) $^+$ dari ion molekuler memberikan puncak dasar pada m/z 91. Berdasarkan analisis pola fragmentasi yang diusulkan tersebut (Gambar 4.3) dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk *p*-simena (**2**) (Gambar 4.4), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 7,390 adalah *p*-simena (**2**).



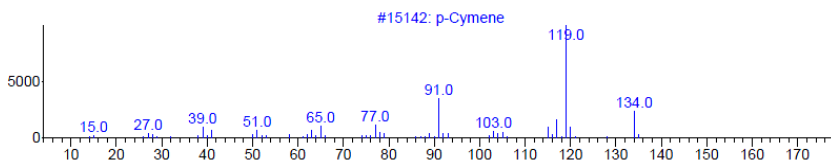
Gambar 4. 1 Kromatogram hasil analisis minyak atsiri *N. sativa*



Gambar 4.2 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 7,390 menit



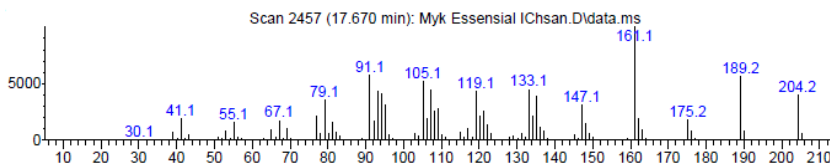
Gambar 4.3 Prediksi pola fragmentasi senyawa *p*-simena (1)



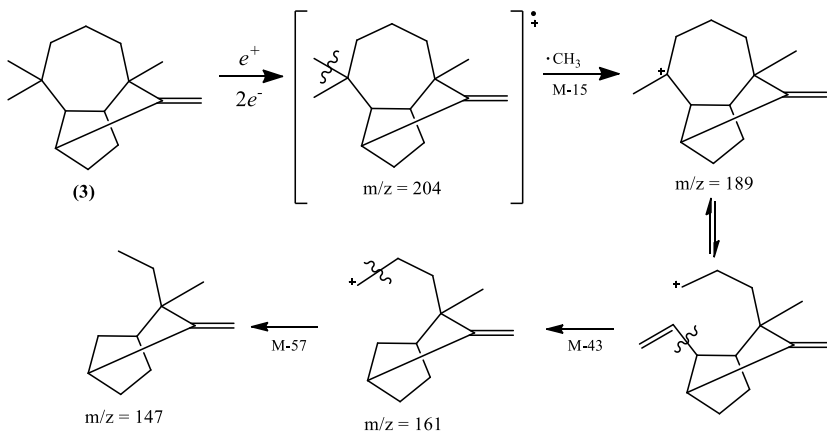
Gambar 4.4 Pola fragmentasi senyawa *p*-simena (2) berdasarkan database NIST 14.LIB

Puncak tertinggi selanjutnya muncul pada waktu retensi 17,670 dengan persen area relatif sebesar 8,94 %. Spektrum massa senyawa pada waktu retensi tersebut terlihat pada Gambar 4.5. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekuler (M^+) pada m/z 204 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 161. Pelepasan gugus propil (CH_3) $^{\cdot}$ dari ion molekuler memberikan

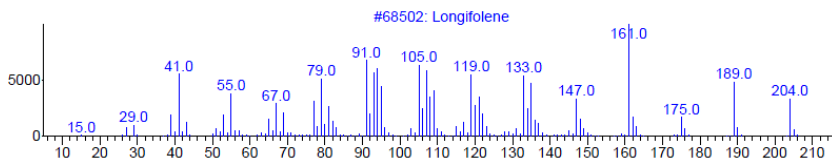
puncak pada m/z 189. Pelepasan lebih lanjut gugus pada gugus etil *double bond* ($\text{H}_2\text{C}=\text{CH}$)⁺ memberikan puncak dasar pada m/z 161 serta gugus metil (CH_3)⁺ memberikan puncak pada m/z 147. Berdasarkan analisis pola fragmentasi yang diusulkan tersebut (Gambar 4.6) dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk longifolena (**3**) (Gambar 4.7), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 17,670 adalah longifolena (**3**).



Gambar 4.5 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 17,670 menit

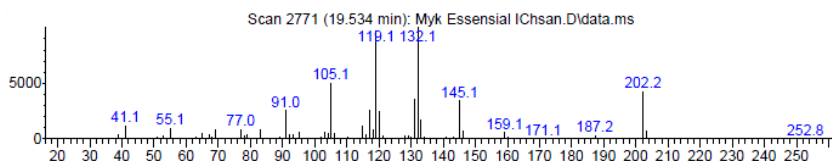


Gambar 4.6 Prediksi pola fragmentasi senyawa longifolena (**3**)

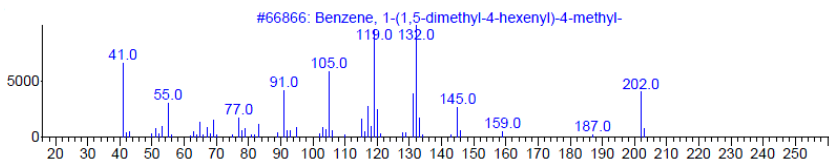


Gambar 4.7 Pola fragmenetasi senyawa longifolena (**3**) berdasarkan database NIST 14.LIB

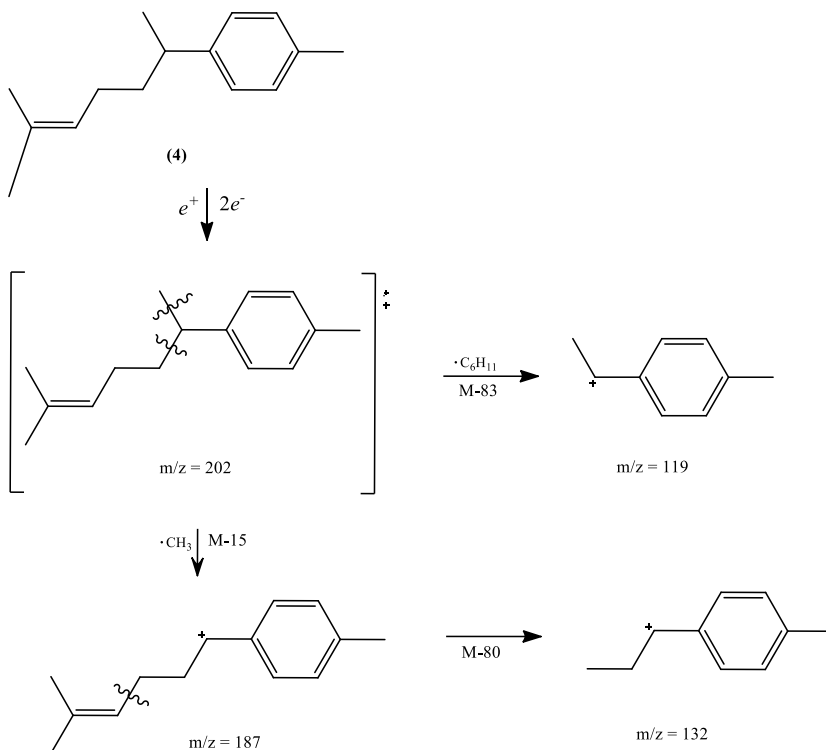
Senyawa pada waktu retensi 19,534 memiliki persen area relatif sebesar 8,94 %. Spektrum massa senyawa pada waktu retensi tersebut terlihat pada Gambar 4.8. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekuler (M^{+}) pada m/z 202 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 132. Pelepasan gugus metil (CH_3) dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 187. Pelepasan lebih lanjut gugus pada gugus propil (C_3H_7)⁺ memberikan puncak dasar pada m/z 132. Berdasarkan analisis pola fragmentasi yang diusulkan tersebut (Gambar 4.10) dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk senyawa 1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil-benzena (Gambar 4.9), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 19,534 menit adalah 1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil-benzena (**4**)



Gambar 4.8 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 19,534 menit

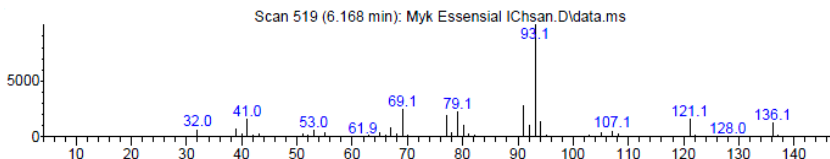


Gambar 4.9 Spektrum massa senyawa 1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil-Benzena (**4**) berdasarkan database NIST 14.LIB

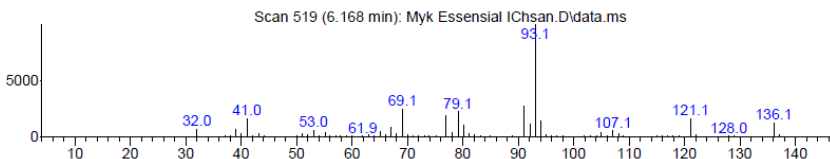


Gambar 4.10 Prediksi pola fragmentasi senyawa 1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil-benzena (**4**)

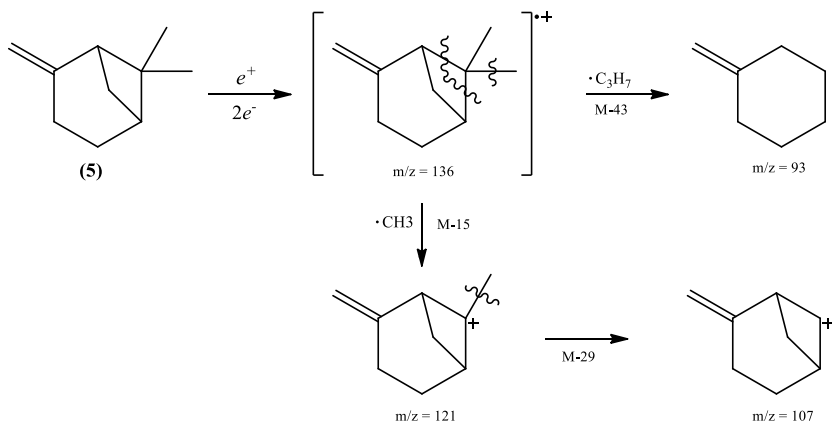
Senyawa pada waktu retensi 6,168 menit dengan persen area relatif sebesar 0,35% memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.11. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekuler (M^{+}) pada m/z 136 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 93. Pelepasan gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 121 yang juga memberikan puncak pada m/z 107 melalui pelepasan gugus metil (CH_3)⁺ yang lain. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)[•] dari ion molekuler memberikan puncak dasar pada m/z 93. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.13) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk β -pinena (**5**) (Gambar 4.12), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 6,168 menit adalah β -pinena (**5**).



