



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI ISOLASI DAN PENENTUAN STRUKTUR MOLEKUL
SENYAWA KIMIA DALAM FRAKSI NETRAL
DAUN JAMBU BIJI AUSTRALIA (*Psidium guajava* L.)**

SKRIPSI

**YULINAR ROCHMASARI
0706263580**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 KIMIA
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI ISOLASI DAN PENENTUAN STRUKTUR MOLEKUL
SENYAWA KIMIA DALAM FRAKSI NETRAL
DAUN JAMBU BIJI AUSTRALIA (*Psidium guajava* L.)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

**YULINAR ROCHMASARI
0706263580**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

i

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Yulinar Rochmasari

NPM : 0706263580

Tanda Tangan :

Tanggal : 4 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Yulinar Rochmasari
NPM : 0706263580
Program Studi : S1 Kimia
Judul Skripsi : Studi Isolasi dan Penentuan Struktur Molekul
Senyawa Kimia dalam Fraksi Netral Daun Jambu
Biji Australia (*Psidium guajava* L.)

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc (.....)

Pembimbing : Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana (.....)

Penguji : Dr. Emil Budianto (.....)

Penguji : Dra. Susilowati Hs, M.Sc (.....)

Penguji : Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 4 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena atas rahmat dan petunjuk-Nya akhirnya penulis dapat menyelesaikan penelitian serta penulisan skripsi ini tepat pada waktunya. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Penulis mengucapkan terima kasih secara khusus kepada Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc selaku Pembimbing I serta Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana selaku Pembimbing II dan Pembimbing Akademis atas keikhlasan dan kesabaran dalam memberikan ilmunya, meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis dalam pelaksanaan penelitian dan penulisan skripsi.

Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI, Ir. Widyastuti Samadi selaku Koordinator Pendidikan dan Dra. Tresye Utari selaku Koordinator Penelitian yang telah memberikan bantuan dalam penelitian serta kepada seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat.

Rasa terima kasih yang begitu dalam juga penulis sampaikan untuk :

1. Kedua orang tua, kakak serta adikku yang selalu ada dengan doa dan dukungan yang luar biasa.
2. Ayah Amarna Sahona Bakrie dan Ibu Henny Puspita atas doa dan dukungannya selama ini.
3. Mega, Ina, Eno, Vivi, Prita, Tyas, dan Nisa, terima kasih telah mengajarkan makna hadirnya sahabat, atas ilmu, kasih sayang, dan kebersamaan yang tak pernah terlupakan.
4. Teman-teman penelitian lantai 1, 3 dan 4, Iki, Jojo, Zetry, Sherly, Hani, Rafi, Evi, Dante, Fiam, Awe, Ikan, Rifan, ka Nadiroh, ka Nadia, ka Omi, ka Destya, ka Wit, ka Arif, ka Desi, Ibu Mur, mahasiswa esktnsi dan S2. Terima kasih telah menemani, membantu, dan memberikan dukungan.
5. Ka Yudha, ka Sopianita, ka Nining, dan ka Irwansyah atas bantuannya dalam penelitian dan penulisan skripsi.

6. Teman-teman angkatan 2007, terima kasih atas kebersamaan selama 4 tahun yang sangat berkesan.
7. Ratu Gegar Arash Balaq atas kritikan dan motivasi yang diberikan selama ini.
8. Bapak Ibu guru atas ilmu-ilmu yang sangat bermanfaat yang telah diberikan kepada penulis.
9. Para staf lab afiliasi yang telah membantu dalam hal instrumentasi.
10. Bu Endah dan Bu Eva (Puslabfor), serta Bu Yus (BBIA Bogor) atas bantuannya dalam hal Instrumentasi GC-MS.
11. Babeh Sutrisno, mba Ina, mba Cucu, mba Ema, mba Tri, mba Elva dan mba Ati atas doa, kesabaran dan kebaikannya selama ini.
12. Pak Amin dan Pak Kiri atas doa dan dukungannya.
13. Teman-teman angkatan 2008, 2009, dan 2010. Terima kasih atas dukungannya.
14. Dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan, yang telah membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu dengan segala kerendahan hati penulis membuka diri untuk kritikan dan saran yang membangun. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Depok, Juli 2011

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Yulinar Rochmasari
NPM : 0706263580
Program Studi : S1 Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

demikian demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

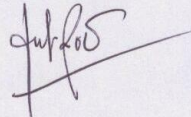
Studi Isolasi dan Penentuan Struktur Molekul Senyawa Kimia dalam Fraksi Netral Daun Jambu Biji Australia (*Psidium guajava* L.)

berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 4 Juli 2011

Yang menyatakan



(Yulinar Rochmasari)

ABSTRAK

Nama : Yulinar Rochmasari
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Isolasi dan Penentuan Struktur Molekul Senyawa Kimia dalam Fraksi Netral Daun Jambu Biji Australia (*Psidium guajava* L.)

Daun jambu biji (*Psidium guajava* L.) mengandung beberapa senyawa seperti minyak atsiri, senyawa tannin, terpenoid, flavonoid, resin, antosianin, dan alkaloid. Pada penelitian ini telah dilakukan isolasi dan identifikasi struktur molekul senyawa kimia dalam fraksi netral daun jambu biji Australia. Daun jambu biji yang telah kering dimaserasi dengan metanol. Ekstrak kasar metanol diekstraksi dan didapatkan 3 fraksi yaitu fraksi netral, fraksi asam, dan fraksi fenolik. Fraksi netral diuji bercak menggunakan KLT, dimurnikan menggunakan kromatografi kolom dengan teknik gradien elusi menggunakan eluen campuran etil asetat dan n-heksana. Senyawa hasil isolasi berupa cairan kental (minyak) diidentifikasi menggunakan FT-IR, GC-MS, dan ¹H NMR. Dari hasil identifikasi, senyawa yang diperoleh yaitu metil palmitat, metil linolenat, metil stearat dan squalene.

Kata Kunci : *Psidium guajava* L., ekstrak kasar metanol, fraksi netral, metil palmitat, metil stearat, metil linolenat, squalene
xiii + 68 halaman : 29 gambar; 8 tabel; 10 lampiran
Daftar Pustaka : 30 (1980-2010)

ABSTRACT

Name : Yulinar Rochmasari
Study Program : Chemistry
Title : Study Isolation and Determination Molecule Structure of
Chemical Compounds from Australian Guava Leaves
(*Psidium guajava* L.) of Neutral Fraction

Guava leaf (*Psidium guajava* L.) contain essential oil, tannin, terpenoid, flavonoid, resin, anthocyan, and alkaloid. This study has been carried out isolation and identification of chemical compounds of Australian guava leaves in the neutral fraction. Dried guava leaves macerated with methanol. Methanol crude extracts was extracted and obtained three fractions: neutral fraction, acid fraction, and phenolic fraction. Neutral fraction was tested by using TLC test, and then purified by column chromatography with gradient eluent of ethyl acetate and n-hexane. The isolated compounds form oil, then performed the identification with FTIR spectrophotometer, GC-MS, and ¹H-NMR. From the results of identification, the compounds was obtained are methyl palmitate, methyl stearate, methyl linolenate and squalene.

Keywords : *Psidium guajava* L., methanol crude extracts, neutral fraction, methyl palmitate, methyl stearate, methyl linolenate, squalene.

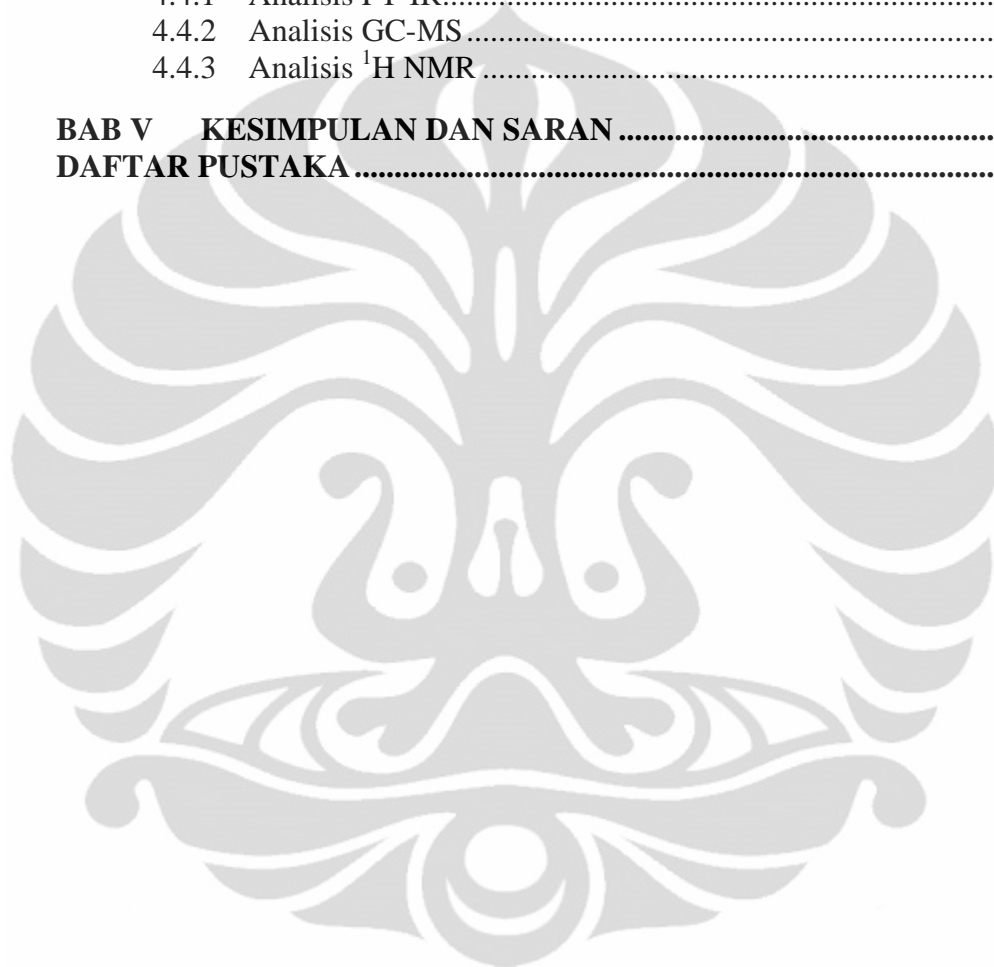
xiii + 68 pages : 29 figures; 8 tables; 10 appendix

Bibliography : 30 (1980-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.1 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Tanaman Jambu Biji (<i>Psidium guajava</i> L.)	3
2.1.1 Taksonomi	3
2.1.2 Morfologi.....	4
2.1.3 Tempat tumbuh.....	5
2.1.4 Jenis Jambu Biji.....	5
2.1.5 Manfaat.....	7
2.1.6 Kandungan Senyawa Kimia Daun Jambu Biji (<i>Psidium guajava</i> L.)	8
2.2 Isolasi Senyawa Kimia	10
2.2.1 Maserasi.....	10
2.2.2 Ekstraksi.....	10
2.3 Kromatografi Lapis Tipis.....	11
2.4 Kromatografi Kolom.....	12
2.5 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR).....	13
2.6 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (GC-MS).....	14
2.7 Spektroskopi Proton (¹ H) NMR.....	16
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Lokasi dan waktu penelitian.....	17
3.2 Bahan-bahan.....	17
3.2.1 Sampel tumbuhan.....	17
3.2.2 Bahan kimia	17
3.3 Peralatan.....	17
3.4 Cara Kerja	18
3.4.1 Persiapan Sampel	18
3.4.2 Pemisahan Senyawa Kimia Daun Jambu Biji Australia	18
3.4.2.1 Pemisahan Ekstrak Kasar Metanol	18
3.4.2.2 Pemisahan dengan Kromatografi Kolom.....	19

3.4.3 Analisis Spektroskopi	20
Bagan kerja isolasi senyawa kimia dalam daun jambu biji Australia.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Perlakuan Pendahuluan Sampel	23
4.2 Ekstraksi Ekstrak Kasar Metanol.....	24
4.3 Pemisahan Senyawa Kimia Fraksi Netral	26
4.4 Analisis Spektroskopi	29
4.4.1 Analisis FT-IR.....	29
4.4.2 Analisis GC-MS.....	31
4.4.3 Analisis ¹ H NMR	43
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	48
DAFTAR PUSTAKA	49



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Tumbuhan jambu biji Australia (<i>Psidium guajava</i> L.)	7
Gambar 2.2	Senyawa kimia dalam daun jambu biji (<i>Psidium guajava</i> L.)	8
Gambar 2.3	Kromatografi lapis tipis.....	12
Gambar 2.4	Rangkaian peralatan kromatografi kolom	12
Gambar 3.1	Bagan kerja isolasi senyawa kimia dalam daun jambu biji Australia	21
Gambar 4.1	Daun jambu biji Australia yang telah kering	23
Gambar 4.2	Hasil KLT ekstrak kasar metanol.....	24
Gambar 4.3	Hasil pemisahan ekstrak kasar metanol	24
Gambar 4.4	Hasil KLT ketiga fraksi dibandingkan dengan ekstrak kasar metanol	25
Gambar 4.5	Kromatografi kolom.....	27
Gambar 4.6	Hasil KLT pemisahan fraksi netral	28
Gambar 4.7	Fraksi 1	29
Gambar 4.8	Spektrum FT-IR fraksi 1	30
Gambar 4.9	Kromatogram GC fraksi 1	32
Gambar 4.10	Spektra MS fraksi 1 (Rt=12,57 menit) dan metil palmitat.....	33
Gambar 4.11	Struktur metil palmitat	34
Gambar 4.12	Mekanisme fragmentasi senyawa metil palmitat	35
Gambar 4.13	Spektra MS fraksi 1 (Rt=13,73 menit) dan metil linolenat.....	36
Gambar 4.14	Struktur metil linolenat.....	37
Gambar 4.15	Mekanisme fragmentasi senyawa metil linolenat	37
Gambar 4.16	Spektra MS fraksi 1 (Rt=13,85 menit) dan metil stearat	39
Gambar 4.17	Struktur metil stearat	39
Gambar 4.18	Mekanisme fragmentasi senyawa metil stearat.....	40
Gambar 4.19	Spektra MS fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dan squalene	41
Gambar 4.20	Struktur squalene.....	42
Gambar 4.21	Mekanisme fragmentasi squalene	42
Gambar 4.22	Spektrum ¹ H NMR fraksi 1	43
Gambar 4.23	Jalur biosintesis senyawa metil ester asam lemak.....	44
Gambar 4.24	Jalur biosintesis squalene	46

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Perolehan ekstrak kental ketiga fraksi dari ekstraksi ekstrak kasar metanol	24
Tabel 4.2 Nilai Rf ketiga fraksi	25
Tabel 4.3 Perbandingan fasa gerak kromatografi kolom fraksi netral	27
Tabel 4.4 Identifikasi gugus fungsi fraksi 1	30
Tabel 4.5 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=12,57 menit) dengan metil palmitat	33
Tabel 4.6 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=13,73 menit) dengan metil linolenat	36
Tabel 4.7 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=13,85 menit) dengan metil stearat	38
Tabel 4.8 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dengan squalene	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Hasil determinasi tanaman jambu biji Australia (<i>Psidium guajava</i> .)	52
Lampiran 2 Spektrum FT-IR fraksi 1.....	53
Lampiran 3 Spektrum ¹ H NMR fraksi 1	54
Lampiran 4 Kromatogram GC fraksi 1	55
Lampiran 5 Spektra MS fraksi 1 (Rt=12,57 menit) dan metil palmitat	56
Lampiran 6 Spektra MS fraksi 1 (Rt=13,73 menit) dan metil linolenat	57
Lampiran 7 Spektra MS fraksi 1 (Rt=13,85 menit) dan metil stearat.....	58
Lampiran 8 Spektra MS fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dan squalene	59
Lampiran 9 Kondisi operasi GC-MS Agilent	60
Lampiran 10 <i>Library Search Report</i> GC-MS	61



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara tropis yang memiliki keanekaragaman hayati yang sangat melimpah. Keanekaragaman hayati tersebut merupakan sumber penghasil bahan alam yang dapat digunakan sebagai obat atau jamu oleh masyarakat. Banyak manfaat yang dapat diambil dari tanaman-tanaman tersebut mulai dari akar, batang, daun, buah, maupun bijinya. Di Indonesia, pemanfaatan tanaman sebagai obat-obatan telah berlangsung sejak ribuan tahun yang lalu. Masyarakat menggunakan bahan alam tersebut secara turun temurun untuk keperluan pengobatan guna mengatasi masalah kesehatan. Hal ini dikarenakan pengobatan menggunakan bahan alam cenderung murah dan tidak banyak menimbulkan efek samping. Berkaitan dengan hal tersebut, maka akhir-akhir ini banyak dilakukan penelitian terhadap tanaman yang tumbuh di Indonesia.