Gambar 4.11 Spektrum massa pada waktu retensi 6,168 menit

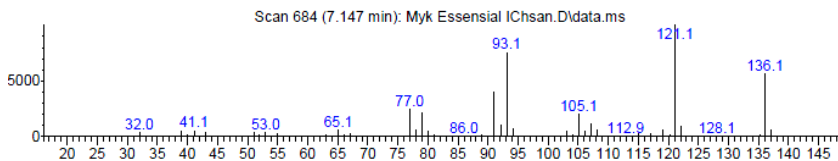


Gambar 4.12 Spektrum massa senyawa β -pinena (**5**) berdasarkan database NIST 14.LIB

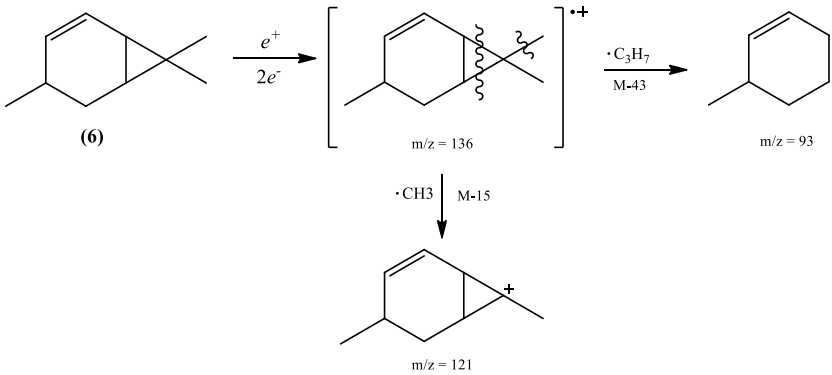


Gambar 4. 13 Prediksi pola fragmentasi senyawa β -pinena (5)

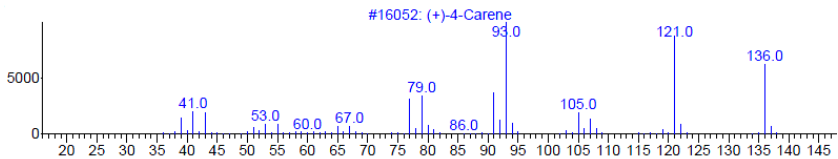
Puncak pada waktu retensi 7,147 menit dengan persen area relatif sebesar 0,79% memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.14. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 136 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 121. Pelepasan gugus metil (CH_3) \cdot memberikan puncak dasar pada m/z 121. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7) \cdot dari ion molekul memberikan puncak pada m/z 93. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.15) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk (+)-4-carena (6) (Gambar 4.16), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 7,147 adalah (+)-4-carena (6).



Gambar 4.14 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 7,147 menit

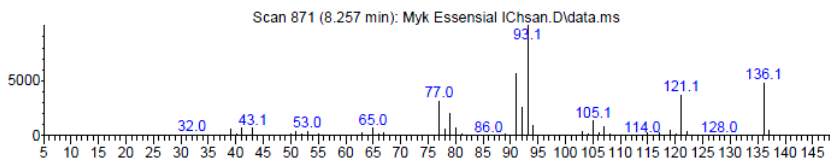


Gambar 4. 15 Prediksi pola fragmentasi senyawa (+)-4-carena (6)

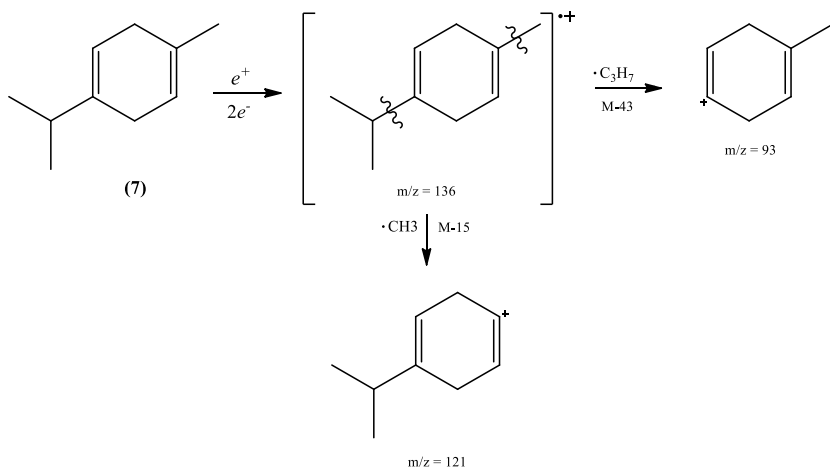


Gambar 4.16 Spektrum massa senyawa (+)-4-carena (6) berdasarkan database NIST 14.LIB

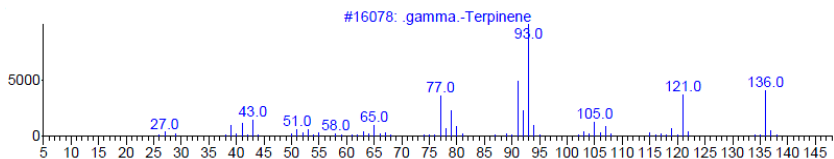
Senyawa pada waktu retensi 8,256 menit dengan persen area relatif sebesar 2,22 % memiliki fragmentogram seperti terlihat pada Gambar 4.17. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekuler ($M^{\bullet+}$) pada m/z 136 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 93. Lepasnya gugus metil (CH_3) \cdot memberikan puncak pada m/z 121. Sedangkan, pelepasan gugus propil (C_3H_7) \cdot dari ion molekuler memberikan puncak dasar pada m/z 93. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.18) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk γ -terpinena (7) (Gambar 4.19), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 8,256 adalah γ -terpinena (7).



Gambar 4.17 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 8,256 menit

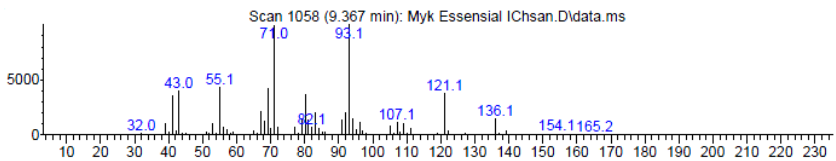


Gambar 4.18 Prediksi pola fragmentasi senyawa γ -terpinena (7)

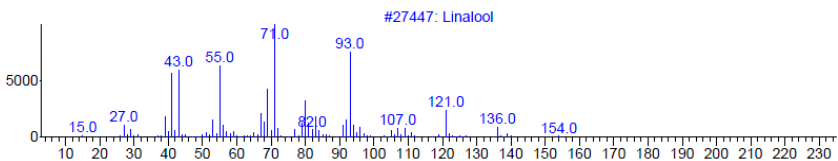


Gambar 4.19 Spektrum massa senyawa γ -terpinena (7) berdasarkan database NIST 14.LIB

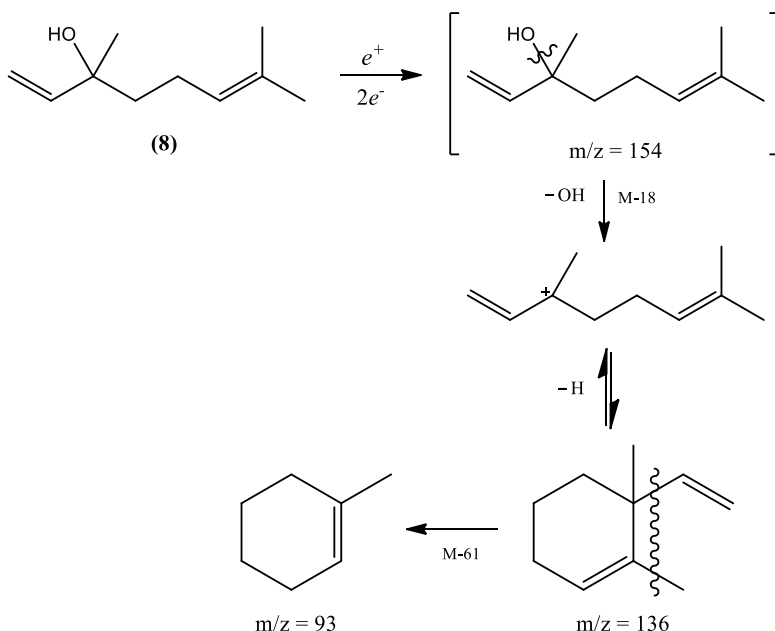
Senyawa pada waktu retensi 9,368 menit dengan persen area relatif sebesar 2,87 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.20. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 154 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 93. Lepasnya gugus hidroksil (OH^+) memberikan puncak pada m/z 136. Pelepasan lebih lanjut gugus metil (CH_3^+) serta gugus etil *double bond* ($\text{H}_2\text{C}=\text{CH}^+$) memberikan puncak dasar pada m/z 93. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.22) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk linalool (**8**) (Gambar 4.21), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 9,368 menit adalah linalool (**8**).



Gambar 4.20 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 9,367 menit

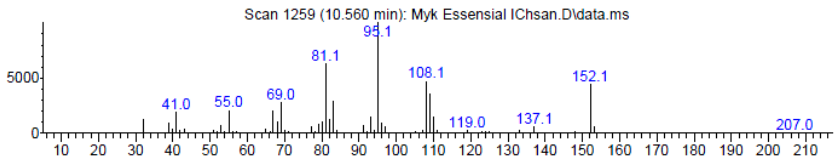


Gambar 4.21 Spektrum massa linalool (**8**) berdasarkan database NIST 14.LIB

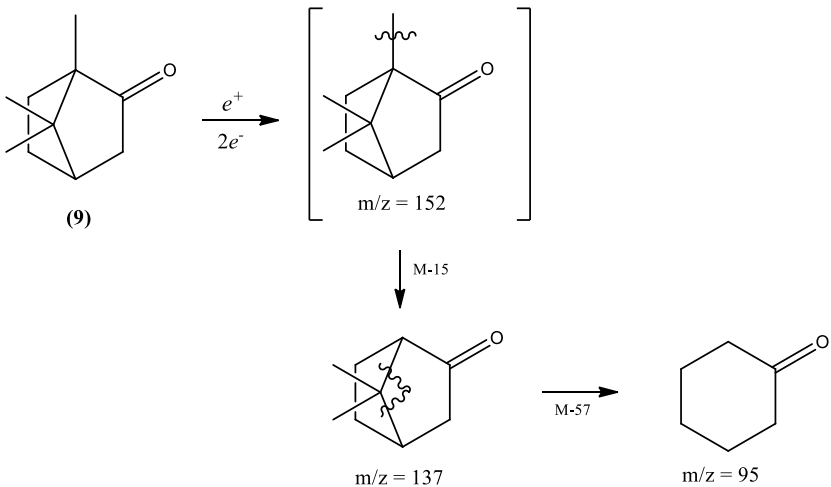


Gambar 4. 22 Prediksi pola fragmentasi senyawa linalool (8)

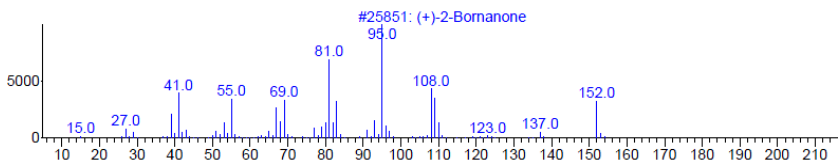
Senyawa pada waktu retensi 10,560 menit dengan persen relatif area sebesar 0,26 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.23. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 152 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 95. Lepasnya gugus metil (CH_3) $^{\bullet}$ memberikan puncak pada m/z 137. Pelepasan lebih lanjut gugus pada gugus propil (C_3H_7) $^{+}$ memberikan puncak dasar pada m/z 95. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.24) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk (+)-2-Bornanona (9) (Gambar 4.25), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 10,560 menit adalah (+)-2-Bornanona (9).



Gambar 4.23 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 10,560 menit



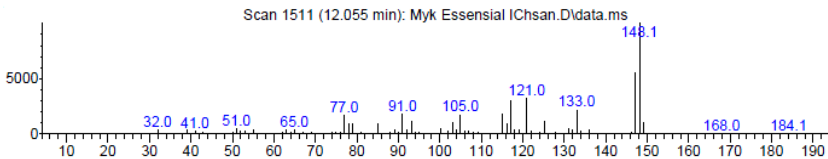
Gambar 4. 24 Prediksi pola fragmentasi senyawa (+)-2-Bornanona (9)



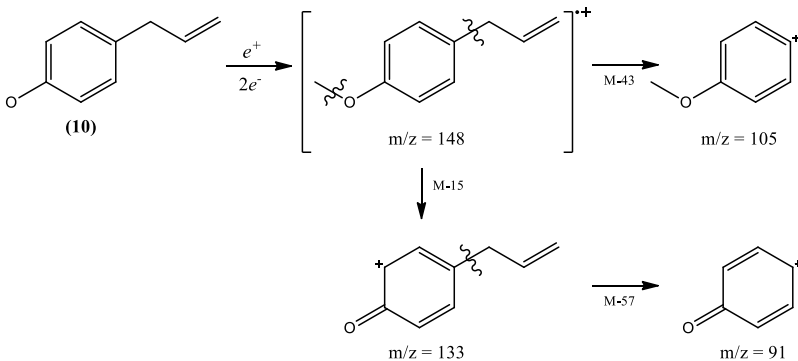
Gambar 4.25 Spektrum massa senyawa (+)-2-Bornanona (9) berdasarkan database NIST 14.LIB

Senyawa pada waktu retensi 12,055 menit dengan persen area relatif sebesar 0,69 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada

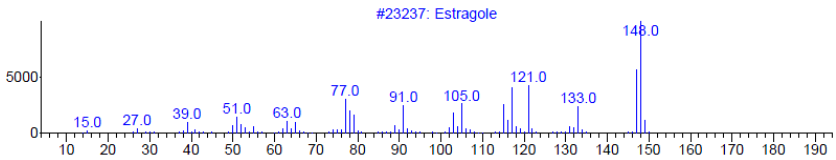
Gambar 4.26. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 148. Lepasnya gugus metil (CH_3)⁺ memberikan puncak pada m/z 133. Pelepasan lebih lanjut gugus propil (C_3H_7)⁺ memberikan puncak pada m/z 91. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)⁺ dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 105. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.24) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk estragol (**10**) (Gambar 4.25), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 12,055 menit adalah estragol (**10**).



Gambar 4.26 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 12,055 menit

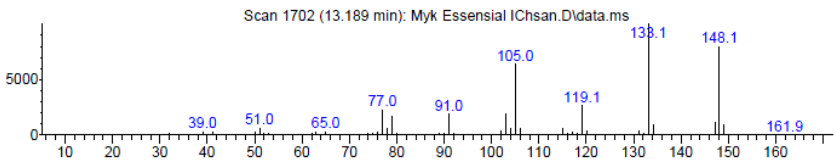


Gambar 4. 27 Prediksi pola fragmentasi senyawa estragol (**10**)

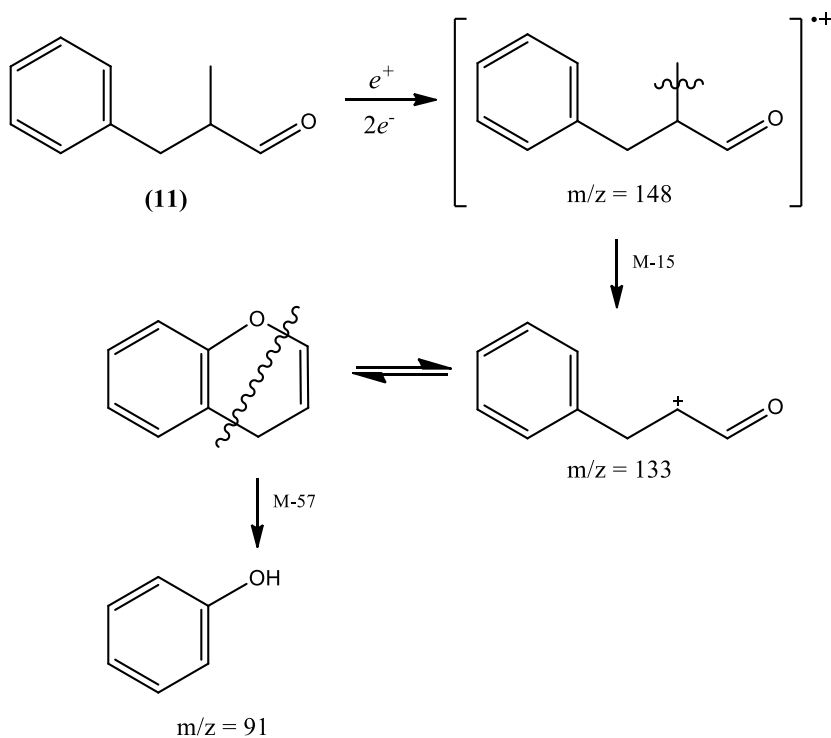


Gambar 4.28 Spektrum massa senyawa estragol (**10**) berdasarkan database NIST 14.LIB

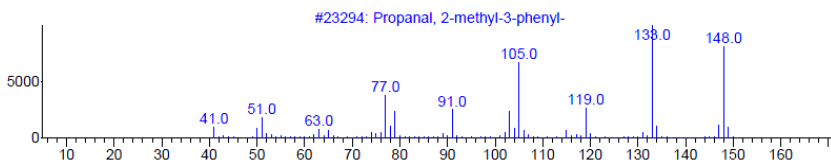
Senyawa pada waktu retensi 13,187 menit dengan persen area relatif sebesar 1,66 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.29. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 148 dan puncak dasar (*base peak*) pada m/z 133. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak dasar pada m/z 133. Pelepasan lebih lanjut gugus pada gugus propil (C_3H_7)⁺ memberikan puncak dasar pada m/z 91. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.30) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk 2-metil-3-fenil-propanal (**11**) (Gambar 4.31), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 13,187 menit adalah 2-metil-3-fenil-propanal (**11**).



Gambar 4.29 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 13,189 menit

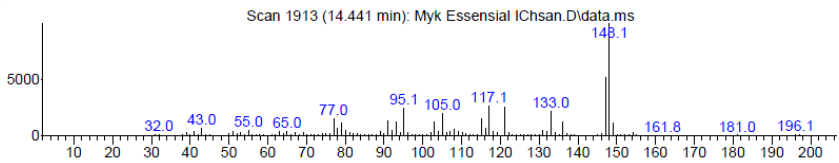


Gambar 4.30 Prediksi pola fragmentasi senyawa 2-metil-3-fenilpropanal (11)

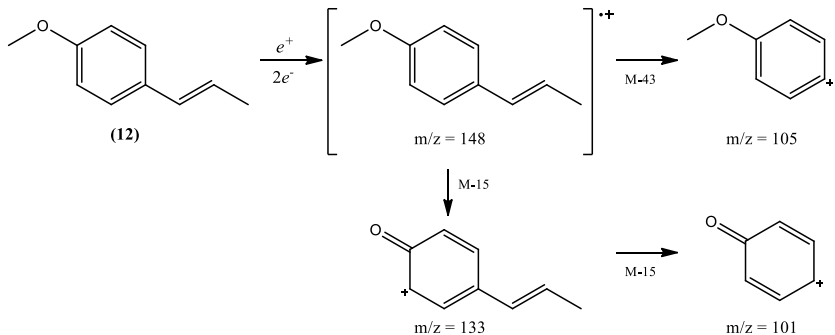


Gambar 4.31 Spektrum massa senyawa 2-metil-3-fenilpropanal (11) berdasarkan database NIST 14.LIB

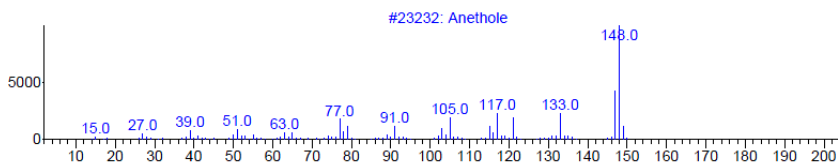
Senyawa pada waktu retensi 14,441 menit dengan persen area relatif sebesar 2,23 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.32. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 148. Lepasnya gugus metil (CH_3)⁺ memberikan puncak pada m/z 133. Pelepasan lebih lanjut gugus propil (C_3H_7)⁺ memberikan puncak pada m/z 91. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)⁺ dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 105. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.33) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk anethol (**12**) (Gambar 4.34), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 14,441 menit adalah anethol (**12**).



Gambar 4.32 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 14,441 menit

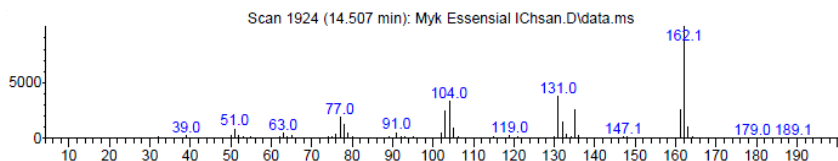


Gambar 4. 33 Prediksi pola fragmentasi senyawa anethol (**12**)

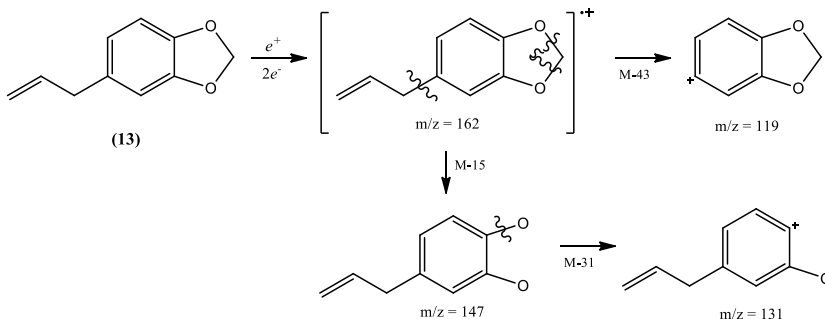


Gambar 4.34 Spektrum massa senyawa anethol (**12**) berdasarkan database NIST 14.LIB

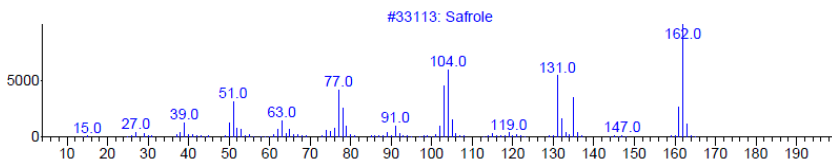
Senyawa pada waktu retensi 14,509 menit dengan persen area relatif sebesar 0,93 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada gambar 4.35. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 162. Lepasnya gugus metil (CH_3)⁺ memberikan puncak pada m/z 147. Pelepasan lebih lanjut gugus (O)⁺ memberikan puncak pada m/z 131. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)⁺ dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 119. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.36) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk safrol (**13**) (Gambar 4.37), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 14,509 menit adalah safrol (**13**).



Gambar 4.35 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 14,507 menit

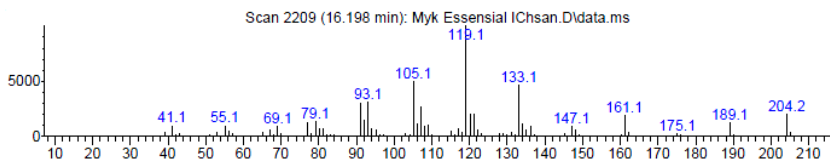


Gambar 4. 36 Prediksi pola fragmentasi senyawa safrol (13)

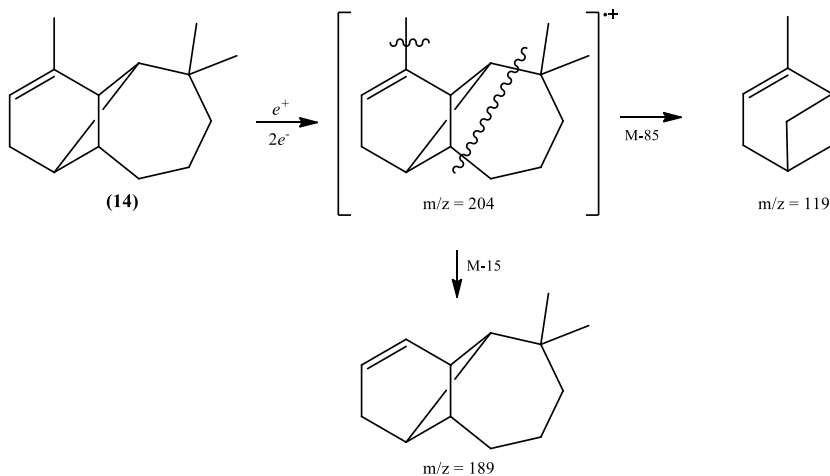


Gambar 4.37 Spektrum massa senyawa safrol (13) berdasarkan database NIST 14.LIB

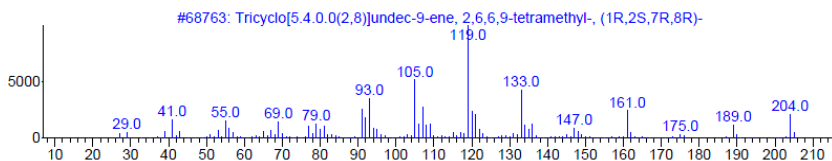
Senyawa pada waktu retensi 16,199 menit dengan persen area relatif sebesar 3,99 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.38. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 204. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 189. Selanjutnya, pelepasan gugus (M-85) dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 119. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.39) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (14) (Gambar 4.40), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 16,199 menit adalah 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (14).