Salah satu famili tumbuhan yang hidup di kepulauan Indonesia adalah famili Myrtaceae. Famili ini memiliki beragam genus, salah satunya adalah genus *Psidium*. Salah satu spesies diantaranya yang terkenal adalah *Psidium guajava*. Tanaman jambu biji tumbuh alami di daerah tropis Amerika, dan saat ini dapat dijumpai di seluruh daerah tropis dan sub tropis. Di Indonesia terdapat beberapa macam/kultivar jambu biji, sebagian dikenal sejak lama dan sebagian merupakan introduksi dari negara lain.

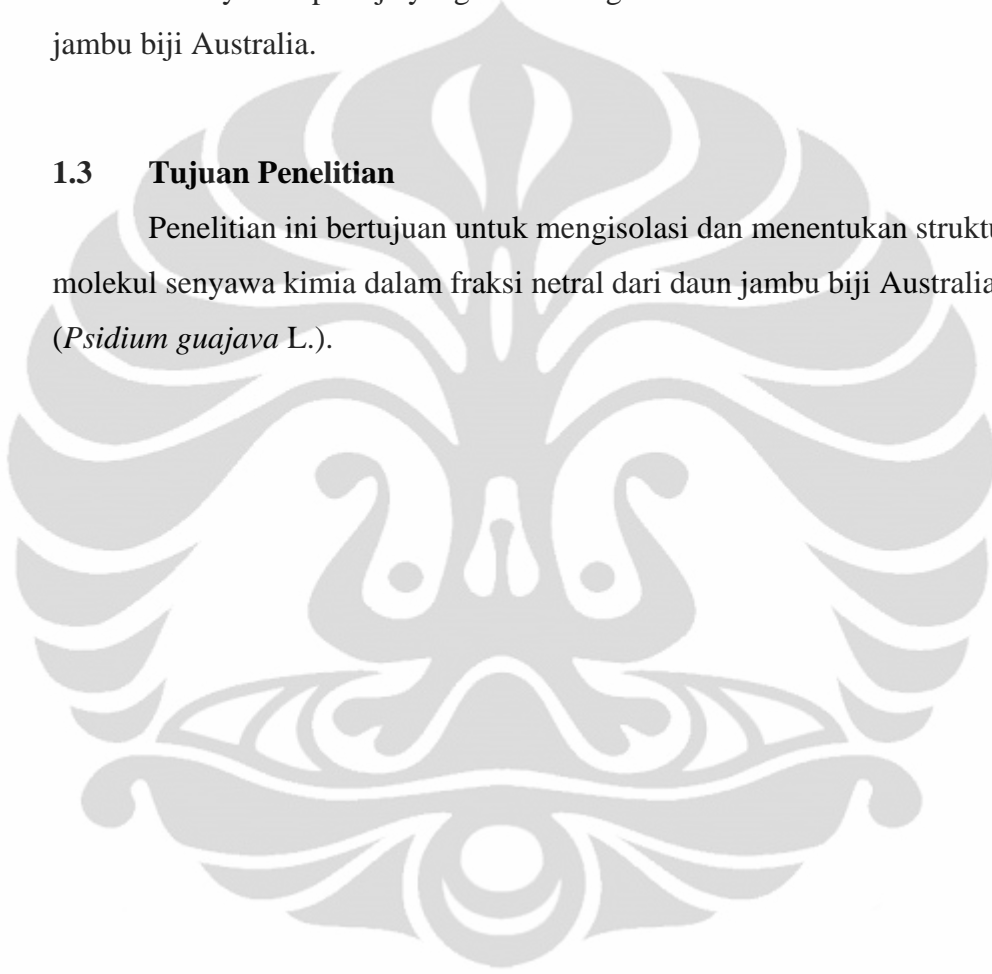
Hampir semua bagian tanaman jambu biji dapat dimanfaatkan, akan tetapi yang paling sering dimanfaatkan terutama sebagai resep pengobatan adalah bagian buah dan daunnya. Beberapa resep tanaman jambu biji telah terbukti dapat mengobati diare, disentri, demam berdarah, gusi bengkak, sariawan, jantung, dan diabetes. Berdasarkan hasil studi isolasi terdahulu dilaporkan bahwa daun jambu biji mengandung bermacam-macam komponen senyawa kimia terutama senyawa tannin, flavonoid, dan terpenoid.

1.2 Perumusan Masalah

Daun jambu biji mengandung bermacam-macam komponen senyawa kimia antara lain senyawa tannin, flavonoid, alkaloid, dan terpenoid. Senyawa-senyawa tersebut bersifat asam, basa, dan netral. Pada penelitian ini akan diisolasi senyawa kimia dari daun jambu biji Australia. Dari hasil isolasi tersebut dapat diketahui senyawa apa saja yang terkandung dalam fraksi netral ekstrak daun jambu biji Australia.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan menentukan struktur molekul senyawa kimia dalam fraksi netral dari daun jambu biji Australia (*Psidium guajava* L.).



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanaman Jambu Biji (*Psidium guajava* L.)

Jambu biji merupakan tanaman dari genus *Psidium* dan terbagi atas banyak spesies. Tanaman ini bukan merupakan tanaman asli Indonesia. Tanaman ini pertama kali ditemukan di Amerika Tengah oleh Nikolai Ivanovich Vavilov saat melakukan ekspedisi ke beberapa negara di Asia, Afrika, Eropa, Amerika Selatan, dan Uni Soviet antara tahun 1887-1942. Namun kini tanaman ini telah dibudidayakan di berbagai tempat di dunia, khususnya di daerah tropis dan subtropis seperti Thailand, Taiwan, Indonesia, Jepang, Malaysia, dan Australia.

Di Indonesia jambu biji memiliki nama daerah yang berbeda-beda, yaitu glima breueh (Aceh), glimeu beru (Gayo), galiman (Batak Karo), masiambu (Nias), biawas, jambu biawas, jambu biji, jambu batu, jambu klutuk (Melayu), jambu klutuk (Sunda), bayawas, jambu krutuk, jambu krikil, petokal (Jawa tengah), jambu bhender (Madura), sotong (Bali), guawa (Flores), goihawas (Sika), gayawas (Manado), boyawat (Mongondow), koyawas (Tonsaw), dambu (Gorontalo), jambu paratugala (Makasar), jambu paratukala (Bugis), jambu (Baree), kujabas (Roti), biabuto (Buol), kayawase (Seram Barat), kujawase (Seram Selatan), laine hatu, luhu hatu (Ambon), gayawa (Ternate, Halmahera).

2.1.1 Taksonomi

Taksonomi tanaman *Psidium guajava* adalah sebagai berikut :

- Kingdom : Plantae
- Sub Kingdom : Tracheobionta
- Divisi : Spermatophyta
- Sub Divisi : Magnoliophyta
- Kelas : Magnoliopsida
- Sub Kelas : Rosidae
- Ordo : Myrtales
- Famili : Myrtaceae
- Genus : *Psidium*
- Spesies : *Psidium guajava* L.

2.1.2 Morfologi

Tanaman perdu atau pohon kecil dengan tinggi sekitar 4-10 meter. Batang berkayu, bulat, kulit terkelupas dalam potongan, licin, bercabang, berwarna coklat kemerahan. Ruas tangkai teratas segiempat tajam. Percabangan batang termasuk percabangan simpodial, yaitu batang pokok sukar ditentukan karena dalam perkembangan selanjutnya mungkin lalu menghentikan pertumbuhannya atau kalah besar dan kalah cepat pertumbuhannya dibanding dengan cabangnya. Arah tumbuh cabang tegak (*fastigiatus*). Termasuk tumbuhan bienial, yaitu tumbuhan yang untuk hidupnya, dari tumbuh sampai berbuah memerlukan waktu kurang lebih 2 tahun.

Daun : daun tunggal, bersilang berhadapan, pada cabang-cabang mendatar seolah-olah tersusun dalam dua baris pada satu bidang. Bertangkai pendek 3 mm sampai 7 mm. Bangun daun bulat telur agak menjorong, pangkal membulat, tepi daun rata (*integer*), ujung daun runcing (*acutus*), panjang 6-14 cm dengan lebar 3-6 cm. Permukaan daun berkerut (*rugosus*). Warna daun muda berbulu abu-abu setelah tua berwarna merah keunguan. Pertulangan daun menyirip (*penninervis*) dan berwarna hijau kekuningan.

Akar : sistem akar dari tanaman ini adalah akar tunggang (*radix primaria*), akar lembaga tumbuh terus-menerus menjadi akar pohon yang bercabang-cabang menjadi akar yang lebih kecil. *Psidium guajava* memiliki akar tunggang yang bercabang (*ramosus*), yaitu berbentuk kerucut panjang, tumbuh lurus ke bawah, bercabang banyak dan cabang-cabangnya bercabang lagi, sehingga memberi kekuatan yang lebih besar kepada batang dan juga daerah perakaran menjadi amat luas, hingga dapat diserap air dan zat-zat makanan yang lebih banyak.

Bunga : bunga tunggal terletak di ketiak daun, bertangkai. Perbungaan terdiri 1 sampai 3 bunga. Panjang gagang perbungaan 2 cm sampai 4 cm. Bunga banci dengan hiasan bunga yang jelas dapat dibedakan dalam kelopak dan mahkota bunga, aktinomorf/zigomorf, berbilangan 4. Daun mahkota bulat telur terbalik, panjang 1,5-2 cm, putih, segera rontok. Benang sari pada tonjolan dasar bunga yang berbulu, putih, pipih dan lebar, seperti halnya tangkai putik berwarna seperti mentega. Tabung kelopak berbentuk lonceng atau bentuk corong, panjang 0,5 cm. pinggirannya tidak rontok (1 cm panjangnya). Tabung kelopak tidak atau sedikit

sekali diperpanjang di atas bakal buah, tepi kelopak sebelum mekar berlekatan menjadi bentuk cawan, kemudian membelah menjadi 2-5 tajuk yang tidak sama. bulat telur, warna hijau kekuningan. Bakal buah tenggelam, dengan 1-8 bakal biji tiap ruang.

Buah : buni bundar, berbiji banyak. Termasuk buah sejati tunggal yang berdaging. Lapisan luar tipis agak menjangat atau kaku dan lapisan dalam yang tebal, lunak dan berair. Biji-bijinya terdapat bebas dalam bagian yang lunak itu. Kalau masak daging buah berwarna kemerahan.

2.1.3 Tempat Tumbuh

Tanaman jambu biji dapat tumbuh subur di lahan dengan ketinggian 5-1200 m di atas permukaan laut. Curah hujan ideal yang diperlukan yaitu 1000-2000 mm/tahun dan merata sepanjang tahun. Suhu optimal untuk pertumbuhan tanaman jambu biji yaitu 23-28°C dengan kelembapan udara yang rendah. (http://worldagroforestry.org/treedb2/AFTPDFS/Psidium_guajava.pdf)

2.1.4 Jenis Jambu Biji

Indonesia memiliki banyak koleksi jenis tanaman jambu biji atau dikenal dengan koleksi plasma nutfah jambu biji. Ada beberapa jenis atau varietas jambu biji yang banyak dikenal masyarakat antara lain sebagai berikut :

a. Jambu biji kecil

Jambu biji kecil atau jambu biji menir adalah salah satu jenis jambu yang unik dan menarik. Tanaman ini biasanya ditanam di pot karena penampilannya yang unik dan indah.

b. Jambu biji sukun

Jambu biji sukun cukup digemari banyak perkebunan karena merupakan salah satu jenis jambu tanpa biji. Namun, ada jenis jambu biji sukun yang berbiji. Jambu biji sukun tanpa biji atau berbiji termasuk buah unggul dan cocok dikembangkan dalam perkebunan skala besar.

c. Jambu biji Bangkok

Jambu biji bangkok mulai populer pada tahun 1980. Jambu beraroma harum ini berasal dari Bangkok, Thailand. Buahnya berukuran besar dengan bobot sekitar 500-1200 gram per buah. Daging buah

tebal, berwarna putih dan bijinya sedikit. Kulit buah berwarna hijau muda mengkilap bila sudah matang. Rasa daging buah manis serta enak dengan tekstur keras dan renyah. Rasa manis disebabkan kadar gulanya yang mencapai 28.10 %. Jenis tanaman jambu biji Bangkok termasuk pendek dan berbuah sangat lebat. Jambu ini sudah banyak tersebar di Indonesia. Jambu Bangkok baik dikebunkan secara komersial karena termasuk jenis jambu biji unggul. Selain dikonsumsi dalam keadaan segar atau sebagai buah meja, jambu Bangkok dapat diolah menjadi sirup.

d. Jambu biji Australia

Jambu biji Australia memiliki ciri yang unik, yaitu batang, daun, maupun buahnya berwarna merah tua. Jambu biji ini berasal dari Australia. Jambu biji ini hanya cocok dijadikan tanaman buah dalam pot (tanaman hias).

e. Jambu biji Brasil

Jambu biji Brasil termasuk unik dan langka karena memiliki ukuran buah yang kecil dan berwarna kemerahan setelah matang. Jambu ini berasal dari Brasil sehingga dinamakan jambu Brasil. Tanaman ini sangat baik untuk dijadikan tanaman buah dalam pot atau tanaman hias karena penampilan buahnya menarik.

f. Jambu biji merah getas

Jambu biji merah getas merupakan hasil temuan Lembaga Penelitian Getas, Salatiga, Jawa Tengah pada tahun 1980-an. Jambu biji ini merupakan hasil silangan antara jambu pasar minggu yang berdaging merah dengan jambu biji Bangkok. Jambu biji merah getas memiliki keunggulan antara lain daging buahnya merah menyala atau merah cerah, tebal, berasa manis, harum dan segar. Ukuran buahnya cukup besar dengan ukuran 400 gram per buah. Jambu ini banyak diminati karena selain rasanya lebih enak, ternyata dapat meningkatkan trombosit darah pada penderita demam berdarah.

g. Jambu biji susu

Jambu biji susu berasal dari Pasar Minggu. Jambu ini banyak ditanam oleh masyarakat. Selain untuk dikonsumsi segar, buah jambu biji susu memiliki potensi untuk diolah menjadi sari buah, sirup, nectar, selai, jeli dan dodol.

h. Jambu biji Pasar Minggu

Jambu biji Pasar Minggu adalah jenis unggul karena hasil seleksi kultivar jambu biji kebun rakyat pada tahun 1920-1930. Bobot buah jambu ini sekitar 150-200 g per buah. Bentuk buahnya agak lonjong seperti alpukat. Daging buahnya merah, berasa manis, bertekstur lembut dan beraroma harum. Kulit buahnya tipis dan berwarna hijau kekuning-kuningan dengan permukaan halus pada saat matang. (<http://digilib.unimus.ac.id>)



Gambar 2.1 Tumbuhan jambu biji Australia (*Psidium guajava* L.)