Gambar 4.38 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,198 menit

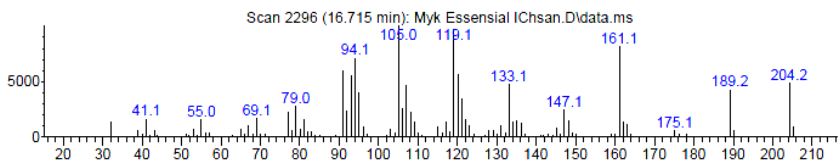


Gambar 4.39 Prediksi pola fragmentasi senyawa 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (14)

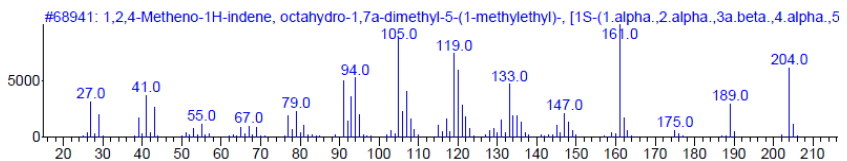


Gambar 4.40 Spektrum massa senyawa 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (14) berdasarkan database NIST 14.LIB

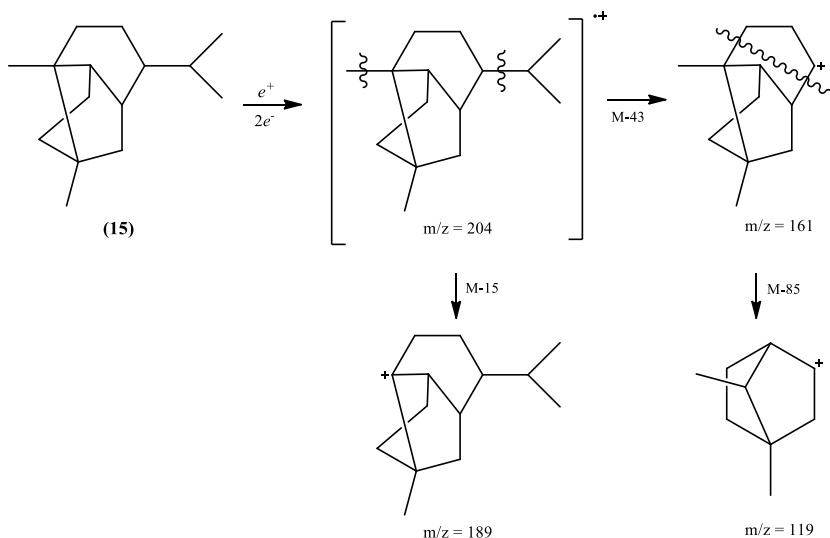
Pada waktu retensi 16,714 menit dengan persen area relatif sebesar 0,39 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.41. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 204. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 189. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)[•] dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 161. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.43) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1*a*, 2*a*, 3*a* β , 4*a*, 5*a*, 7*a* β , 8S*)]-isoleдена (**15**) (Gambar 4.42), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 16,714 menit adalah 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1*a*, 2*a*, 3*a* β , 4*a*, 5*a*, 7*a* β , 8S*)]-isoleдена (**15**).



Gambar 4.41 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,715 menit

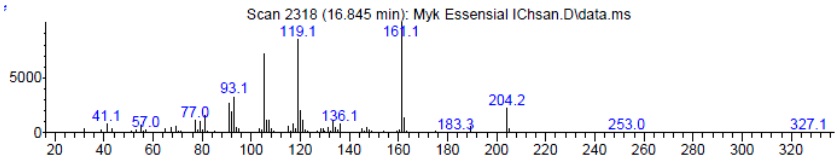


Gambar 4.42 Spektrum massa senyawa 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1*a*, 2*a*, 3*a* β , 4*a*, 5*a*, 7*a* β , 8S*)]-isoleдена (**15**) berdasarkan database NIST 14.LIB

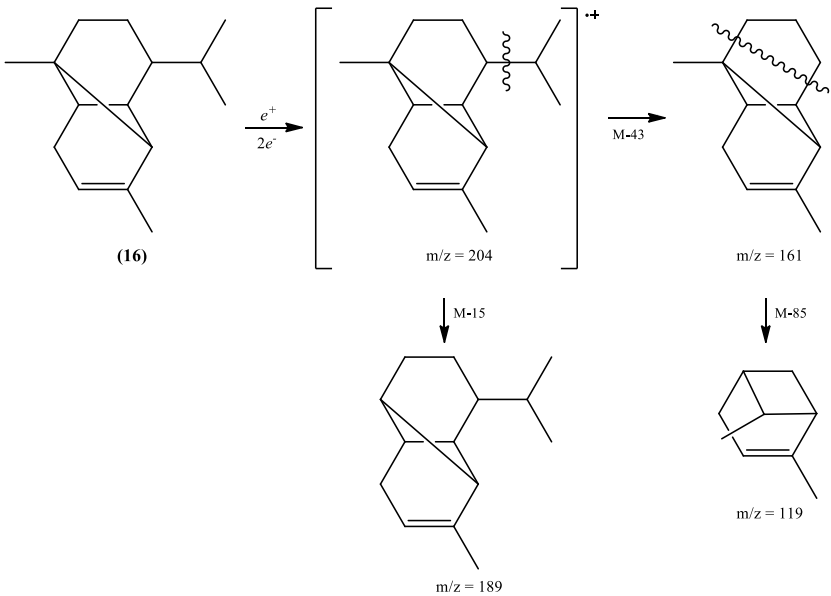


Gambar 4. 43 Prediksi pola fragmentasi senyawa 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S-(1a, 2a, 3a β , 4a, 5a, 7a β , 8S*)]-isoledena (**15**)

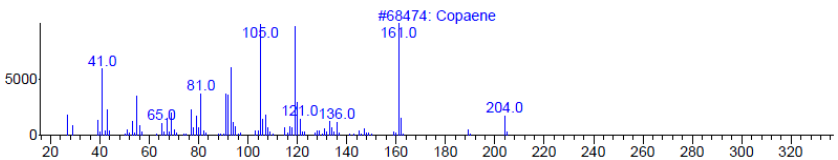
Senyawa pada waktu retensi 16,845 menit dengan persen area relatif sebesar 0,59 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.44. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 204. Lepasnya gugus metil (CH_3) $^+$ memberikan puncak pada m/z 189. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7) $^+$ dari ion molekuler memberikan puncak dasar pada m/z 161. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.45) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk α -copaena (**16**) (Gambar 4.46), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 16,845 menit adalah α -copaena (**16**).



Gambar 4.44 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 16,845 menit

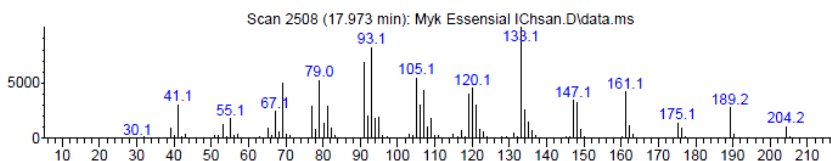


Gambar 4.45 Prediksi pola fragmentasi senyawa *a*-copaena (16)

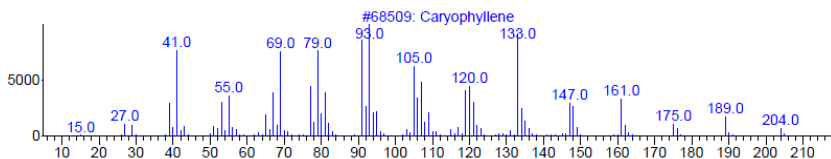


Gambar 4.46 Spektrum massa senyawa *a*-copaena (16) berdasarkan database NIST 14.LIB

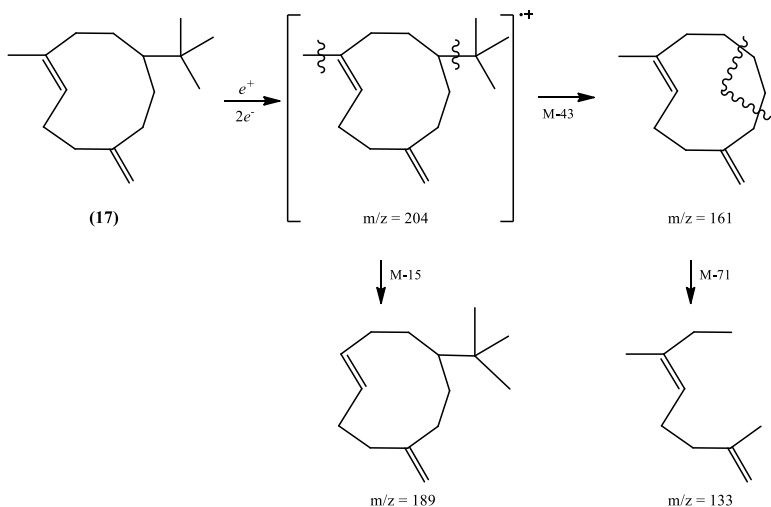
Senyawa pada waktu retensi 17,970 menit dengan persen area relatif sebesar 2,29 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.47. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 204. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 189. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)[•] dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 161 dengan pelepasan lebih lanjut pada ($M-71$) dan memberikan puncak dasar pada m/z 133. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.49) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk kariofilena (**17**) (Gambar 4.48), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 17,970 menit adalah kariofilena (**17**).



Gambar 4.47 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 17,970 menit

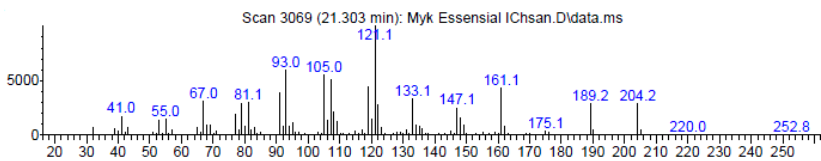


Gambar 4.48 Spektrum massa senyawa kariofilena (**17**) berdasarkan database NIST 14.LIB

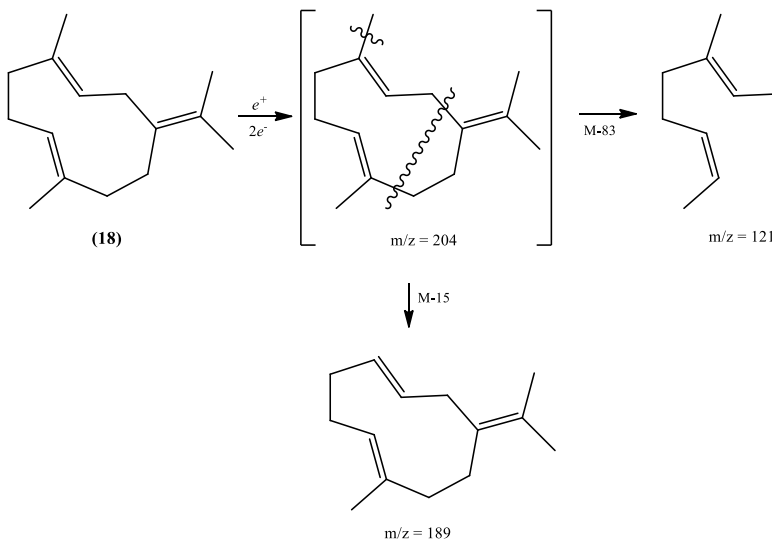


Gambar 4. 49 Predisi pola fragmentasi senyawa kariofilena (17)

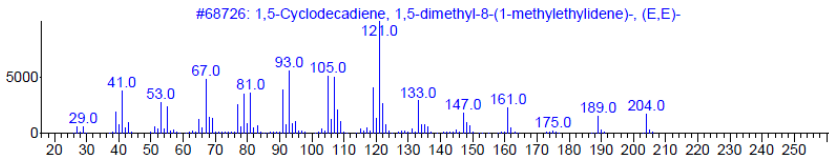
Senyawa pada waktu retensi 21,300 menit dengan persen area sebesar 0,39 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada gambar 4.50. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 204. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 189. Selanjutnya, pelepasan gugus propil (C_3H_7)[•] dari ion molekuler memberikan puncak pada m/z 161 dengan pelepasan lebih lanjut pada ($M-83$) dan memberikan puncak dasar pada m/z 121. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.51) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk 1,5-dimetil-8-(1-metiletiliden)-(E,E)-1,5-siklodekadiena (18) (Gambar 4.52), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 21,300 menit adalah 1,5- dimetil- 8- (1- metiletiliden)- (E, E)- 1,5-siklodekadiena (18).