[Sumber : Jambu biji Australia. <http://google.co.id/imghp>]

2.1.5 Manfaat

Menurut beberapa penelitian, daun jambu biji telah terbukti mempunyai berbagai efek farmakologis, antara lain analgesik (Ojewole, 2006), antiinflamasi (Ojewole, 2006), antivirus dan anti tumor (Mucsi & Pragai, 1985), antidiare

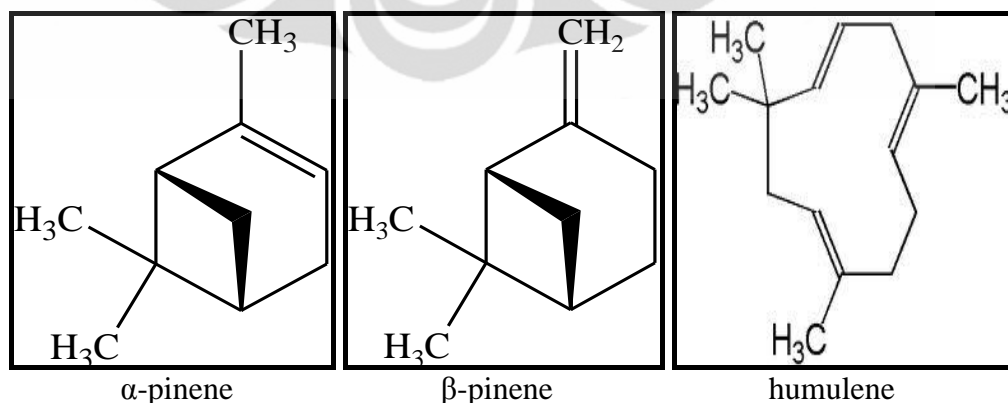
Universitas Indonesia

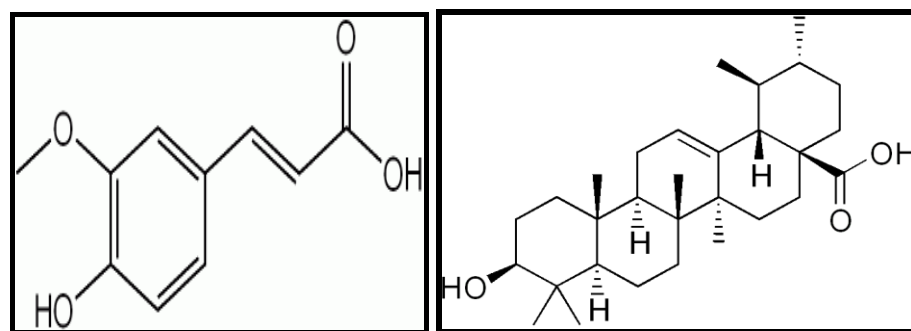
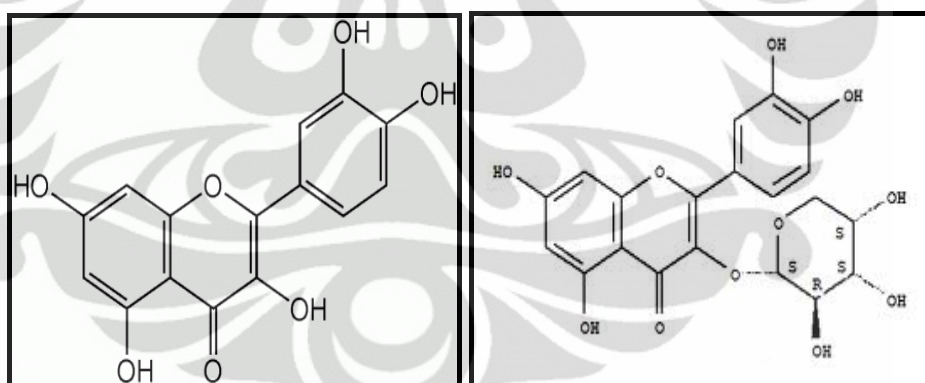
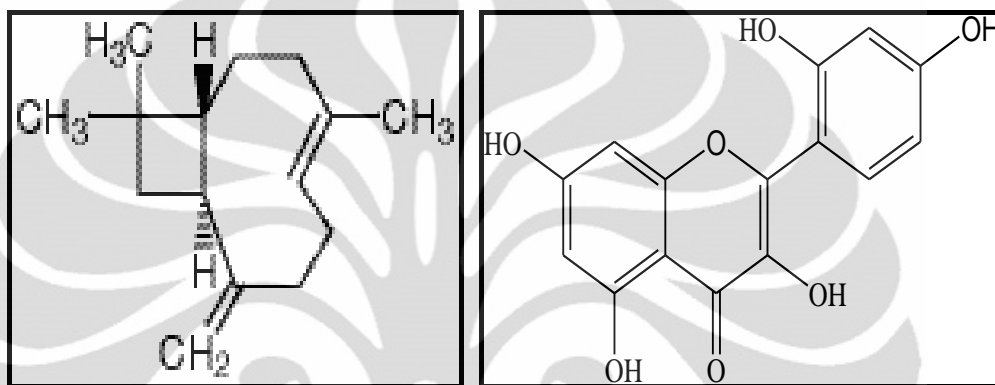
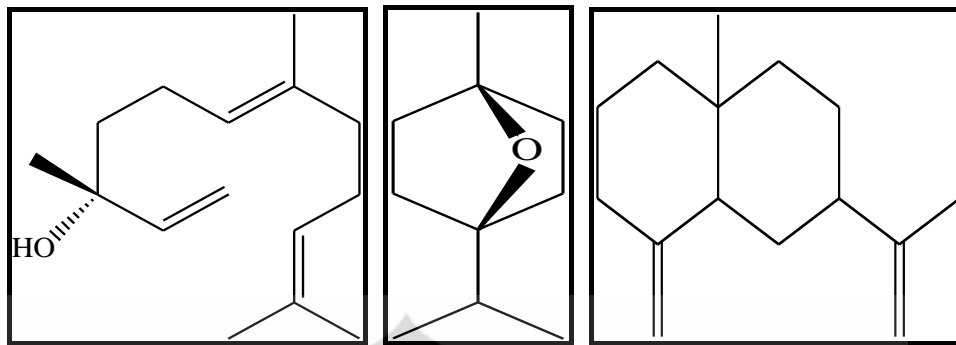
(Lutterodt, 1992), antibatuk (Jaiarj *et al.*, 1999), antibakteri (Arima & Danno, 2002; Rattanachaikunsopon & Phumkhachorn, 2007; Kamath *et al.*, 2008, Qadan *et al.*, 2005), antiplak gigi (Razak *et al.*, 2006), antidiabetes (Kamath *et al.*, 2008), antihipertensi (Ojewole, 2005), hepatoprotektif (Kamath *et al.*, 2008), dan antioksidan (Qian & Nihorimbere, 2004; Chen & Yen, 2007; Tachakittirungrod *et al.*, 2007; Kamath *et al.*, 2008).

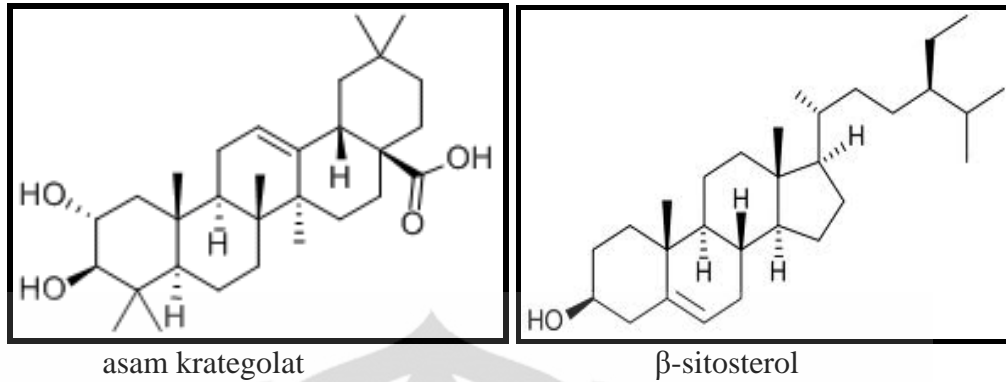
2.1.6 Kandungan Senyawa Kimia Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.)

Daun jambu biji mengandung minyak atsiri, senyawa tannin, terpenoid, flavonoid, resin, antosianin, dan alkaloid. Komponen yang utama yaitu β -selinene, β -caryophyllene, caryophyllene oksida, squalene, selin-11-en-4 α -ol (Meckes *et al.*, 1996), guajavarin, isoquersetin, hyperin, quersitrin, quersetin-3-O-gentobiosida (Lozoya *et al.*, 1994), morin-3-O- α -L-likopiranosida dan morin-3-O- α -L-arabopiranosida (Arima dan Danno, 2002), β -sitosterol, uvaol, asam oleanolat, dan asam ursolat (Begum *et al.*, 2004).

Komposisi utama minyak atsiri yaitu α -pinene, β -pinene, limonene, menthol, terpenyl asetat, isopropil alkohol, longicyclene, caryophyllene, bisabolene, caryophyllene oksida, copanene, farnesene, humulene, selinene, cardinene and curcumene (Gutierrez *et al.*, 2008). Minyak atsiri dari daun jambu biji juga mengandung nerolidiol, β -sitosterol, asam ursolat, asam krategolat, dan asam guajavolat (Li J *et al.*, 1999).







Gambar 2.2 Senyawa kimia dalam daun jambu biji (*Psidium guajava* L.)

[Sumber : <http://lookchem.com>]

2.2 Isolasi Senyawa Kimia

2.2.1 Maserasi

Proses maserasi merupakan prosedur yang sederhana untuk mendapatkan ekstrak. Maserasi merupakan proses dimana bahan tumbuhan yang sudah halus memungkinkan untuk direndam dalam larutan perendam sampai meresap dan melunakkan susunan sel, sehingga zat-zat mudah larut akan melarut. Cairan penyari (larutan perendam) akan menembus dinding sel dan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung zat organik tersebut. Zat organik akan larut dan karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan zat di dalam sel dengan yang di luar sel, maka larutan yang terpekat akan didesak keluar. Peristiwa tersebut berulang sehingga terjadi keseimbangan konsentrasi antara larutan di luar sel dan di dalam sel. Maserasi digunakan untuk penyarian suatu bahan tumbuhan yang mengandung zat organik mudah larut dalam cairan penyari. Keuntungan cara penyarian dengan maserasi adalah cara pengerjaan dan peralatan yang digunakan sederhana dan mudah diusahakan (Goeswin, 2007).

2.2.2 Ekstraksi

Pemisahan dengan cara ekstraksi pelarut didasarkan pada distribusi zat terlarut antara dua pelarut (fasa) yang tidak bercampur. Suatu zat terlarut S akan terdistribusi antara dua fasa setelah pengocokan dan kedua fasa terpisah kembali. Setelah setimbang, perbandingan konsentrasi zat terlarut dalam kedua fasa akan konstan.

$$K_D = [S_1]/[S_2]$$

K_D = koefisien distribusi

S_1 = konsentrasi zat terlarut dalam pelarut 1

S_2 = konsentrasi zat terlarut dalam pelarut 2

Ekstraksi pelarut pada umumnya menggunakan alat berupa corong pisah.

Perbandingan distribusi tidak dipengaruhi oleh perbandingan volume pelarut yang dipakai. Akan tetapi bagian atau fraksi zat terlarut yang terekstraksi bergantung pada volume kedua pelarut (Sunardi, 2000).

2.3 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis merupakan kromatografi pemisahan yang paling sederhana. Pada kromatografi lapis tipis pemisahan komponen-komponen didasarkan atas perbedaan adsorpsi atau partisi oleh fasa diam yang berupa lempeng tipis terhadap fasa gerak berupa cairan. Pemilihan fasa gerak atau larutan pengembang sangat dipengaruhi oleh macam dan polaritas zat-zat kimia yang dipisahkan.

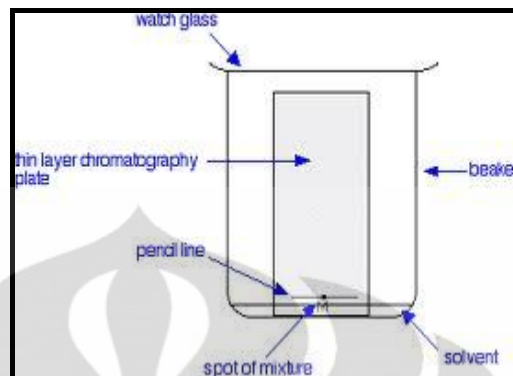
Pada kromatografi lapis tipis, sejumlah kecil sampel ditotolkan pada salah satu ujung pelat yang dilapisi oleh adsorben. Adsorben biasanya berupa lempeng tipis alumina atau silika gel yang mengandung sedikit kalsium sulfat untuk meningkatkan kekuatan lapisan (Hardjono, 1985). Pelat kemudian ditempatkan dalam wadah tertutup yang berisi sedikit pelarut atau campuran pelarut sehingga 1-2 cm pelat tenggelam dalam pelarut. Wadah harus ditutup rapat agar terbentuk uap yang jenuh dan untuk mengurangi adanya penguapan oleh pelarut. Pelarut naik melalui lapisan adsorben karena gaya kapiler dan campuran dalam sampel bergerak dengan kecepatan yang berbeda, tergantung kekuatan interaksinya dengan adsorben. Sampel zat terlarut yang memiliki interaksi terhadap fasa diam yang paling kuat akan tertinggal di bagian bawah lempeng, sedangkan komponen yang memiliki interaksi yang lemah dengan fasa diam akan terbawa oleh rambatan fasa gerak. Hal inilah yang menyebabkan terjadinya pemisahan antara komponen yang satu dengan yang lain.

Jarak yang ditempuh oleh masing-masing komponen dirumuskan dengan :

$$R_f = \text{jarak yang ditempuh komponen} / \text{jarak yang ditempuh pelarut}$$

Jarak yang ditempuh pelarut diukur dari titik dimana campuran ditotolkan sampai ujung pelarut bagian yang terlihat basah oleh pelarut pada lempeng TLC. Jarak

yang ditempuh komponen diukur dari titik dimana campuran ditotolkan sampai pada pusat bercak.

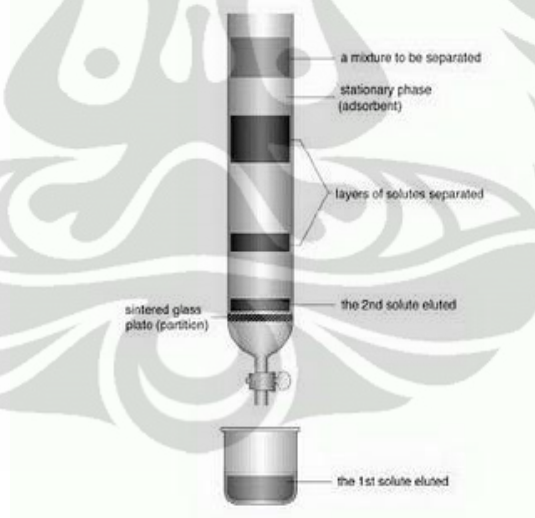


Gambar 2.3 Kromatografi lapis tipis

[Sumber : <http://google.co.id/imgres?imgurl=kromatografi.html>]

2.4 Kromatografi Kolom (cair-padat)

Merupakan teknik kromatografi yang paling awal ditemukan, dan merupakan kromatografi serapan atau adsorpsi.



Gambar 2.4 Rangkaian peralatan kromatografi kolom

[Sumber : <http://google.co.id/imgres?imgurl=kromatografi.html>]

Peralatan utama kromatografi kolom sederhana adalah kolom dan penampung efluen. Kolom umumnya terbuat dari pipa kaca dengan ukuran bervariasi tergantung keperluannya. Umumnya panjang kolom 10x diameter pipa yang digunakan. Kolom dilengkapi dengan kran untuk mengatur aliran pelarut. Di atas kran dipasang wol kaca (glass wool) untuk menahan fasa diam. Fasa diam berupa

adsorben yang tidak boleh larut dalam fasa gerak, ukuran partikelnya harus seragam. Zat pengotor yang terdapat pada fasa diam dapat menyebabkan adsorpsi tidak reversibel. Sebagai fasa diam dapat digunakan alumina, silika gel, arang, bauksit, magnesium karbonat, kalsium karbonat, pati, selulosa, gula, dan tanah diatome. Pengaliran fasa diam ke dalam kolom dapat dilakukan dengan cara kering dan cara basah. Dalam cara basah fasa diam diubah dulu menjadi bubur lumpur (slurry), dengan pelarut yang akan digunakan sebagai fasa gerak, kemudian baru diisikan ke dalam kolom. Fasa gerak pada kromatografi kolom dapat berupa pelarut tunggal atau campuran beberapa pelarut dengan komposisi tertentu. Pelarut dapat merupakan pelarut polar dan pelarut non polar. Pada umumnya senyawa non polar dengan berat molekul kecil lebih cepat meninggalkan fasa diam.