Gambar 4.50 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 21,300 menit

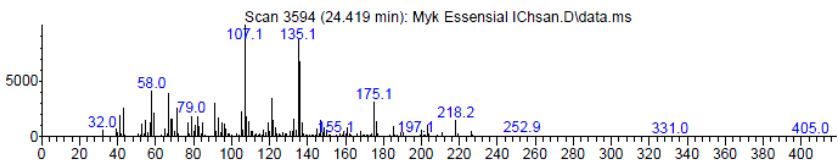


Gambar 4.51 Prediksi pola fragmentasi senyawa 1,5-dimetil-8-(1-metiletiliden)-(E,E)-1,5-siklodekadiena (18)

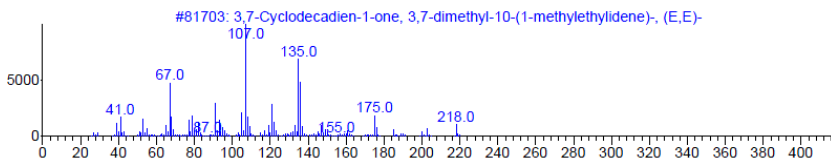


Gambar 4.52 Spektrum massa senyawa 1,5- dimetil-8-(1- metiletiliden)- (E, E)- 1,5-siklodekadiena (**18**) berdasarkan database NIST 14.LIB

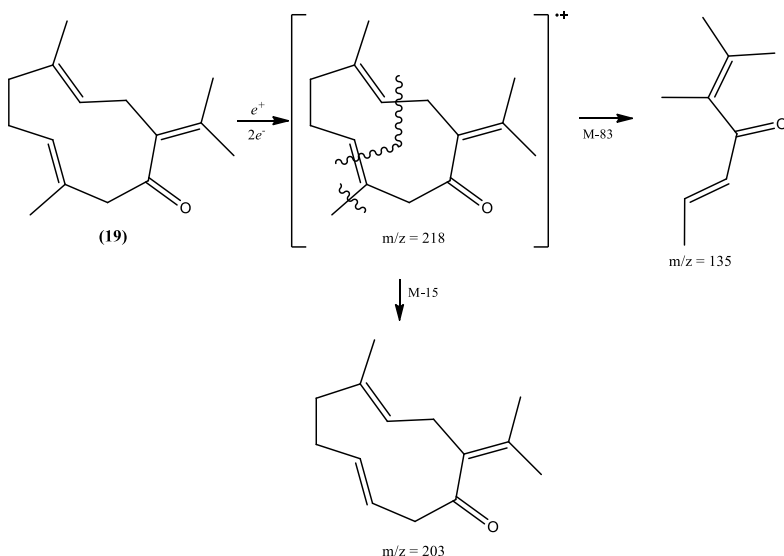
Senyawa pada waktu retensi 24,417 menit dengan persen area sebesar 0,42 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada gambar 4.53. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 218. Lepasnya gugus metil (CH_3) memberikan puncak pada m/z 203. Selanjutnya, pelepasan pada gugus (M-83) memberikan puncak dasar pada m/z 135. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.55) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on (**19**) (Gambar 4.54), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 24,417 menit adalah 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on (**19**).



Gambar 4.53 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 24,417 menit



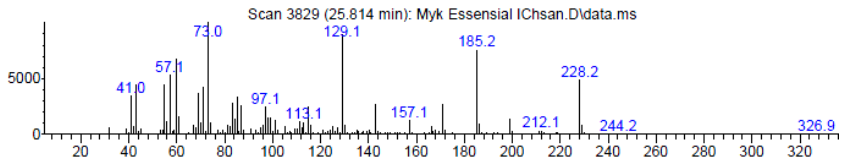
Gambar 4.54 Spektrum massa senyawa 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on (**19**) berdasarkan database NIST 14.LIB



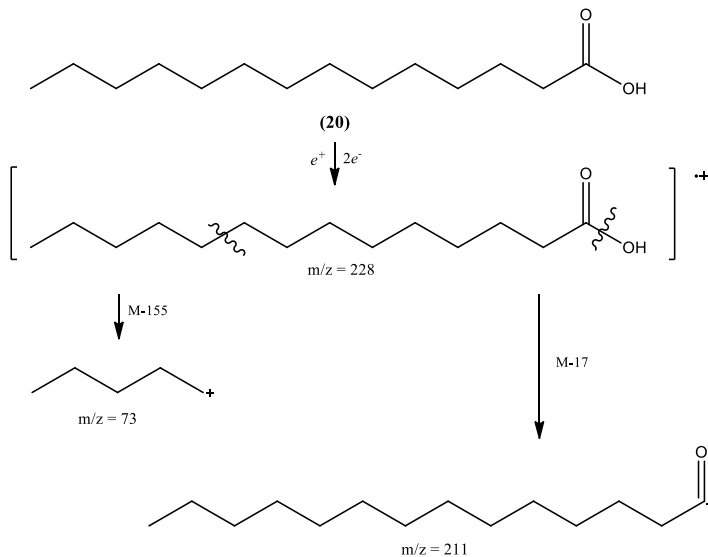
Gambar 4.55 Prediksi pola fragmentasi senyawa 3,7-dimetil-10-(1-metiletiliden)-, (E,E)-3,7-siklodekadien-1-on (**19**)

Senyawa pada waktu retensi 25,815 menit dengan persen area relatif sebesar 0,83 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.56. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{++}) pada m/z 228. Lepasnya gugus hidroksil (OH)⁻ memberikan puncak pada m/z 211. Selanjutnya, pelepasan pada gugus (M-155) memberikan puncak dasar pada m/z 73. Berdasarkan

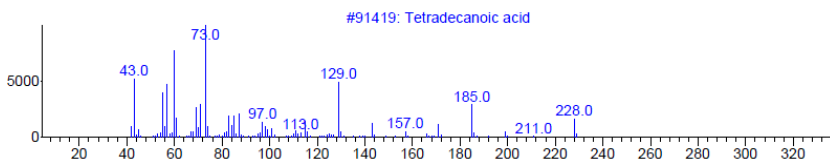
analisis pola fragmentasi (Gambar 4.57) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk asam tetradekanoat (**20**) (Gambar 4.58), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 25,815 menit adalah asam tetradekanoat (**20**).



Gambar 4.56 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 25,814 menit

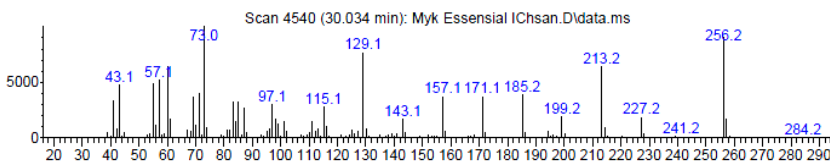


Gambar 4. 57 Prediksi pola fragmentasi senyawa asam tetradekanoat (**20**)

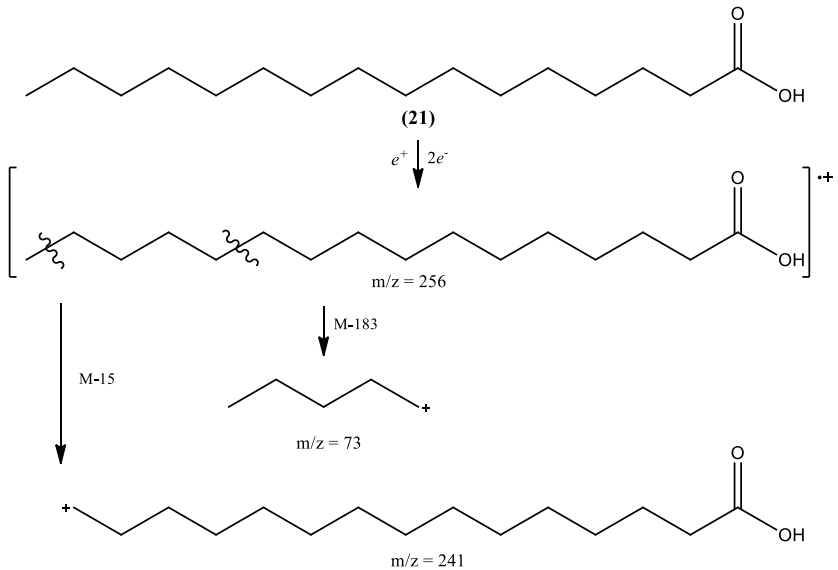


Gambar 4.58 Spektrum massa senyawa asam tetradekanoat (**20**) berdasarkan database NIST 14.LIB

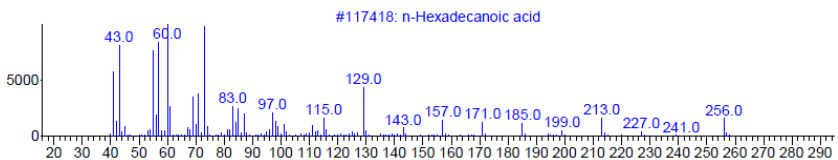
Senyawa pada waktu retensi 30,035 menit dengan persen area relatif sebesar 8,58 % dan memiliki fragmetogram seperti terlihat pada Gambar 4.59. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 256. Lepasnya gugus metil (CH_3)[•] memberikan puncak pada m/z 241. Selanjutnya, pelepasan pada gugus ($M-183$) memberikan puncak dasar pada m/z 73. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.60) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk asam *n*-heksadekanoat (**21**) (Gambar 4.61), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 30,035 menit adalah asam *n*-heksadekanoat (**21**).