Dalam pelaksanaannya, pertama-tama sampel yang akan dipisahkan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai. Sampel ini kemudian diletakkan di bagian atas kolom yang sudah berisi fasa diam (adsorben). Fasa gerak kemudian dialirkan pelan-pelan dan dibiarkan mengalir melalui kolom tersebut. Pada saat fasa gerak mengalir sepanjang kolom, fasa gerak akan membawa campuran komponen ke bawah. Keseimbangan dinamis antara komponen yang teradsorpsi pada fasa diam dengan komponen yang terlarut dalam fasa gerak akan terjadi selama fasa gerak mengalir ke bawah tadi. Tetapan kesetimbangannya disebut koefisien distribusi karena setiap komponen dalam campuran mempunyai koefisien distribusi yang berbeda, maka kecepatan migrasinya juga berbeda. Perbedaan kecepatan migrasi inilah yang menyebabkan terjadinya pemisahan komponen-komponen dalam campuran. Komponen yang terpisah tampak sebagai pita-pita dalam fasa diam yang selanjutnya masing-masing pita dapat didorong keluar kolom dengan penambahan fasa gerak, lalu ditampung, dipisahkan, dan diidentifikasi. Pemisahan dengan metode ini merupakan metode pemisahan yang baik untuk pemisahan campuran dalam jumlah besar (lebih dari 1 gram). (<http://chemedu09.blogspot.com/2011/05/kromatografi-bagian-1.html>)

2.5 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR)

Spektroskopi infra merah merupakan teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat pada suatu senyawa

baik senyawa organik maupun anorganik. Pada dasarnya inti-inti atom yang terikat oleh ikatan kovalen dapat mengalami getaran (vibrasi) atau osilasi.

Bila suatu molekul menyerap radiasi infra merah, energi yang diserap akan menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom di dalamnya. Atom dalam molekul bervibrasi secara konstan baik berupa uluran (stretching) maupun tekukan (bending). Dengan demikian molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi sehingga energi yang terserap ini akan dilepas kembali dalam bentuk emisi radiasi bila molekul tersebut kembali ke keadaan dasar. Banyaknya energi yang diserap oleh suatu ikatan akan bergantung pada perubahan dalam momen ikatan seperti vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Oleh sebab itu, tipe ikatan yang berbeda akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang yang berbeda pula, sehingga spektroskopi infra merah dapat digunakan untuk tujuan kualitatif yaitu untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa yang sedang diujikan (Fleming, Williams, 1980).

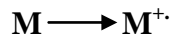
2.6 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (GC-MS)

Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) adalah dua metode analisis yang dihubungkan untuk dikombinasikan menjadi metode analisa campuran suatu senyawa kimia. Dengan menggabungkan dua metode ini, maka dapat diketahui senyawa apa saja yang terkandung dalam suatu campuran, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Kromatografi gas disini berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel, sedangkan spektrometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas. Spektrometer massa merupakan alat analisis yang mempunyai kemampuan aplikasi yang paling luas, yang dapat dipergunakan untuk memperoleh informasi mengenai komposisi sampel dasar dari suatu bahan, struktur dari molekul anorganik, organik dan biologi, komposisi kualitatif dan kuantitatif dari kompleks, struktur dan komposisi dari permukaan padat dan perbandingan isotropik atom-atom di dalam sampel (Skoog *et al.*, 1997).

Metode spektroskopi massa didasarkan pada pengubahan komponen cuplikan menjadi ion-ion gas dan memisahkannya berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan (m/z). Bila suatu molekul berbentuk gas disinari oleh

elektron berenergi tinggi di dalam sistem hampa maka akan terjadi ionisasi, ion molekul akan terbentuk dan ion molekul yang tidak stabil pecah menjadi ion-ion yang lebih kecil. Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation dan proses ini dapat dinyatakan sebagai berikut :



Ion molekul M^+ biasanya terurai lagi menjadi sepasang pecahan atau fragmen yang dapat berupa radikal dan ion atau molekul yang lebih kecil dan radikal kation.



Dari kromatogram GC-MS akan diperoleh informasi jumlah senyawa yang terdeteksi dan dari spektra GC-MS akan diperoleh informasi struktur senyawa yang terdeteksi. Dalam kromatografi gas, fasa gerak adalah gas pembawa, biasanya suatu gas inert seperti helium atau gas yang tidak reaktif seperti nitrogen. Fasa gerak membawa sampel melalui fasa diam yang ditempatkan dalam suatu kolom. Sampel dalam fasa gerak berinteraksi dengan fasa diam dengan kecepatan yang berbeda-beda. Saat terjadi interaksi, yang tercepat berinteraksi akan keluar dari kolom lebih dulu sedangkan yang lambat akan keluar paling akhir. Komponen-komponen yang telah terpisah akan kemudian menuju detektor. Detektor akan memberikan sinyal yang kemudian ditampilkan dalam komputer sebagai kromatogram. Pada kromatogram sumbu x menunjukkan waktu retensi, R_t (*Retention time*, waktu saat sampel diinjeksikan sampai elusi berakhir), sedangkan sumbu y menunjukkan intensitas sinyal. Dalam detektor selain memberikan sinyal sebagai kromatogram, komponen yang telah terpisah akan ditembak dengan elektron sehingga akan terpecah menjadi fragmen-fragmen dengan perbandingan massa dan muatan tertentu (m/z). Fragmen-fragmen dengan m/z ditampilkan komputer sebagai spektra massa, dimana sumbu x menunjukkan perbandingan m/z sedangkan sumbu y menunjukkan intensitas. Dari spektra tersebut dapat diketahui struktur senyawa dengan cara membandingkannya dengan spektra massa senyawa standar dari literatur. Pendekatan pustaka terhadap spektra massa dapat digunakan untuk identifikasi bila indeks kemiripan atau *Similarity Indeks* (SI) $\geq 80\%$ (Howe, I dan D.H. Williams, 1981).

2.7 Spektroskopi Proton (^1H) NMR

Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (Nuclear Magnetic Resonance/NMR) adalah salah satu cabang dari spektroskopi absorpsi yang menggunakan radiasi frekuensi gelombang radio untuk menginduksi terjadinya transisi antara dua tingkat energi spin suatu inti yang memiliki momen magnetik inti bukan nol.

Partikel dari atom (elektron-elektron, proton-proton, neutron-neutron) dapat berputar pada porosnya. Di beberapa atom seperti ^{12}C , perputarannya saling berpasangan dan berlawanan satu sama lain jadi inti dari atom tidak memiliki spin pelindung. Akan tetapi di beberapa atom seperti ^1H , dan ^{13}C intinya hanya memiliki sebuah pelindung.

Sebuah inti dengan spin $\frac{1}{2}$ dalam suatu medan magnet dimana inti ini berada dalam tingkat energi yang lebih rendah. Inti tersebut akan berputar pada porosnya. Ketika diberi medan magnet, maka pusat rotasi akan terpresisi mengelilingi medan magnet. Jika energi magnet diserap oleh inti maka sudut presisi akan berubah dan menyebabkan perputaran spin berlawanan arah.

Medan magnet pada inti tidaklah sama dengan medan magnet yang digunakan, elektron-elektron disekeliling inti melindunginya dari medan yang ada. Perbedaan antara medan magnet yang dipakai dengan medan magnet inti disebut sebagai perisai inti. Medan magnet yang diberikan akan berpengaruh terhadap pergeseran kimia (*chemical shift*) karena proton yang memiliki banyak perisai (*shielding*) akan semakin sedikit menerima medan magnet yang diberikan. Efek pergeseran kimia adalah perbedaan frekuensi absorpsi proton akibat perbedaan lokasi letak atom terikat. Atom C yang semakin terlindung akan mengalami pergeseran kimia semakin ke kanan atau semakin terperisai sehingga spektra yang terbentuk akan semakin mendekati TMS (*Tetra Metil Silan*) yang digunakan sebagai standar. Puncak spektra HNMR akan mengalami pemecahan dipengaruhi oleh jumlah atom H tetangga. Jika tidak terdapat atom H maka disebut singlet yang berarti tidak terjadi pemecahan puncak. Satu atom H disebut duplet dengan pemecahan puncak sebanyak 2 puncak. Demikian juga untuk triplet dan kuartet menunjukkan pemecahan puncak sebanyak 3 dan 4 (Skoog, 1997).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Pelaksanaan penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok. Penelitian dimulai bulan Februari hingga Mei 2011.

3.2 Bahan-bahan

3.2.1 Sampel tumbuhan

Sampel tumbuhan yang digunakan adalah daun jambu biji Australia (*Psidium guajava* L.) yang sudah cukup tua yang diperoleh dari daerah Depok.

3.2.2 Bahan kimia

- metanol
- etil asetat
- n-heksana
- Larutan NaHCO₃ 5%
- Larutan NaOH 5%
- Larutan HCl 10%
- Silika gel (Kieselgel E. Merck Art.7734) untuk kromatografi kolom
- Silika gel (Kieselgel E. Merck Art.7731) untuk kromatografi kolom
- Silika gel (Kieselgel 60 F₂₅₄ E. Merck Art.5554) untuk kromatografi lapis tipis
- Akuades

3.3 Peralatan

- Bejana maserasi
- Alat-alat gelas
- Timbangan analitis
- Rotary evaporator

- Peralatan KLT
- Peralatan kromatografi kolom
- Kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS)
- Spektrofotometer Fourier Transform Infra Merah (FT-IR)
- Spektrometer Proton (^1H) NMR

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Persiapan Sampel

- Daun jambu biji Australia dikeringkan dengan cara diangin-anginkan selama kurang lebih dua minggu.
- Daun jambu yang telah kering tersebut dihaluskan dengan menggunakan blender hingga menjadi serbuk.
- Serbuk tersebut direndam dengan menggunakan pelarut metanol selama 4 hari sambil dilakukan pengadukan berulang.
- Hasil rendaman yang diperoleh kemudian disaring, residunya direndam kembali dalam metanol.
- Filtrat dipekatkan menggunakan rotary evaporator.
- Pengerjaan di atas diulang sebanyak 3 kali dengan perlakuan yang sama.
- Ekstrak yang diperoleh (ekstrak kasar metanol) kemudian ditimbang .

Untuk mengetahui jumlah komponen yang ada dalam ekstrak kasar, dilakukan uji bercak menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Adapun cara kerjanya adalah sebagai berikut:

- Sampel ditotolkan pada plat silika gel sebagai fasa diamnya.
- Fasa gerak atau larutan pengembang digunakan campuran etil asetat dan n-heksana dengan berbagai perbandingan.
- Hasil pemisahan diidentifikasi dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm.

3.4.2 Pemisahan Senyawa Kimia Daun Jambu Biji Australia

3.4.2.1 Pemisahan Ekstrak Kasar Metanol

- Ekstrak kasar metanol hasil maserasi dilarutkan dalam 250 mL etil asetat.

- Kemudian diekstraksi menggunakan larutan NaHCO_3 5% sebanyak 3 kali, setiap kali ekstraksi digunakan 250 mL larutan NaHCO_3 5% sehingga diperoleh dua fraksi, yaitu fraksi etil asetat dan fraksi NaHCO_3 .
- Fraksi etil asetat diekstraksi lagi dengan larutan NaOH 5% sebanyak 3 kali, setiap kali ekstraksi digunakan 250 mL larutan NaOH 5% sehingga diperoleh dua fraksi, yaitu fraksi etil asetat netral dan fraksi NaOH .
- Sampai pada tahap ini telah diperoleh tiga fraksi, yaitu fraksi netral, fraksi NaHCO_3 , dan fraksi NaOH .
- Fraksi NaHCO_3 dan fraksi NaOH selanjutnya dinetralkan dengan menambahkan larutan HCl 10% sampai $\text{pH} \pm 7$.
- Fraksi NaHCO_3 maupun fraksi NaOH diekstraksi menggunakan larutan etil asetat sebanyak 3 kali, setiap kali ekstraksi diperlukan 250 mL etil asetat. Sehingga masing-masing diperoleh fraksi etil asetat dari NaHCO_3 yang dinamakan fraksi asam dan fraksi etil asetat dari NaOH yang dinamakan fraksi fenolik.
- Kemudian dari ketiga fraksi yaitu fraksi asam, fraksi netral, dan fraksi fenolik diuapkan pelarutnya menggunakan rotary evaporator dan kemudian ditimbang.
- Ketiga fraksi tersebut diuji bercak dengan menggunakan KLT.
- Fasa diamnya digunakan plat silika gel, sedangkan fasa geraknya digunakan campuran etil asetat dan n-heksana dengan perbandingan tertentu yang kemudian hasil pemisahan diidentifikasi menggunakan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm.

3.4.2.2 Pemisahan dengan Kromatografi Kolom

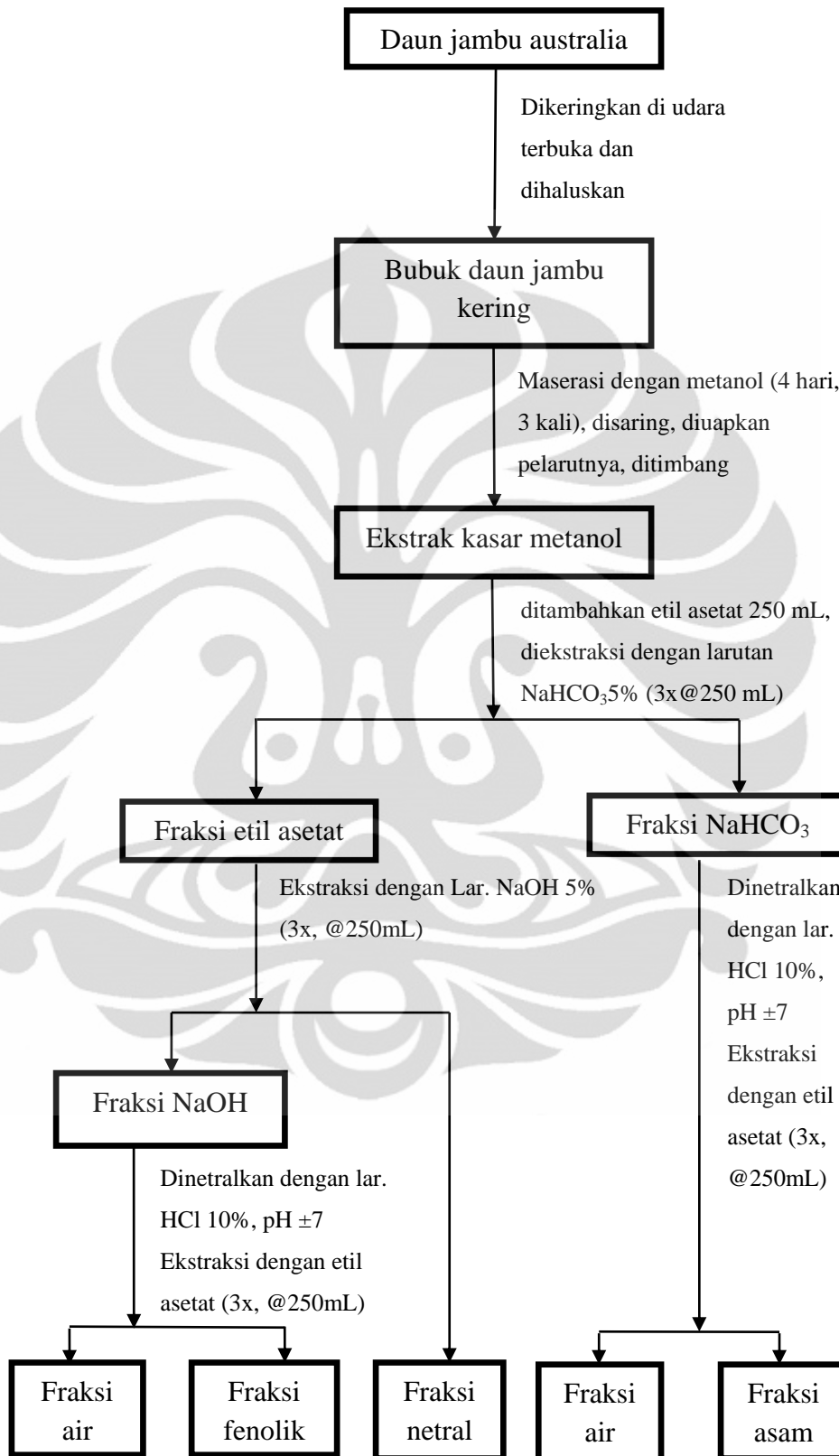
- Fraksi netral yang memiliki noda pemisahan yang baik dengan jumlah komponen yang paling banyak selanjutnya dilakukan pemisahan dengan kromatografi kolom.
- Fasa diam yang digunakan adalah silika gel (Kieselgel E. Merck Art.7734), sedangkan fasa geraknya menggunakan campuran etil asetat dan n-heksana yang kepolarannya dinaikkan secara bertahap.

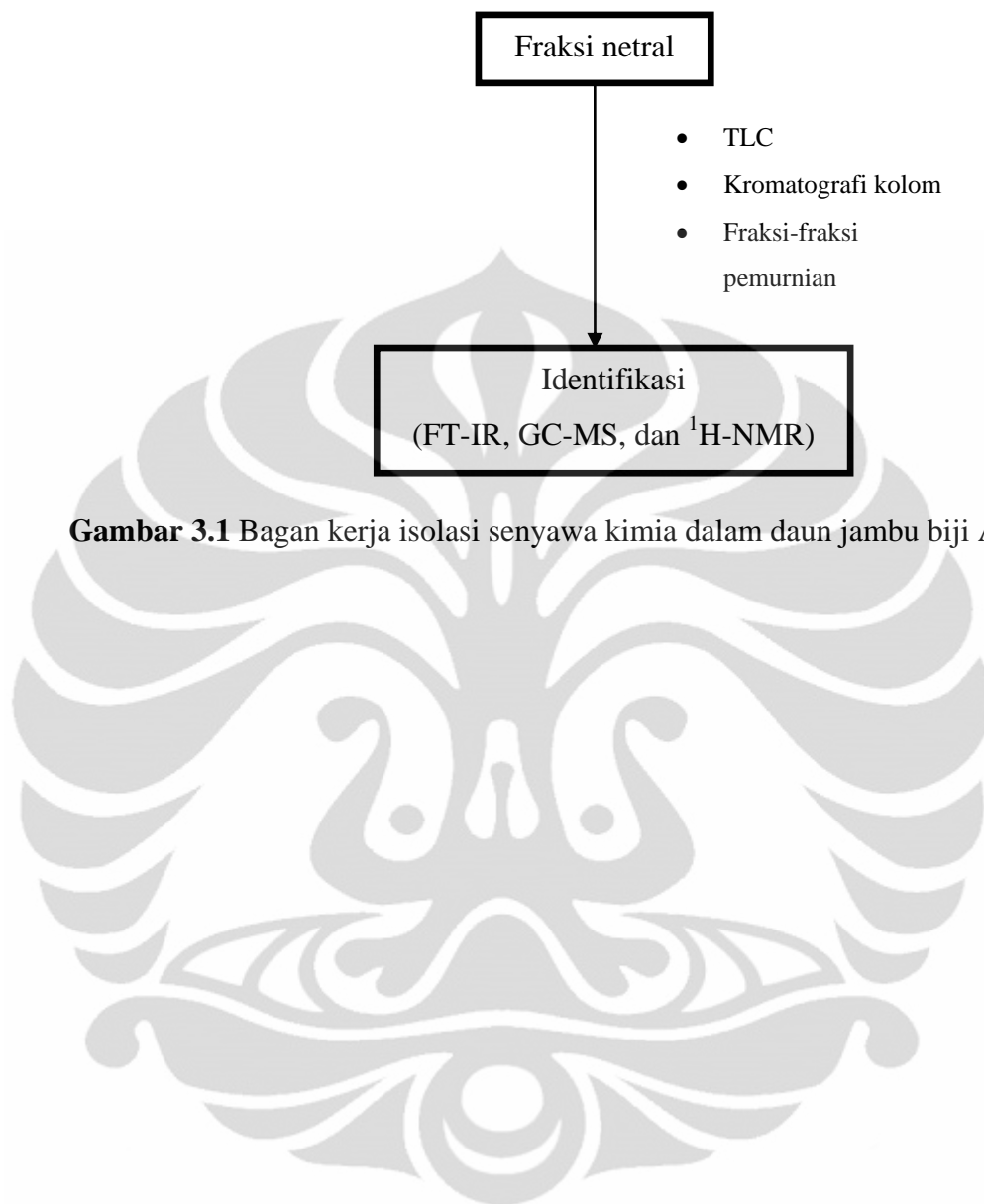
- Sampel fraksi netral yang akan dipisahkan ditambahkan sedikit larutan etil asetat:n-heksana=1:1 dan bubuk silika gel kasar, diaduk hingga rata dan dibiarkan mengering.
- Kemudian sampel tersebut dimasukkan ke dalam kolom yang telah diisi fasa diam dan n-heksana secara merata.
- Kemudian ke dalam kolom dialirkan fasa gerak secara bertahap.
- Efluen ditampung setiap 30 mL yang kemudian disebut fraksi-fraksi.

Setiap fraksi hasil kromatografi kolom ini selanjutnya diuji dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan menggunakan fasa gerak campuran etil asetat dan n-heksana dengan perbandingan tertentu. Fraksi yang memiliki noda pemisahan dengan nilai R_f yang sama digabungkan menjadi satu.

3.4.3 Analisis Spektroskopi

Senyawa hasil isolasi selanjutnya diidentifikasi struktur molekulnya dengan menggunakan spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FT-IR), kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS), dan spektrometer proton (^1H) NMR.





Gambar 3.1 Bagan kerja isolasi senyawa kimia dalam daun jambu biji Australia

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Perlakuan Pendahuluan Sampel

Daun jambu biji Australia yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari daerah Depok. Daun jambu biji tersebut dikeringkan dengan cara diangin-anginkan selama kurang lebih dua minggu. Daun jambu yang telah kering kemudian dihaluskan hingga diperoleh serbuk daun jambu seberat 750 gram. Serbuk daun jambu tersebut kemudian dimaserasi (direndam) dengan pelarut metanol sebanyak 3 liter selama 4 hari dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Selama proses perendaman tersebut dilakukan pengadukan agar senyawa-senyawa yang ada di dalam daun jambu tersebut dapat lebih larut.



Gambar 4.1 Daun jambu biji Australia yang telah kering

Setelah hasil rendaman disaring, didapatkan larutan berwarna hijau tua yang disebut fraksi metanol. Kemudian larutan fraksi metanol tersebut diuapkan pelarutnya menggunakan rotary evaporator dan diperoleh ekstrak kental berwarna hijau pekat yang kemudian disebut sebagai ekstrak kasar metanol sebanyak 49,76 gram (6,63%).

Untuk mengetahui jumlah komponen yang terdapat dalam ekstrak kasar metanol dilakukan uji bercak menggunakan kromatografi lapis tipis. Fasa gerak yang digunakan merupakan campuran antara etil asetat dan n-heksana. Didapatkan perbandingan fasa gerak yang memberikan hasil pemisahan terbaik yaitu etil asetat:n-heksana=1:3. Hasil pemisahan kromatografi lapis tipis (KLT) ekstrak kasar metanol dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Hasil KLT ekstrak kasar metanol

Fasa diam : plat TLC silika gel F₂₅₄

Fasa gerak : etil asetat:n-heksana = 1:3

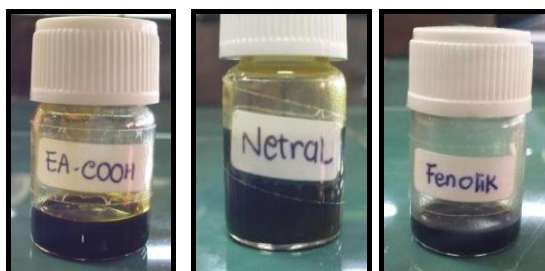
4.2 Ekstraksi Ekstrak Kasar Metanol

Hasil ekstraksi ekstrak kasar metanol tersebut didapatkan tiga fraksi, yaitu:

- Fraksi etil asetat dari NaHCO₃ (fraksi asam), berwarna coklat kemerahan
- Fraksi etil asetat netral (fraksi netral), berwarna hijau kecokelatan
- Fraksi etil asetat dari NaOH (fraksi fenolik), berwarna hijau pekat

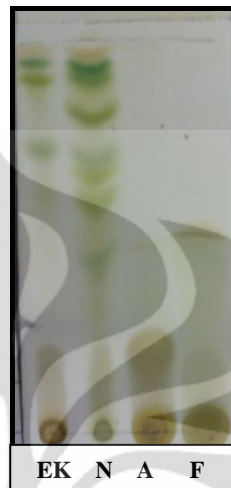
Tabel 4.1 Perolehan ekstrak kental ketiga fraksi dari ekstraksi ekstrak kasar metanol

Fraksi	Berat (gram)	% Rendemen
Asam	1,37	0,18
Netral	5,05	0,67
Fenolik	0,65	0,087



Gambar 4.3 Hasil pemisahan ekstrak kasar metanol (dari kiri-kanan: Fraksi asam, netral, dan fenolik)

Ketiga fraksi tersebut selanjutnya dilakukan uji bercak menggunakan kromatografi lapis tipis dengan fasa gerak campuran etil asetat:n-heksana =1:3. Hasil uji kromatografi lapis tipis dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil KLT ketiga fraksi dibandingkan dengan ekstrak kasar metanol

Fasa diam : plat TLC silika gel F₂₅₄
 Fasa gerak : etil asetat:n-heksana = 1:3

Tabel 4.2 Nilai Rf ketiga fraksi

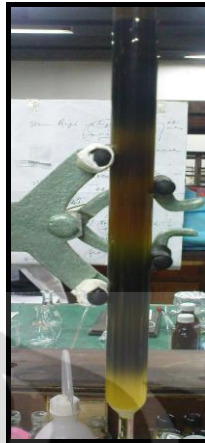
Fraksi	Rf
Netral	0,19; 0,44; 0,58; 0,65; 0,69; 0,81; 0,90; 0,94; 0,98
Asam	0,21
Fenolik	0,15; 0,48; 0,52

Dari hasil ekstraksi dan pantauan menggunakan kromatografi lapis tipis, terlihat bahwa fraksi netral memberikan pemisahan noda dengan jumlah spot (bercak) yang paling banyak dan mempunyai berat rendemen yang lebih besar dibandingkan kedua fraksi yang lain. Selanjutnya pada fraksi netral ini dilakukan pemurnian yaitu memisahkan komponen senyawa yang terdapat dalam fraksi netral menggunakan kromatografi kolom.

4.3 Pemisahan Senyawa Kimia Fraksi Netral

Untuk memisahkan komponen-komponen kimia yang terdapat pada fraksi netral, maka dilakukan pemisahan menggunakan kromatografi kolom. Teknik kromatografi yang digunakan adalah teknik kromatografi lambat.

Setelah rangkaian alat kromatografi kolom selesai dipasang, kolom yang berdiameter 2 cm diisi dengan larutan n-heksana. Sebagai fasa diam digunakan bubuk silika gel halus, silika gel dijenuhkan terlebih dahulu dengan larutan n-heksana 100% dan dimasukkan ke dalam kolom secara hati-hati agar tidak terdapat gelembung udara di dalamnya. Adanya gelembung udara dapat menyebabkan proses pemisahan yang kurang baik. Kolom yang sudah diisi dengan fasa diam setinggi kurang lebih 30 cm, kemudian dibiarkan dahulu selama satu malam dengan tujuan mendapatkan kerapatan yang baik dari fasa diamnya. Sebelum sampel dimasukkan ke dalam kolom, terlebih dahulu dibuat adonan sampel dengan cara melarutkan sampel dalam larutan etil asetat:n-heksana=1:1, kemudian ditambahkan 2 sendok makan bubuk silika gel kasar. Adonan tersebut diaduk rata hingga menjadi bubur kemudian pelarutnya dibiarkan menguap dengan cara diangin-anginkan hingga diperoleh bubuk silika gel yang berwarna hijau. Adonan sampel yang telah menyerupai bubuk tersebut dimasukkan ke dalam kolom perlahan-lahan hingga merata. Kemudian ke dalam kolom tersebut dialirkan fasa gerak menggunakan 80 mL campuran etil asetat dan n-heksana yang kepolarannya dinaikkan secara bertahap. Fasa gerak dibuat dengan berbagai komposisi dengan tujuan agar pemisahan komponen senyawa menjadi lebih baik. Hal ini dikarenakan penyerap (fasa diam) yang bersifat polar seperti silika gel, kekuatan penyerapan akan naik dengan kenaikan polaritas dari zat yang diserap (Hardjono, 1985). Komposisi fasa gerak pada kromatografi kolom ini dapat dilihat pada Tabel 4.3.



Gambar 4.5 Kromatografi kolom

Tabel 4.3 Perbandingan fasa gerak kromatografi kolom fraksi netral

No.	n-heksana (mL)	etil asetat (mL)	No.	n-heksana (mL)	etil asetat (mL)
1	80	0	13	54	26
2	79	1	14	50	30
3	78	2	15	48	32
4	77	3	16	40	40
5	75	5	17	36	44
6	74	6	18	30	50
7	72	8	19	24	56
8	70	10	20	20	60
9	68	12	21	16	64
10	64	16	22	8	72
11	60	20	23	4	76
12	58	22	24	0	80

Efluen yang diperoleh ditampung setiap 30 mL sehingga didapatkan 52 fraksi. Terhadap 52 fraksi yang diperoleh tersebut dilakukan uji kromatografi lapis tipis menggunakan larutan pengembang etil asetat:n-heksana=1:3. Hasil uji kromatografi lapis tipis dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil KLT pemisahan fraksi netral

Fasa diam : plat TLC silika gel F₂₅₄

Fasa gerak : etil asetat:n-heksana = 1:3

Fraksi 1 hingga fraksi 33 menunjukkan hasil pemisahan spot yang cukup baik. Sedangkan fraksi 34 hingga fraksi 52 tidak menunjukkan adanya spot. Dari hasil uji KLT, terlihat fraksi 1, 16, 24, 26 dan 27 menunjukkan satu spot yang cukup jelas. Fraksi 1 terlihat adanya spot berwarna kuning dengan nilai Rf sebesar 0,98. Pada fraksi 16, 24, 26, dan 27 terlihat adanya satu spot berwarna hijau dengan nilai Rf 0,68; 0,31; 0,19 dan 0,19. Fraksi 26 dan 27 memiliki nilai Rf yang sama sehingga kedua fraksi tersebut dapat digabung menjadi satu. Pada fraksi 1 setelah diuapkan pelarutnya diperoleh cairan kental (minyak) berwarna kuning dengan bau yang khas seberat 130,5 mg. Sedangkan pada fraksi 16, 24, 26, dan 27 terbentuk padatan berwarna hijau. Dari 5 fraksi tersebut, diambil salah satu fraksi untuk diidentifikasi kandungannya dan fraksi yang dipilih untuk diidentifikasi yaitu fraksi 1.