Gambar 4.59 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 30,035 menit



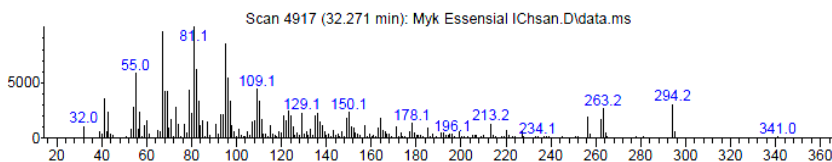
Gambar 4.60 Prediksi pola fragmentasi senyawa asam *n*-heksadekanoat (21)



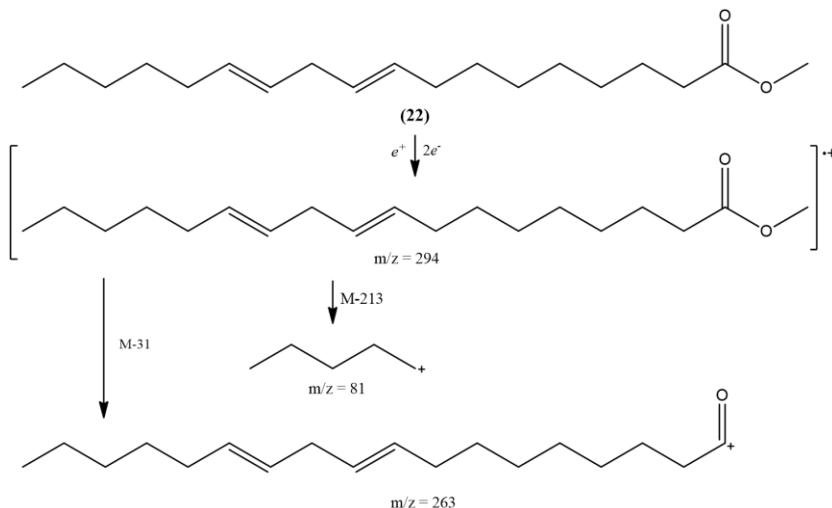
Gambar 4.61 Spektrum massa senyawa asam *n*-heksadekanoat (21) berdasarkan database NIST 14.LIB

Senyawa pada waktu retensi 32,271 menit dengan persen area sebesar 0,20 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada Gambar 4.62. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 294. Lepasnya gugus ester ($O-CH_3$)^{*} memberikan puncak pada m/z 261. Selanjutnya, pelepasan pada gugus

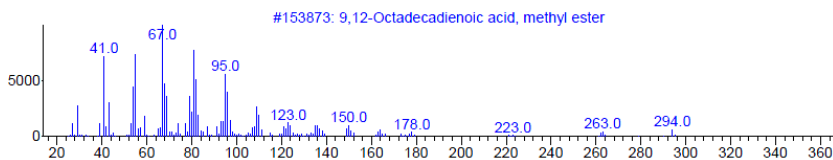
(M-212) memberikan puncak dasar pada m/z 81. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.63) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk asam 9,12-Oktadekadienoat metil ester (**22**) (Gambar 4.64), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 32,271 menit adalah asam 9,12-Oktadekadienoat metil ester (**22**).



Gambar 4.62 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 32,271 menit

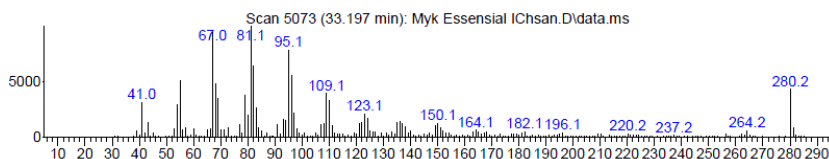


Gambar 4. 63 Prediksi pola fragmentasi senyawa asam 9,12-Oktadekadienoat metil ester (**22**)

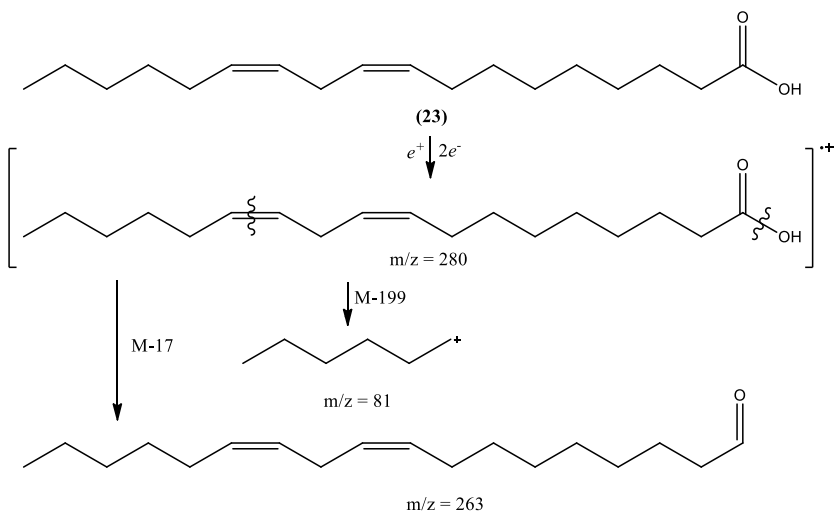


Gambar 4.64 Spektrum massa senyawa asam 9,12-Oktadekadienoat metil ester (**22**) berdasarkan database NIST 14.LIB

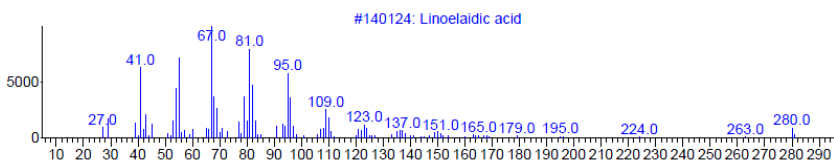
Senyawa pada waktu retensi 33,199 menit dengan persen area sebesar 7,39 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada gambar 4.65. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^{+}) pada m/z 280. Lepasnya gugus hidroksil (OH)⁻ memberikan puncak pada m/z 263. Selanjutnya, pelepasan pada gugus ($M-199$) memberikan puncak dasar pada m/z 81. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.66) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database NIST 14.LIB untuk asam linoleat (**23**) (Gambar 4.67), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 33,199 menit adalah asam linoleat (**23**).



Gambar 4.65 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 33,199 menit



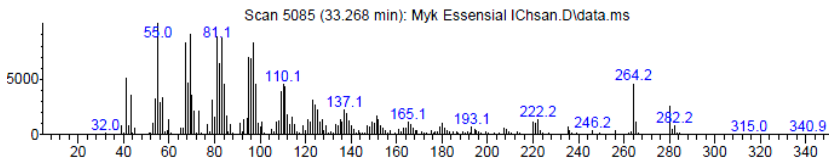
Gambar 4. 66 Prediksi pola fragmentasi senyawa asam linoleat (23)



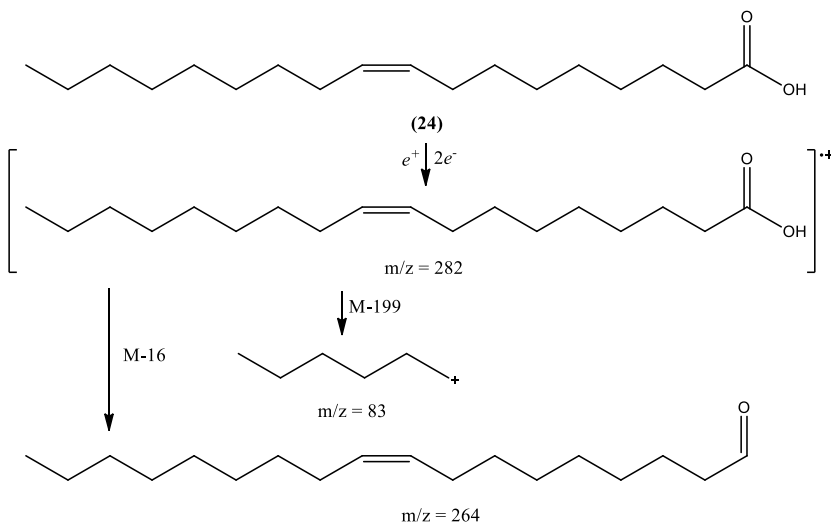
Gambar 4.67 Spektrum senyawa asam linoleat (23) berdasarkan database NIST 14.LIB

Senyawa pada waktu retensi 33,270 menit dengan persen area relatif sebesar 4,04 % memiliki spektrum massa seperti terlihat pada gambar 4.49. Spektrum massa senyawa pada puncak ini menunjukkan puncak ion molekul (M^+) pada m/z 282. Lepasnya gugus hidroksil (O) memberikan puncak pada m/z 264. Selanjutnya, pelepasan pada gugus (M-199) memberikan puncak dasar pada m/z 83. Berdasarkan analisis pola fragmentasi (Gambar 4.66) yang diusulkan tersebut dan pencocokan dengan pola fragmentasi yang diperoleh dari database

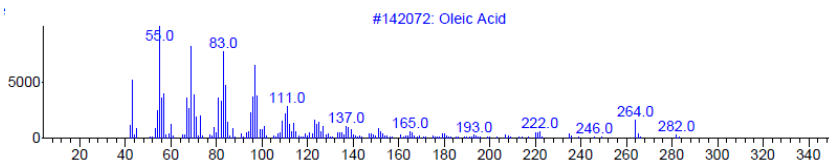
NIST 14.LIB untuk asam oleat (**24**) (Gambar 4.69), dapat diusulkan bahwa puncak kromatogram pada waktu retensi 33,270 menit adalah asam oleat (**24**).



Gambar 4.68 Spektrum massa senyawa pada waktu retensi 33,270 menit



Gambar 4. 69 Prediksi pola fragmentasi senyawa asam oleat (**24**)



Gambar 4.70 Spektrum massa senyawa asam oleat **(24)** berdasarkan database NIST 14.LIB

Berdasarkan analisa pola fragmentasi dari masing-masing senyawa dalam kromatogram yang didapatkan, kandungan senyawa dari minyak atsiri *N. sativa* dapat dilihat pada Tabel 4.1. Senyawa yang didapatkan berdasarkan hasil dari identifikasi GC-MS didominasi oleh golongan senyawa terpenoid, sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilaporkan oleh Hadi M. Y. dkk. pada tahun 2003, yang menemukan setidaknya ada ~46 %. Sedangkan penelitian lain ditemukan jumlah terpenoid sekitar 26,9 % (Nickavar, 2003).

Senyawa golongan terpenoid yang dominan pada penelitian ini adalah *p*-simena **(2)** yang juga termasuk golongan monoterpen hidrokarbon (Nickavar, 2003) dengan waktu retensi 7,392 menit. Hal ini berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Nickavar dkk. pada tahun 2003 yang menemukan senyawa dominan dari *N. sativa* adalah β -pinene **(5)**. Sedangkan Gerige dkk. pada tahun 2009 mendapatkan senyawa golongan fenil propanoid yang dominan. Perbedaan jenis senyawa dominan yang didapatkan dapat disebabkan karena adanya perbedaan geografis dari sampel yang digunakan, proses pengolahan sebelum sampel dihidrodestilasi, metode perolehan minyak atsiri yang digunakan dan pelarut yang digunakan untuk proses hidrodestilasi. Senyawa monoterpen lain yang ditemukan diantaranya β -pinene **(5)**, carena **(6)**, γ -terpinena **(7)**, linalool **(8)**, Borneol **(9)**.

Golongan senyawa lain yang ditemukan yaitu sesquiterpen, fenolat, dan asam lemak. Senyawa pada golongan fenolat terdapat senyawa estragol **(10)**, 2-metil-3-fenil-propanal **(11)**, anethol **(12)**, safrol **(13)**. Pada golongan sesquiterpen adalah 1-(1,5-dimetil-4-

heksenil)-4-metil-benzena (**4**); α -copaena (**16**); longifolena (**3**); kariofilena (**17**); 2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R, 8R)-trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (**14**); 1,2,4- meteno-1H-indena, oktahidro-1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1 α , 2 α , 3 β , 4 α , 5 α , 7 $\alpha\beta$, 8S*)]-isoleдена (**15**). Sedangkan, pada golongan asam lemak terdapat senyawa asam tetradekanoat (**20**), asam *n*-heksadekanoat (**21**), metil ester 9,12-oktadekanoat (**22**), asam linoleat (**23**), dan asam oleat (**24**).

Tabel 4 1 Hasil karakterisasi minyak atsiri *N. sativa*

No.	Senyawa	Waktu retensi (menit)	% area (%)	Fragmentasi ion pada MS
1	β -pinene (5)	6,168	0,35	41, 53, 69, 79, 93, 107, 121, 136
2	Carena (6)	7,148	0,79	41, 65, 77, 93, 105, 121, 136
3	<i>p</i> -simena (2)	7,392	8,97	51, 65, 77, 91, 103, 119, 134
4	γ -terpinena (7)	8,256	2,22	32, 43, 53, 65, 77, 93, 105, 121, 136
5	Linalool (8)	9,368	2,87	55, 71, 80, 93, 107, 121, 136, 154
6	Bornanona (9)	10,561	0,26	41, 69, 81, 95, 108, 137, 152

7	Estragol (10)	12,055	0,69	32, 55, 65, 77, 91, 105, 121, 133, 148
8	2-metil-3-fenil propanal (11)	13,187	1,66	51, 65, 77, 91, 105, 119, 133, 148
9	Anethol (12)	14,441	2,23	32, 55, 65, 77, 91, 105, 117, 133, 148
10	Safrol (13)	14,509	0,93	51, 77, 91, 104, 121, 131, 148, 162
11	2,6,6,9-tetrametil-, (1R,2S,7R,8R)- trisiklo[5.4.0.0(2,8)]undek-9-ena (14)	16,199	3,99	55, 79, 93, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 204
12	1,2,4- meteno-1H-indena, oktahydro- 1,7a-dimetil -5-(1-metiletil)- [1S- (1 <i>a</i> , 2 <i>a</i> , 3 <i>a</i> β , 4 <i>a</i> , 5 <i>a</i> , 7 <i>a</i> β , 8S*)]-isoleđena (15)	16,714	0,39	41, 55, 69, 79, 91, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204
13	α -copaena (16)	16,845	0,59	41, 55, 69, 83, 93, 108, 119, 133, 161, 175, 189, 204

14	Longifolena (3)	17,670	8,94	41, 55, 67, 79, 91, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204
15	Kariofilena (17)	17,970	2,29	41, 55, 67, 79, 93, 105, 120, 133, 147, 161, 175, 189, 204
16	1-(1,5-dimetil-4-heksenil)-4-metil- benzene (4)	19,533	5,83	41, 55, 67, 79, 91, 105, 119, 132, 145, 159, 187, 202
17	1,5-dimetil-8-(1-metiletilidene)-, (E,E)- 1,5-siklodekadiena (18)	21,300	0,39	41, 55, 67, 82, 93, 105, 121, 133, 147, 161, 175, 189,204
18	3,7-dimetil-10-(1-metiletilidene)-, (E,E)- 3,7-siklodekadien-1-ona (19)	24,417	0,42	43, 57, 71, 85, 107, 121, 135, 175, 218, 240

19	Asam tetradekanoat (20)	25,815	0,83	43,60, 73, 85, 115, 129, 143, 157, 171, 185, 199, 212, 228
20	Asam <i>n</i> -heksadekanoat (21)	30,035	8,58	43, 60, 73, 83, 115, 129, 143, 157, 185, 199, 213, 227, 256
21	Metil ester 9,12-oktadekanoat (22)	32,271	0,20	41, 55, 73, 81, 95, 150, 182, 213, 256, 280
22	Asam linoleat (23)	33,199	7,39	41, 55, 73, 81, 95, 110, 123, 137, 165, 195, 224, 263,280
23	Asam oleat (23)	33,270	4,04	41, 55, 73, 81, 95, 110, 123, 137, 165, 193, 222, 264,280

halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN

Minyak atsiri telah berhasil diperoleh dari biji *N. sativa* lokal Indonesia. Minyak atsiri biji *N. sativa* diperoleh dengan rendemen sebanyak 0,13% (b/b) menggunakan metode hidrodistilasi tipe clevenger. Profil dan kandungan senyawa-senyawa dalam minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia telah dipelajari berdasarkan kromatogram hasil analisis menggunakan kromatografi gas-spektroskopi massa (*Gas Chromatography - Mass Spectrometry*, GC-MS). Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa senyawa yang muncul waktu retensi 7,392 menit dengan luas area relatif sebesar 8,97% adalah *p*-simena yang merupakan senyawa utama dalam minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia. Selain itu, diketahui terdapat 22 senyawa lainnya yang ditemukan terkandung dalam minyak atsiri biji *N. sativa* lokal Indonesia. Senyawa-senyawa tersebut berupa senyawa golongan monoterpenoid, sesquiterpena, fenil propanoid, dan asam lemak.

halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Abdi, K., Abbas Shafiee, Mohsen Amini, Mahmood Ghazi Khansari, dan Omid Sabzevari, (2004). *Detection of Morphine in Opioid Abusers Hair by GC/MS*, DARU Journal, 12(2). 71-75.
- Agbaria, R., Gabarin, A., Dahan, A., Ben-Shabat, S., (2015). *Anticancer Activity of Nigella sativa (Black Seed) and Its Relationship with the Thermal Processing and Quinone Composition of the Seed*. Drug Design, Development and Therapy, 9, 3119-3124.
- Agusta, A., (2000). *Minyak esensial Tumbuhan Tropika Indonesia*, Bandung: Penerbit ITB, 29–35.
- Ahmad, A., Husain, A., Mujeeb, M., Khan, S.A., Najmi, A.K., Siddique, N.A., Damanhour, Z.A., Anwar, F., (2013). *A review on therapeutic potential of Nigella sativa: a miracle herb*. Asian Pac. J. Trop. Biomed., 3, 337–352.
- Ali, B.H., Blunden, G., (2003). *Pharmacological and toxicological properties of Nigella sativa*. Phytother. Res. 17, 299–305.
- Al-Jauziyah, I.Q., (2008). *Praktek Kedokteran Nabi*. Yogyakarta: Hikam Pustaka.
- Antimicrobial Activity of its Volatile oil*. Brazilian Archives of Biology and Technology. Vol. 52 (5), 1189-1192.
- Bourgou, S., Pichette, A., Lavoie, S., Marzouk, B., Legault, J., (2012). *Terpenoids isolated from Tunisian Nigella sativa L. essential oil with antioxidant activity and the ability to inhibit nitric oxide production*. Flavour Frag. J. 27, 69–74.
- Burits, M., & Bucar, F., (2000). *Antioxidant activity of Nigella sativa essential oil*. Phytotherapy Research, 14(5), 323–328.

- Edris, A.E., (2011). *The chemical composition and the content of volatile oil: potential factors that can contribute to the oxidative stability of Nigella sativa L. crude oil*. J. Diet. Suppl. 8, 34–42.
- El-Dakhkhny, M., (1963). *Studies on the chemical constitution of Egyptian Nigella sativa L. seeds II the essential oil*. Planta Medica, 11, 465–470.
- Elfadil, H., Fahal, A., Kloezen, W., Ahmed, E.M., van de Sande, W., (2015) *The in vitro antifungal activity of sudanese medicinal plants against Madurella mycetomatis, the mycetoma major causative agent*. PLoS Negl. Trop. Dis., 9 (3).
- Eschborn, M.I., (1997). *Pruefung von Schwarzkuemmeloel*. Pharm. Ztg. 142, 46–48.
- Farag, M. A., EL-Ahmady, S., Alian, F., & Wessjohann, L. A. (2013). *Metabolomics driven analysis of artichoke leaf and its commercial products via UHPLC-q-TOFMS*. Phytochemistry, 95, 177–187.
- Fowles, Ian A., (1998). *Gas Chromatography Analytical Chemistry by Open Learning*. John Wiley & Sons Ltd : Chichester.
- Gerige, S. J., Gerige, M. K. Y., Rao M. dan Ramanjaneyulu, (2009). *GC-MS Analysis of Nigella sativa Seeds and Pseudomonas 42A2*. Chemistry and Physics of Lipids, 163(4–5), 341–346.
- Ghorbanibirgani, A., Khalili, A., Rokhafrooz, D. (2014). *Comparing Nigella sativa oil and fish oil in treatment of vitiligo, Iran*. Red Crescent Med. J., 16 (6) , p. e4515
- Guenther E., (2006), Minyak esensial, Jilid 1. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Hadi, M.Y., Mohammed G.J., dan Hameed I.H., (2015). *Analysis of bioactive chemical compounds of Nigella sativa using gas chromatography - mass spectrometry*. Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy. 8(2), 8-24.
- Hajhashemi, V., Ghannadi, A., Jafarabadi, H., (2004). *Black cumin seed essential oil, as a potent analgesic and anti-inflammatory drug*. Phytother. Res. 18, 195–199.
- Hutapea, J.R. (1994). Inventaris Tanaman Obat Indonesia III, Jakarta: Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan,

- Islam, M.T. (2016). *Biological activities and therapeutic promises of Nigella sativa*, L, Int. J. Pharm. Sci. Res. 2, 237–252.
- Kementerian perdagangan Republik Indonesia (2014). *Obat herbal Tradisional*. Trade with remarkable Indonesia: Warta Ekspor.
- Kundu, J.K., Liu, L., Shin, J.W., dan Surh, Y.J. (2013). *Thymoquinone inhibits phorbol ester-induced activation of NF- κ B and expression of COX-2, and induces expression of cytoprotective enzymes in mouse skin in vivo*. Biochem. Biophys. Res. Commun., 438 (4), 721-727
- Lautenbacher, L.M., (1997). *Schwarzkuemmeloel*. Dtsch. Apoth. Ztg 137, 68–69.
- Lesmana, H., Alfianur, Utami, P.A., Retnowati, Y., & Darni (2018). *Pengobatan tradisional pada masyarakat tidung kota tarakan: Study Kualitatif kearifan lokal bidang kesehatan*. MEDISAINS: Jurnal Ilmiah Ilmu-ilmu Kesehatan, 16(1).
- Martin-Arjol, I., Bassas-Galia, M., Bermudo, E., Garcia, F., & Manresa, A. (2010). *Identification of oxylipins with antifungal activity by LC–MS/MS from the supernatant of*
- Munson, J.W., (1991). *Analisis Farmasi Metode Modern*. diterjemahkan oleh Harjana dan Parwa A. Airlangga University Press, Surabaya, hal 2–43.
- Newman, D.J., Cragg, G.M. (2012). Natural products as sources of new drugs over the 30 years from 1981 to 2010. J Nat Prod, 75, 311-335.
- Nickavar, B., Mojab, F., Javidnia, K., dan Amoli, M.A.R., (2003). *Chemical Composition of the Fixed and Volatile Oils of Nigella sativa L. from Iran*. Z. Naturforsch. 58c, 629-631.
- Rafati, S., Niakan, M., dan Naseri, M., (2014). *Anti-microbial effect of Nigella sativa seed extract against staphylococcal skin infection*. Med. J. Islam. Repub. Iran., 8 (28), 42.
- Ramadan, M.F., (2007). *Nutritional value, functional properties and nutraceutical applications of black cumin (Nigella sativa L.) oilseeds: an overview*. Int. J. Food Sci. Technol. 42, 1208–1218.

- Ramadan, M.F., (2013). *Healthy blends of high linoleic sunflower oil with selected cold pressed oils: functionality, stability and antioxidative characteristics*. Ind. Crops Prod. 43, 65–72.
- Salem, M. L., & Hossain, M. S. (2000). *Protective effect of black seed oil from Nigella sativa against murine cytomegalovirus infection*. International Journal of Immunopharmacology, 22(9), 729–740.
- Silberberg MS. (2006). *Chemistry The Molecular Nature of Matter and Change Ed ke-4*. New York: McGraw-Hill.
- Singh, G., Marimuthu, P., Heluani, C.S., Catalan, C., (2005). *Chemical constituents and antimicrobial and antioxidant potentials of essential oil and acetone extract of Nigella sativa seeds*. J. Sci. Food Agric. 85, 2297–2306.
- Singh, R.K., Jhunjhunwalla, K.N., (2014). *Chemical composition of volatile oil of nigella sativa seeds*. World journal of pharmacy and pharmaceutical sciences, 3(10), 1588-1594.
- Suslick Kenneth S. (1994). *The Chemistry of Ultrasound*. Encyclopedia Britannica, pp 138-155.
- Syukri S. (1999). *Kimia Dasar Jilid 1*. Bandung: Penerbit ITB.
- Venkatachallam, S.K.T., Pattekhani, H., Divakar, S., Kadimi, U.S., (2010). *Chemical composition of Nigella sativa L. seed extracts obtained by supercritical carbon dioxide*. J. Food Sci. Technol. 47, 598–605.
- Viuda-Martos, M., Mohamady, M.A., Fernández-López, J., Abd ElRazik, K.A., Omer, E.A., Pérez-Alvarez, J.A., Sendra, E., (2011). *In vitro antioxidant and antibacterial activities of essential oils obtained from Egyptian aromatic plants*. Food Control. 22, 1715–1722.
- Wajs, A., Bonikowski, R., Kalemba, D., (2008). *Composition of essential oil from seeds of Nigella sativa L. cultivated in Poland*. Flavour Frag. J. 23, 126–132.
- Woo, C.C., Loo, S.Y., Gee, V., Yap, C.W., Sethi, G., Kumar, A.P., dan Benny Tan, K.H., (2011). *Anticancer activity of thymoquinone in breast cancer cells: Possible involvement of PPAR- γ pathway*. Biochemical Pharmacology, 82(5), 464–475.