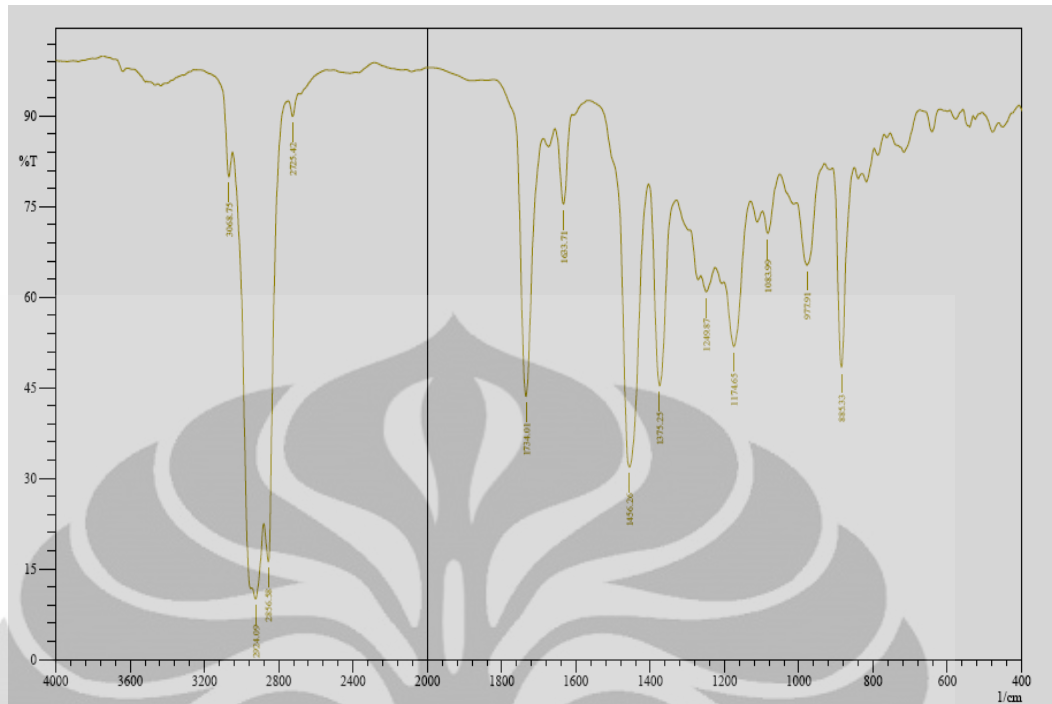
Gambar 4.7 Fraksi 1

4.4 Analisis Spektroskopi

Hasil isolasi senyawa kimia dari daun jambu biji australia (*Psidium guajava* L) yaitu fraksi 1 dianalisis menggunakan instrumentasi spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FT-IR), resonansi magnetik inti proton ($^1\text{H-NMR}$), dan kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS).

4.4.1 Analisis FT-IR

Identifikasi senyawa pada fraksi 1 dengan spektrofotometer FT-IR adalah berdasarkan penentuan gugus fungsinya. Pengukuran serapan infra merah dilakukan pada panjang gelombang $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Hasil pengukuran serapan infra merah dari fraksi 1 dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektrum FT-IR fraksi 1

Dari spektrum FT-IR terlihat bahwa fraksi 1 memberikan serapan pada bilangan gelombang 3069; 2924; 2857; 1734; 1634; 1456; 1375; 1250 dan 1175 cm^{-1} . Identifikasi gugus fungsi pada fraksi 1 dapat dilihat pada Tabel 4.4 berikut ini.

Tabel 4.4 Identifikasi gugus fungsi fraksi 1

Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Identifikasi Gugus dan Jenis Vibrasi
Fraksi 1	Tabel Korelasi (pustaka)	
3069	3010-3100	vibrasi ulur ikatan -C=C-
2924 dan 2857	2850-2960	vibrasi ulur ikatan C-H alifatik $\text{-CH}_2\text{-}$ $\text{CH}_3\text{-}$
1734	1720-1740	vibrasi ulur ikatan C=O ester

Tabel 4.4 Identifikasi gugus fungsi fraksi 1 (lanjutan)

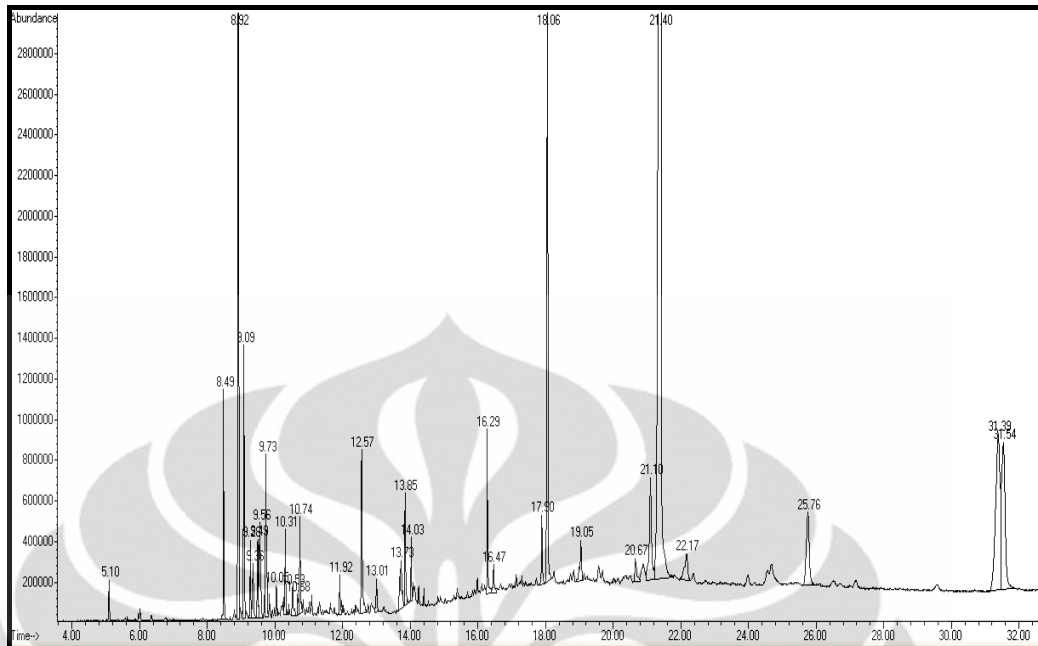
1634	1630-1690	vibrasi ulur ikatan C=C
1456 dan 1375	1430-1470 dan 1365-1385	vibrasi tekuk ikatan C-H alifatik
1250	1240-1250	vibrasi ulur ikatan C-O ester

Berdasarkan hasil analisis FT-IR menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi mengandung gugus karbonil (-C=O) dari suatu ester, ikatan rangkap dua (-C=C-), ikatan C-H alifatik dan C-H olefinik.

4.4.2 Analisis GC-MS

Analisis GC-MS dilakukan dengan kondisi suhu oven 50-290°C, temperatur kolom 325°C, temperatur injeksi 290°C, kontrol mode (split), tekanan 7,6373 psi, jenis kolom HP-5, panjang kolom 30 m dan diameter 0,25 mm, detektor yang digunakan yaitu FID dan ECD (GC) dan MSD (GC-MS).

Analisis senyawa pada fraksi 1 dilakukan terhadap puncak-puncak fragmentasi berdasarkan pada derajat kemiripan dengan senyawa standar. Suatu senyawa dikatakan mirip dengan senyawa standar jika memiliki berat molekul yang sama, pola fragmen yang mirip, dan derajat kemiripan (quality) yang tinggi. Hasil identifikasi dengan kromatografi gas memberikan banyak puncak, yang artinya dalam fraksi 1 masih mengandung banyak komponen, hal ini menandakan bahwa hasil pemisahan dengan kromatografi kolom tidak sempurna. Seperti yang terlihat pada kromatogram GC di bawah, terdapat lebih dari satu puncak. Hal ini berarti bahwa fraksi 1 mengandung lebih dari satu senyawa.



Gambar 4.9 Kromatogram GC fraksi 1

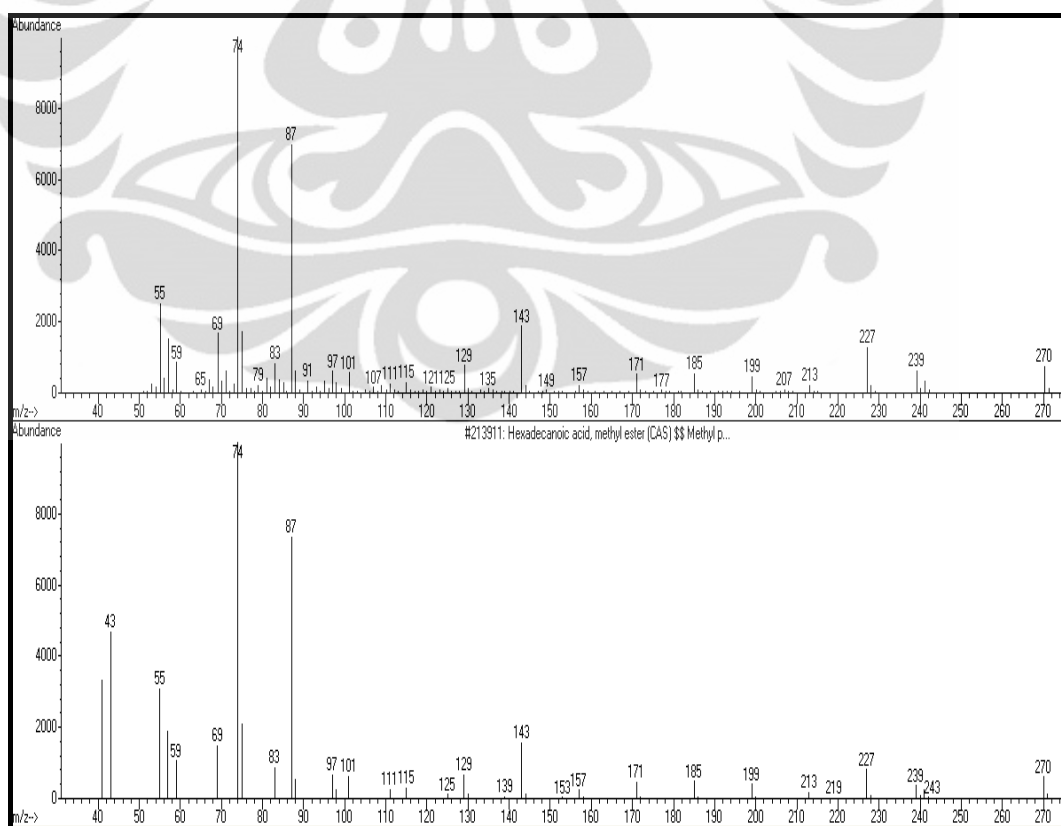
Dari *library search report* yang diperoleh berdasarkan kromatogram GC tersebut, senyawa fraksi 1 mengandung suatu metil ester asam lemak, minyak atsiri, dan beberapa senyawa lain yang termasuk ke dalam golongan terpenoid. *Library search report* fraksi 1 dapat dilihat pada Lampiran 10. Adanya senyawa metil ester tersebut didukung dengan hasil analisis FT-IR yang mengindikasikan bahwa fraksi 1 merupakan suatu senyawa ester. Senyawa-senyawa metil ester tersebut memiliki waktu retensi 12,57; 13,73 dan 13,85 menit. Hasil spektrum massa menunjukkan puncak-puncak spektrum sebagai berikut :

- Komponen dengan $R_t=12,57$ menit memberikan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut : 270, 239, 227, 213, 192, 185, 171, 152, 143, 129, 115, 87, 74, 55. Berdasarkan hasil pendekatan literatur menggunakan spektra massa, diindikasikan bahwa komponen dengan $R_t=12,57$ menit merupakan senyawa metil heksadekanoat (metil palmitat) dengan derajat kemiripan (quality) sebesar 99% seperti yang terlihat pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.10 berikut ini.

Tabel 4.5 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=12,57 menit)
dengan metil palmitat

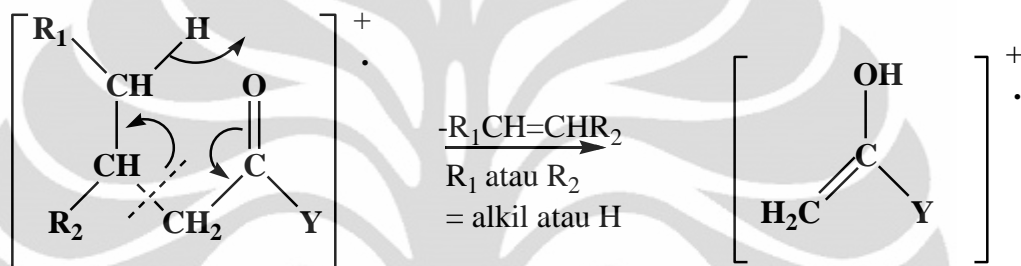
No.	m/z fraksi 1	m/z metil palmitat
1	270	270
2	239	239
3	227	227
4	213	213
5	199	199
6	185	185
7	171	171
8	157	157
9	143	143
10	129	129
11	115	115
12	101	101
13	87	87
14	74*	74*
15	55	55
16	-	43

*= base peak spektra massa



Gambar 4.10 Spektra MS fraksi 1 (Rt=12,57 menit) dan metil palmitat

Pada gambar di atas, terlihat ion molekuler (M^+) pada 270 yang berasal dari $C_{17}H_{34}O_2^+$, sedangkan puncak dasar pada m/z 74 berasal dari $C_3H_6O_2^+$ yang terbentuk karena pemecahan posisi β - melalui penataan ulang Mc Lafferty. Bila terdapat sebuah atom hidrogen γ terhadap suatu gugus karbonil dalam ion molekuler, maka dapat terjadi suatu penataan ulang Mc Lafferty. Dalam penataan ulang ini, akan terlepas suatu alkena dari dalam ion molekuler itu (Silverstein *et al*, 1991) dan menghasilkan fragmentasi $m/z = 43+Y$, besarnya nilai m/z bergantung pada besarnya nilai Y .