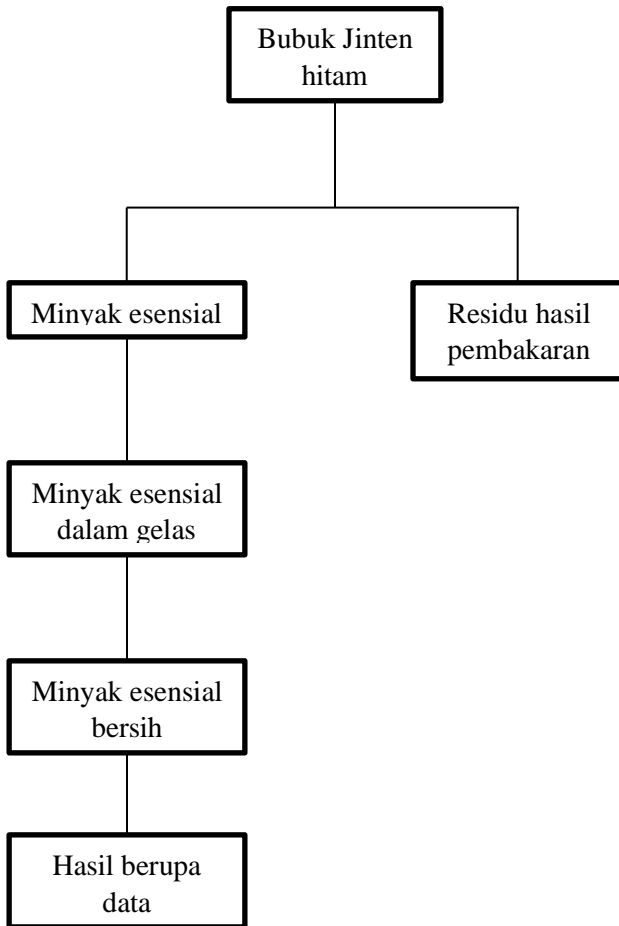
Yulianti, S., dan Junaedi, E., (2006). Sembuhkan Penyakit dengan Habbatussauda (jinten hitam), Jakarta:Agromedia.

halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN

Lampiran 1

Prosedur penelitian



Lampiran 2

Perhitungan Rendemen Minyak esensial yang didapatkan:

Data yang didapat :

Berat vial kosong	: 72,4233 g
Berat vial berisi minyak	: 73,7809 g
Berat sampel	: 1000 g

Pengolahan data :

$$\begin{aligned}
 \% \text{ yield} &= \frac{\text{Rendemen yang didapatkan}}{\text{Berat sampel awal}} \times 100\% \\
 &= \frac{73,7809 \text{ g} - 72,4233 \text{ g}}{1000 \text{ g}} \times 100\% \\
 &= \frac{1,3576 \%}{10} \\
 &= 0,13576 \% \approx 0,14 \%
 \end{aligned}$$

Jadi total rendemen dari minyak esensial jinten hitam adalah 1,3576 gram dengan % yield sebesar 0,13567 % \approx 0,14 %

Lampiran 3

Kromatogram GC-MS dari minyak esensial jinten hitam

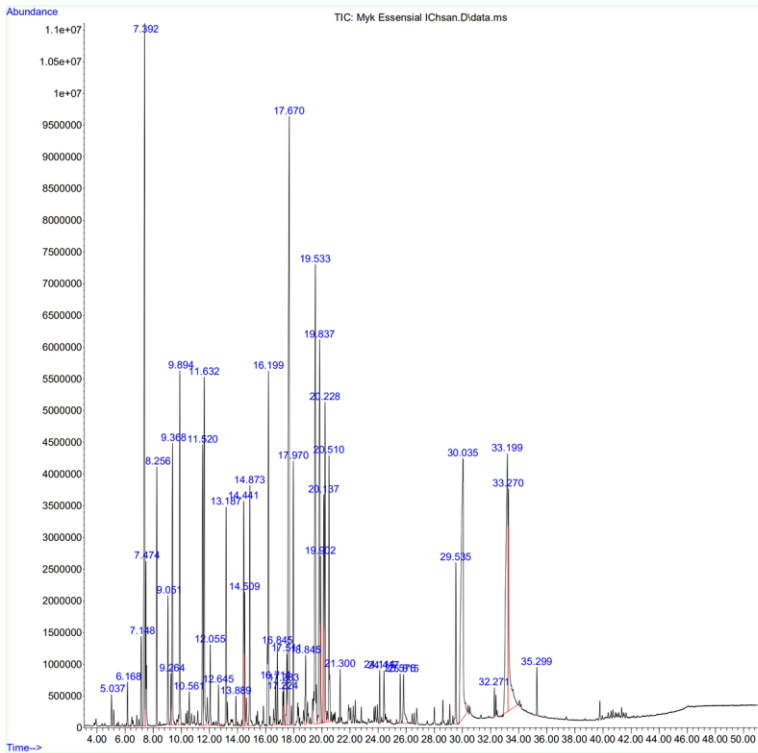
Library Search Report

Data Path : D:\MassHunter\GCMS\1\data\Roch\Desember\
 Data File : Myk Essensial IChsan.D
 Acq On : 13 Dec 2019 11:32
 Operator : RAP
 Sample : Myk Essensial
 Misc :
 ALS Vial : 53 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: D:\MassHunter\Library\NIST14.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e



Lampiran 4

Persen area dari tiap puncak yang teridentifikasi

Area Percent Report

Data Path : D:\MassHunter\GCMS\1\data\Roch\Desember\
 Data File : Myk Essensial IChsan.D
 Acq On : 13 Dec 2019 11:32
 Operator : RAP
 Sample : Myk Essensial
 Misc :
 ALS Vial : 53 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e
 Integrator: ChemStation

Method : D:\MassHunter\GCMS\1\methods\Roch\A_SAF2.M
 Title : Roch

Signal : TIC: Myk Essensial IChsan.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	5.037	305	328	343	BV	488426	12238657	2.54%	0.228%
2	6.168	510	519	545	VV	690437	18722864	3.89%	0.349%
3	7.148	672	684	700	VV	1402583	42192850	8.76%	0.786%
4	7.392	700	725	733	PV	10575816	481524647	100.00%	8.975%
5	7.474	733	739	780	VB 3	2574269	83932293	17.43%	1.564%
6	8.256	855	871	897	BV	4077898	119150066	24.74%	2.221%
7	9.051	991	1005	1025	BV 4	2019651	59963205	12.45%	1.118%
8	9.264	1025	1041	1046	PV 2	2802573	21167226	4.40%	0.395%
9	9.368	1046	1058	1102	VB	4529873	153724241	31.92%	2.865%
10	9.894	1125	1147	1174	VV 2	5642328	179018242	37.18%	3.337%
11	10.561	1247	1259	1271	VV	521710	14055490	2.92%	0.262%
12	11.520	1378	1421	1428	PV	4398040	152490339	31.67%	2.842%
13	11.632	1428	1440	1462	VV	5490402	203060692	42.17%	3.785%
14	12.055	1489	1511	1534	VV 2	1258467	37229028	7.73%	0.694%
15	12.645	1595	1610	1641	PV	637639	18341068	3.81%	0.342%
16	13.187	1641	1702	1712	PV	3350393	89127955	18.51%	1.661%
17	13.889	1808	1820	1830	BV	467530	11436849	2.38%	0.213%
18	14.441	1896	1913	1920	VV 3	3552018	119470173	24.81%	2.227%
19	14.509	1920	1924	1934	VV	2103392	50071018	10.40%	0.933%
20	14.873	1965	1986	2028	VB	3800276	115489113	23.98%	2.152%
21	16.199	2186	2209	2221	BV 3	5650892	214292668	44.50%	3.994%
22	16.714	2287	2296	2307	VV 4	686263	20700041	4.30%	0.386%
23	16.845	2307	2318	2328	VV	1236116	31533603	6.55%	0.588%
24	17.224	2372	2382	2386	BV	524830	14055743	2.92%	0.262%
25	17.283	2386	2392	2408	VV 2	659074	19700112	4.09%	0.367%
26	17.511	2408	2430	2437	VV 4	1120013	44993762	9.34%	0.839%
27	17.670	2437	2457	2472	VV	9286621	479622283	99.60%	8.939%
28	17.970	2494	2508	2528	VV	4174187	123110056	25.57%	2.295%
29	18.845	2640	2655	2666	VV 2	1092404	37618645	7.81%	0.701%
30	19.533	2747	2771	2794	VV	7077147	312607782	64.92%	5.826%
31	19.837	2794	2822	2829	VV	6009685	246894164	51.27%	4.602%
32	19.902	2829	2833	2852	VV 2	2641452	77556083	16.11%	1.445%
33	20.137	2852	2873	2880	PV 6	3598907	131701915	27.35%	2.455%
34	20.228	2880	2888	2906	VV 2	5132274	171954959	35.71%	3.205%
35	20.510	2923	2936	2958	VV	4190007	139914077	29.06%	2.608%
36	21.300	3058	3069	3078	PV	822270	20894569	4.34%	0.389%
37	24.114	3532	3543	3558	PV	830059	22666157	4.71%	0.422%
38	24.417	3584	3594	3606	BV 6	775893	24190729	5.02%	0.451%
39	25.576	3768	3789	3804	BV	778103	22813616	4.74%	0.425%
40	25.815	3804	3829	3888	VB 3	775007	44463867	9.23%	0.829%
41	29.535	4428	4456	4488	PV	2533488	77586768	16.11%	1.446%
42	30.035	4488	4540	4597	PV 4	4103684	460474208	95.63%	8.582%

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Muhammad Ichsan Machmudi, dilahirkan di kota Pasuruan pada tanggal 15 Juli 1997. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Amir Mahmud dan Nanik Isbandiyah, mempunyai seorang adik bernama M. Fachri Chusaini yang sedang menjalankan pendidikan di SMA N 2 Pasuruan. Penulis menempuh jalur pendidikan formal di SD N Sidogiri 1 pada tahun 2002-2008, SMPN 6 Pasuruan pada tahun 2008-2012, dan SMAN 1 Pasuruan pada tahun 2012-2015. Selanjutnya penulis diterima di Departemen Kimia FSAD-ITS melalui jalur SNMPTN pada tahun 2015 dengan Nomor Registrasi Pokok (NRP) 012115 40000 044. Penulis mengambil bidang Kimia Bahan Alam dibawah bimbingan Sri Fatmawati, S.Si., M.Si., Ph.D. Selama kegiatan perkuliahan penulis mengikuti beberapa organisasi, diantaranya HIMKA pada tahun 2016-2018, BEM ITS pada tahun 2016-2017, dan IKAHIMKI pada tahun 2015-2017. selain itu penulis juga berkontribusi pada pelaksanaan kegiatan PAMMITS pada tahun 2016-2017, Chemistry Week pada tahun 2015-2017, ITS EXPO 2017, dan lain-lain. Penulis pernah menjalani kerja praktek di (*Trans-Pasific Petrochemical Indonesia*) TPPI-Tuban di departemen laboratoriumnya. Penulis dapat dihubungi melalui email sebagai berikut: ichsanmachmudi@gmail.com