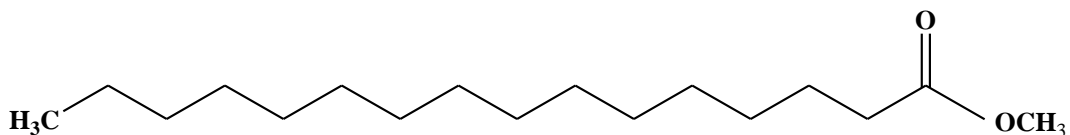


Bila $Y = H$, maka $m/z = 44$

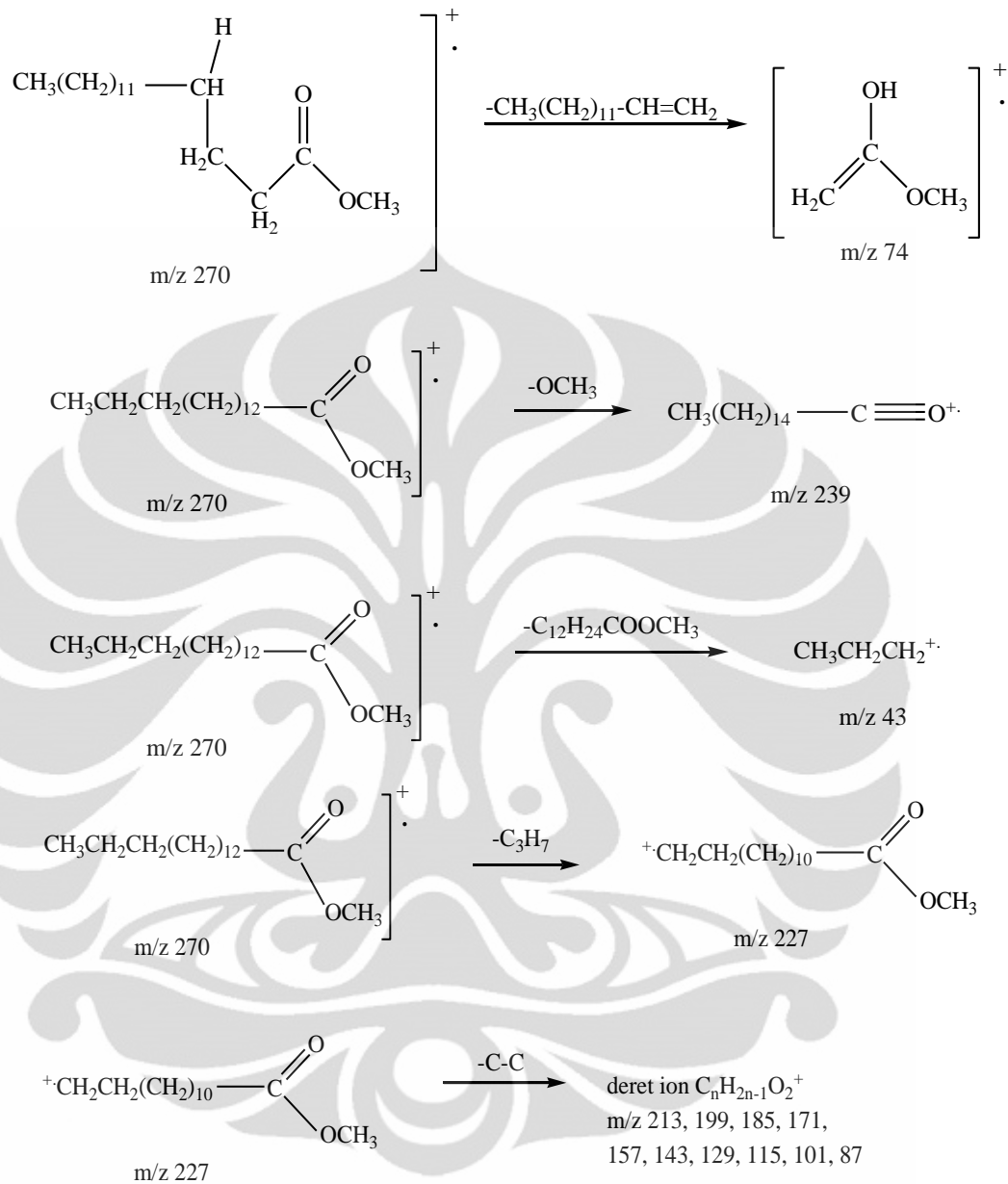
Bila $Y = CH_3$, maka $m/z = 58$

Bila $Y = OCH_3$, maka $m/z = 74$

Puncak m/z 239 berasal dari $C_{16}H_{31}O^+$ yang dihasilkan oleh lepasnya gugus metoksi ($-OCH_3$) dari puncak ion molekuler. Sedangkan pecahan dengan nilai m/z 43 diperoleh dari lepasnya $C_{12}H_{24}COOCH_3$. Puncak-puncak pada m/z 87, 101, 115, 129, 143, 157, 171, 185, 199, 213, 227, dan 239 merupakan pola fragmentasi karena adanya pemecahan pada tiap ikatan C-C dan dikenal sebagai pola fragmentasi deret ion $C_nH_{2n-1}O_2^+$ (Silverstein *et al*, 1991). Pola fragmentasi ini merupakan pola fragmentasi karakteristik untuk senyawa-senyawa golongan ester rantai panjang.



Gambar 4.11 Struktur metil palmitat



Gambar 4.12 Mekanisme fragmentasi senyawa metil palmitat

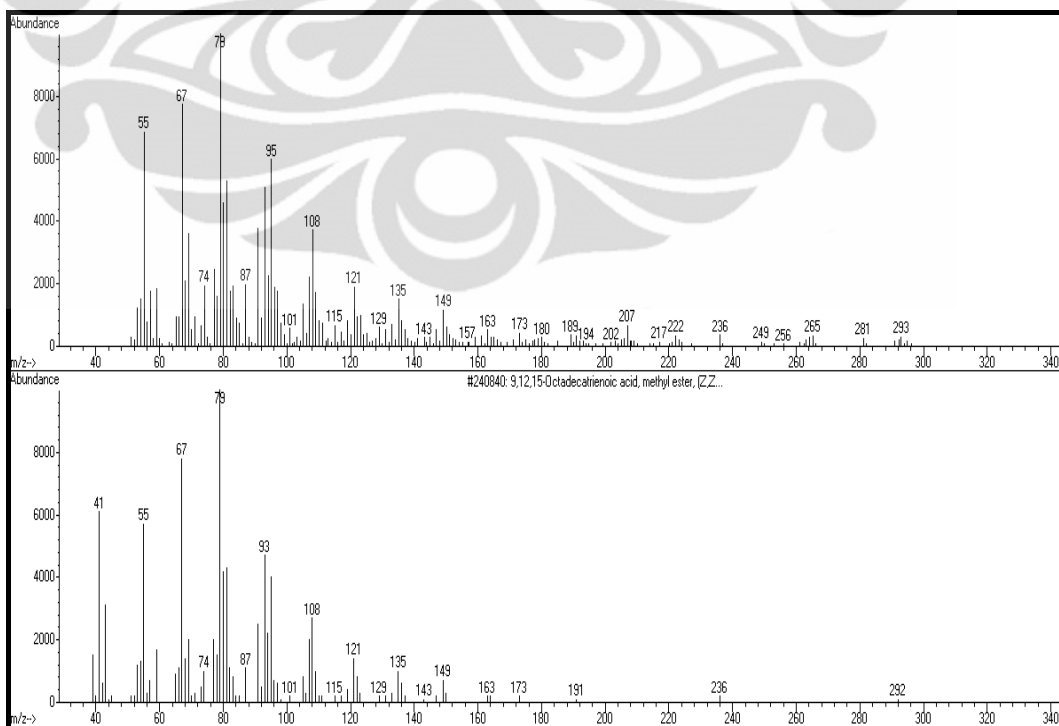
- Komponen dengan $R_t = 13,73$ menit memberikan puncak-puncak pada spektrum MS dengan nilai m/z sebagai berikut : 293, 281, 265, 256, 249, 236, 222, 217, 207, 202, 194, 173, 163, 149, 143, 135, 129, 121, 115, 108, 101, 95, 87, 79, 74, 67, 55. Berdasarkan hasil pendekatan literatur menggunakan spektra massa, dapat diperkirakan bahwa komponen dengan nilai R_t sebesar 13,73 menit merupakan senyawa 9,12,15 oktadekatrienoat

(metil linolenat) dengan derajat kemiripan (quality) sebesar 96%, seperti yang terlihat pada Tabel 4.6 dan Gambar 4.13 berikut ini.

Tabel 4.6 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=13,73 menit) dengan metil linolenat

No.	m/z fraksi 1	m/z metil linolenat	No.	m/z fraksi 1	m/z metil linolenat
1	293	292	15	143	143
2	281	-	16	135	135
3	265	-	17	129	129
4	256	-	18	121	121
5	249	-	19	115	115
6	236	236	20	108	108
7	222	-	21	101	101
8	217	-	22	95	93
9	207	-	23	87	87
10	202	-	24	79*	79*
11	194	191	25	74	74
12	173	173	26	67	67
13	163	163	27	55	55
14	149	149	28	-	41

* = base peak spektra massa

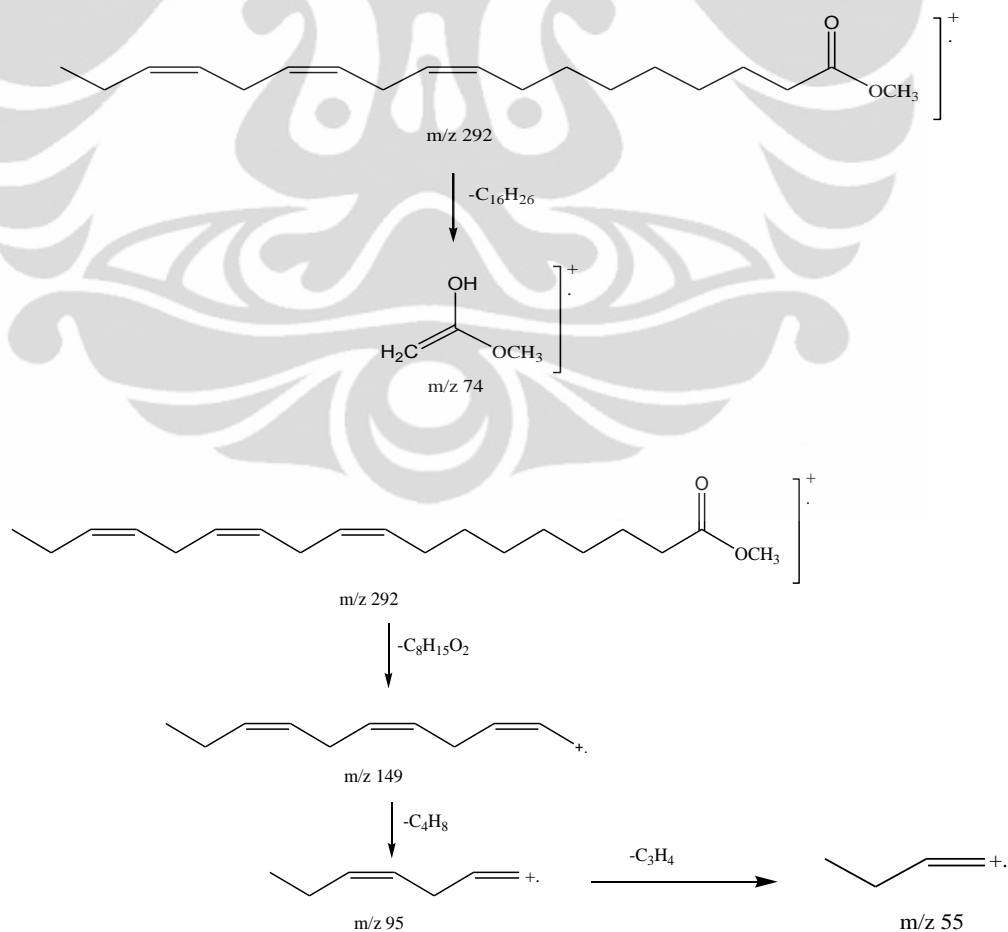


Gambar 4.13 Spektra MS fraksi 1 (Rt=13,73 menit) dan metil linolenat

Dari Gambar 4.13 di atas terlihat ion molekul senyawa ini pada m/z 292. Pecahan dengan m/z 74 (*base peak*) berasal dari $C_3H_6O_2^+$ yang terbentuk karena adanya pemutusan ikatan pada posisi β - melalui penataan ulang Mc Lafferty. Pecahan m/z 149 berasal dari lepasnya $C_8H_{15}O_2$ dari ion molekul. Pecahan m/z 95 berasal dari lepasnya C_4H_8 dari fragmen dengan m/z 149. Lepasnya C_3H_4 dari pecahan dengan m/z 95 menghasilkan fragmen dengan nilai m/z 55.



Gambar 4.14 Struktur metil linolenat



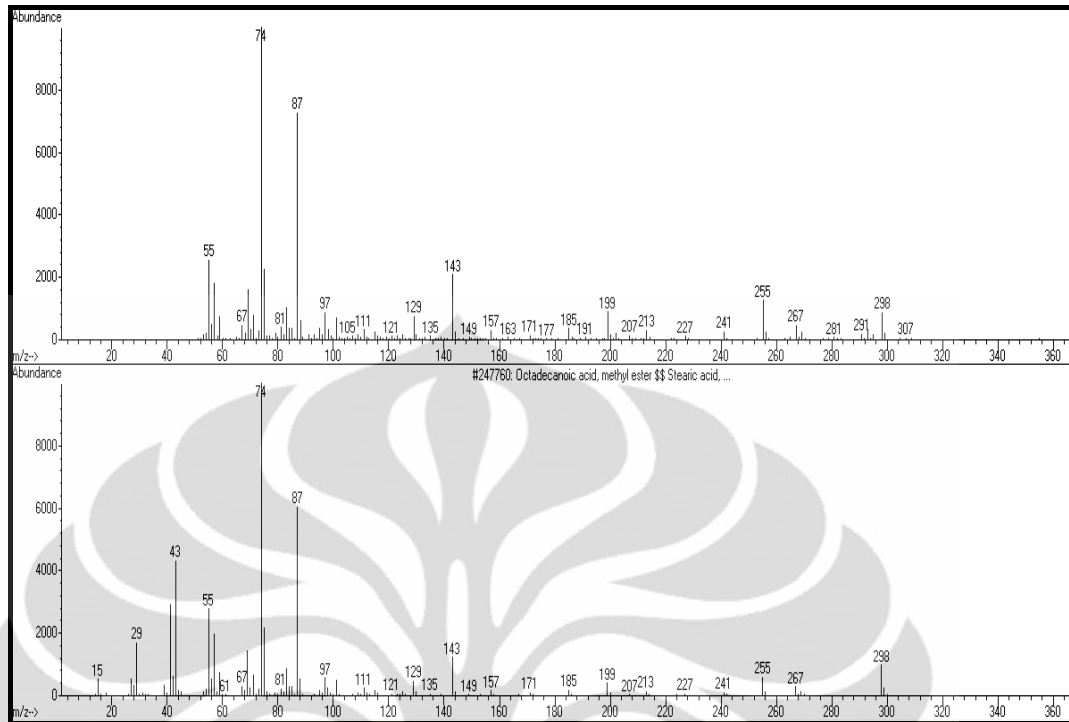
Gambar 4.15 Mekanisme fragmentasi senyawa metil linolenat

- Komponen dengan $R_t = 13,85$ menit memberikan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut : 298, 267, 255, 241, 227, 213, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 111, 101, 87, 74, 55. Berdasarkan hasil pendekatan literatur menggunakan spektra massa, dapat diperkirakan bahwa komponen dengan nilai R_t 13,85 menit merupakan senyawa metil oktadekanoat (metil stearat) dengan derajat kemiripan (quality) sebesar 98%, seperti yang terlihat pada Tabel 4.7 dan Gambar 4.16 berikut ini.

Tabel 4.7 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 ($R_t=13,85$ menit) dengan metil stearat

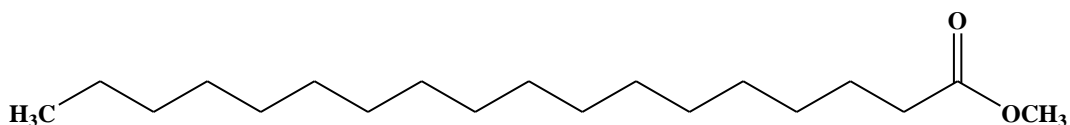
No.	m/z fraksi 1	m/z metil stearat
1	298	298
2	267	267
3	255	255
4	241	241
5	227	227
6	213	213
7	199	199
8	185	185
9	171	171
10	157	157
11	143	143
12	129	129
13	111	111
14	101	101
15	87	87
16	74*	74*
17	55	55
18	-	43

*= *base peak* spektra massa

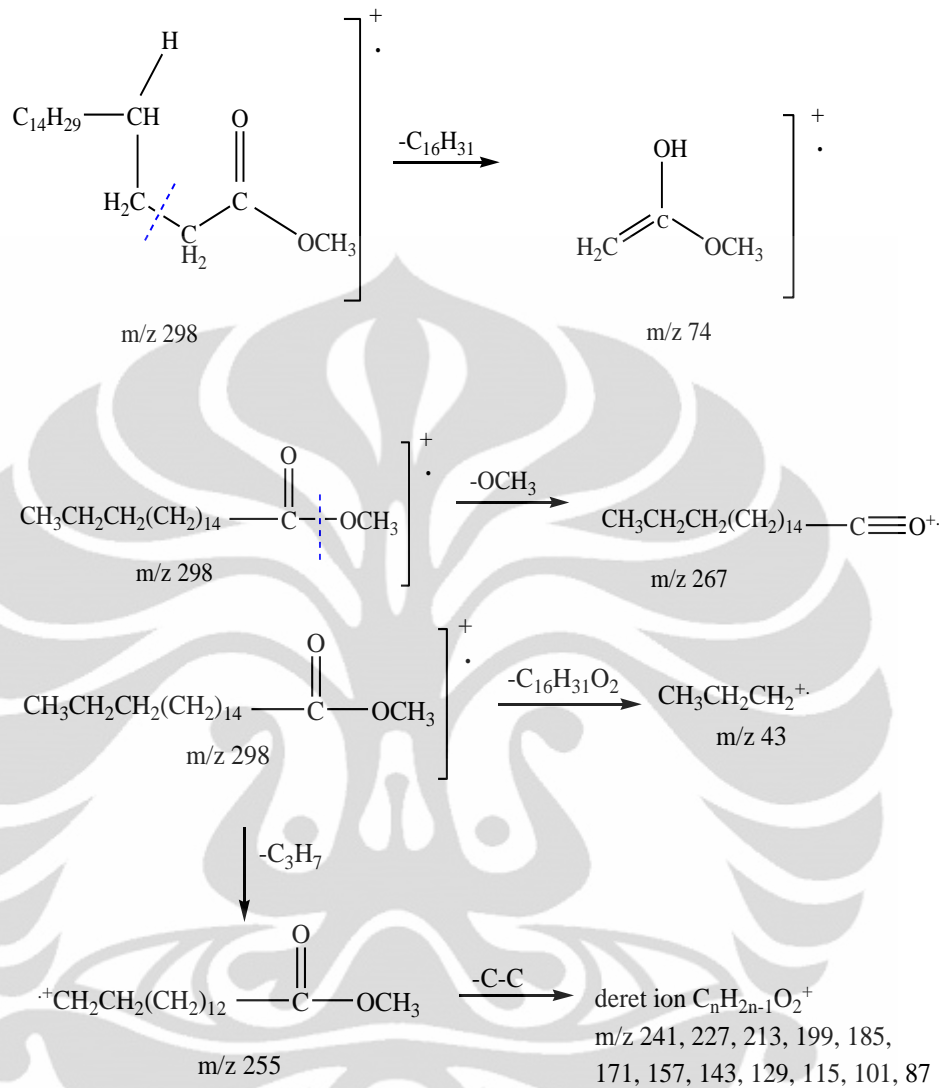


Gambar 4.16 Spektra MS fraksi 1 ($R_t=13,85$ menit) dan metil stearat

Dari gambar spektra MS di atas, terlihat ion molekuler (M^+) pada 298 yang berasal dari $C_{19}H_{38}O_2^+$. Puncak m/z 74 (100%) sebagai puncak dasar (base peak) yang berasal dari $C_3H_6O_2^+$ terbentuk melalui penataan ulang Mc Lafferty. Pecahan m/z 267 berasal dari $C_{18}H_{35}O^+$ yang dihasilkan dari lepasnya gugus metoksi ($-OCH_3$) dari ion molekuler. Kemudian pecahan m/z 255 dihasilkan karena lepasnya C_3H_7 dari ion molekuler. Puncak-puncak pada m/z 87, 101, 115, 129, 143, 157, 171, 185, 199, 213, 227, dan 241 merupakan deret $C_nH_{2n-1}O_2^+$ yang dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Lepasnya $C_{16}H_{31}O_2$ dari ion molekuler menghasilkan puncak dengan nilai m/z 43. Pada spektrum standar metil stearat, puncak dengan m/z 115 tidak terlihat jelas dikarenakan intensitasnya yang sangat kecil sehingga yang terlihat adalah puncak dengan m/z 111.



Gambar 4.17 Struktur metil stearat



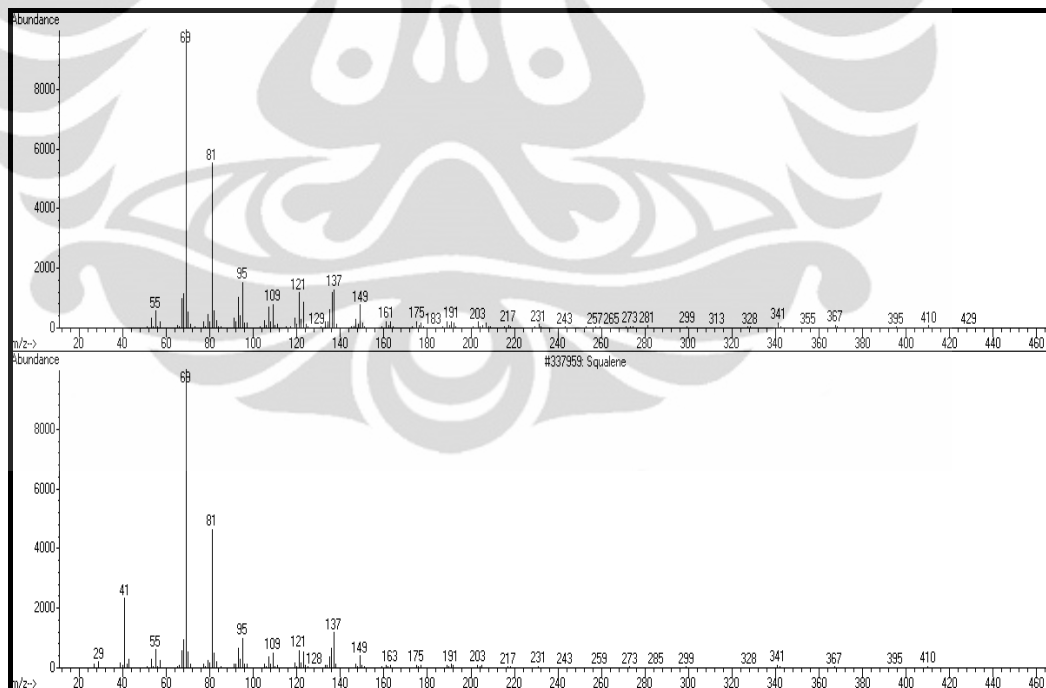
Gambar 4.18 Mekanisme fragmentasi senyawa metil stearat

Selain mengandung senyawa metil ester, pada fraksi 1 juga terkandung suatu senyawa terpenoid. Hal ini terlihat pada kromatogram GC dengan waktu retensi 18,06 menit. Berdasarkan hasil pendekatan literatur menggunakan spektra massa, dapat diperkirakan bahwa komponen dengan waktu retensi 18,06 menit merupakan squalene dengan derajat kemiripan (quality) sebesar 98%, seperti yang terlihat pada Tabel 4.8 dan Gambar 4.19 berikut ini.

Tabel 4.8 Perbandingan fragmentasi m/z fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dengan squalene

No.	m/z fraksi 1	m/z squalene	No.	m/z fraksi 1	m/z squalene
1	410	410	14	203	203
2	395	395	15	191	191
3	367	367	16	175	175
4	341	341	17	161	163
5	328	328	18	149	149
6	299	299	19	137	137
7	281	285	20	129	128
8	273	273	21	121	121
9	265	-	22	109	109
10	257	259	23	95	95
11	243	243	24	81	81
12	231	231	25	69*	69*
13	217	217	26	55	55

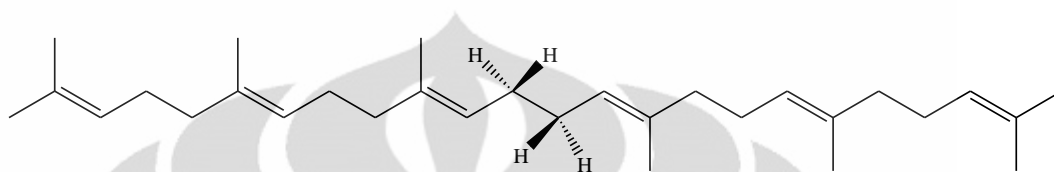
*= base peak spektra massa



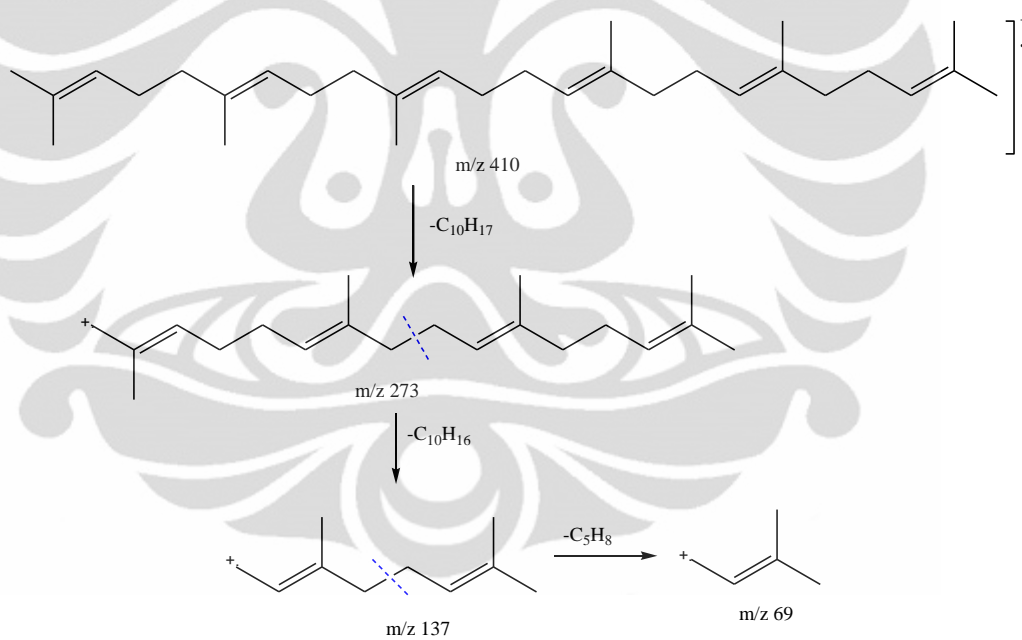
Gambar 4.19 Spektra MS fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dan squalene

Dari gambar spektra MS di atas, ion molekul (M^+) 410 berasal dari $C_{30}H_{50}^+$. Fragmen dengan m/z 395 berasal dari lepasnya CH_3 . *Base peak* (puncak dasar) terdapat pada m/z 69 yang berasal dari $C_5H_9^+$ yang merupakan suatu

bentuk isopren yaitu unit penyusun senyawa terpen. Fragmen dengan m/z 273 berasal dari lepasnya $C_{10}H_{17}$ dari ion molekul. Fragmen m/z 273 terpecah menjadi fragmen dengan nilai m/z 137 yang berasal dari lepasnya $C_{10}H_{16}$. Fragmen m/z 55 berasal dari lepasnya CH_2 dari fragmen dengan m/z 69.



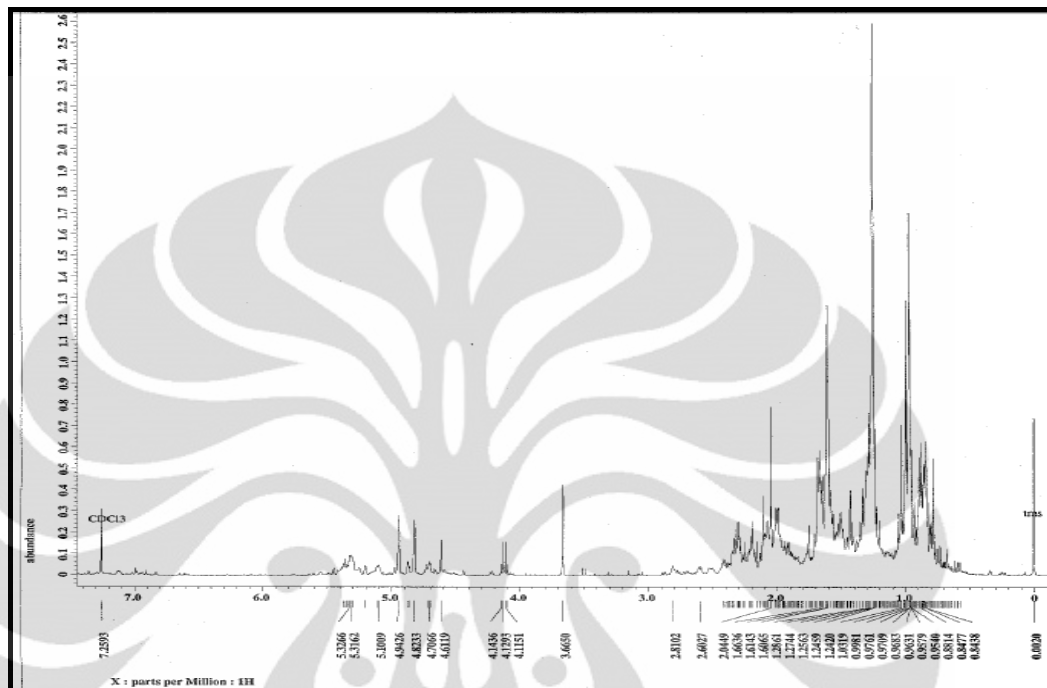
Gambar 4.20 Struktur squalene



Gambar 4.21 Mekanisme fragmentasi squalene

4.4.3 Analisis ^1H NMR

Untuk mendukung hasil analisis FT-IR dan GC-MS, dilakukan analisis spektroskopi menggunakan spektrometer ^1H -NMR. Spektrum ^1H -NMR fraksi 1 dapat dilihat pada Gambar 4.22 di bawah ini.



Gambar 4.22 Spektrum ^1H NMR fraksi 1

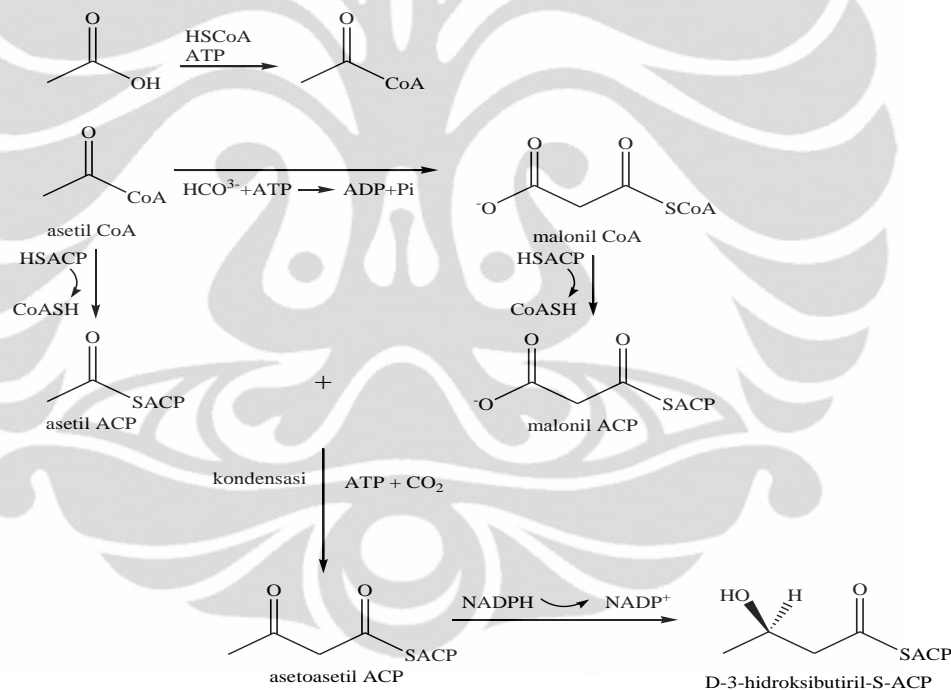
Hasil analisis fraksi 1 dengan ^1H NMR memberikan puncak-puncak serapan pada pergeseran sebagai berikut :

- proton dari gugus metil (CH_3) berada pada daerah 0,9-1 ppm.
- proton dari gugus metilen ($-\text{CH}_2-$) berada pada daerah 1-2 ppm. Pada daerah tersebut muncul puncak yang lebar dan tinggi, puncak ini terjadi karena proton-proton pada CH_2 asam lemak mendekati ekuivalen sehingga pergeseran kimianya memiliki perbedaan yang sangat kecil akibatnya puncak-puncak akan bergabung menjadi suatu singlet dan melebar dimana puncak-puncak tengah suatu multiplet makin tinggi sementara puncak-puncak pinggir akan mengecil. Peristiwa ini dikenal dengan gejala pemiringan (Fessenden, 1999).
- proton dari gugus CH_2 pada posisi α - dari gugus karbonil suatu ester ($-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$) berada pada daerah serapan 2-3 ppm.
- proton metil ester ($\text{CH}_3-\text{O}-\text{CO}$) berada pada daerah 3-4 ppm.

- proton-proton olefinik atau sp^2 ($-\text{CH}=\text{CH}-$) berada pada daerah antara 4-5 ppm.

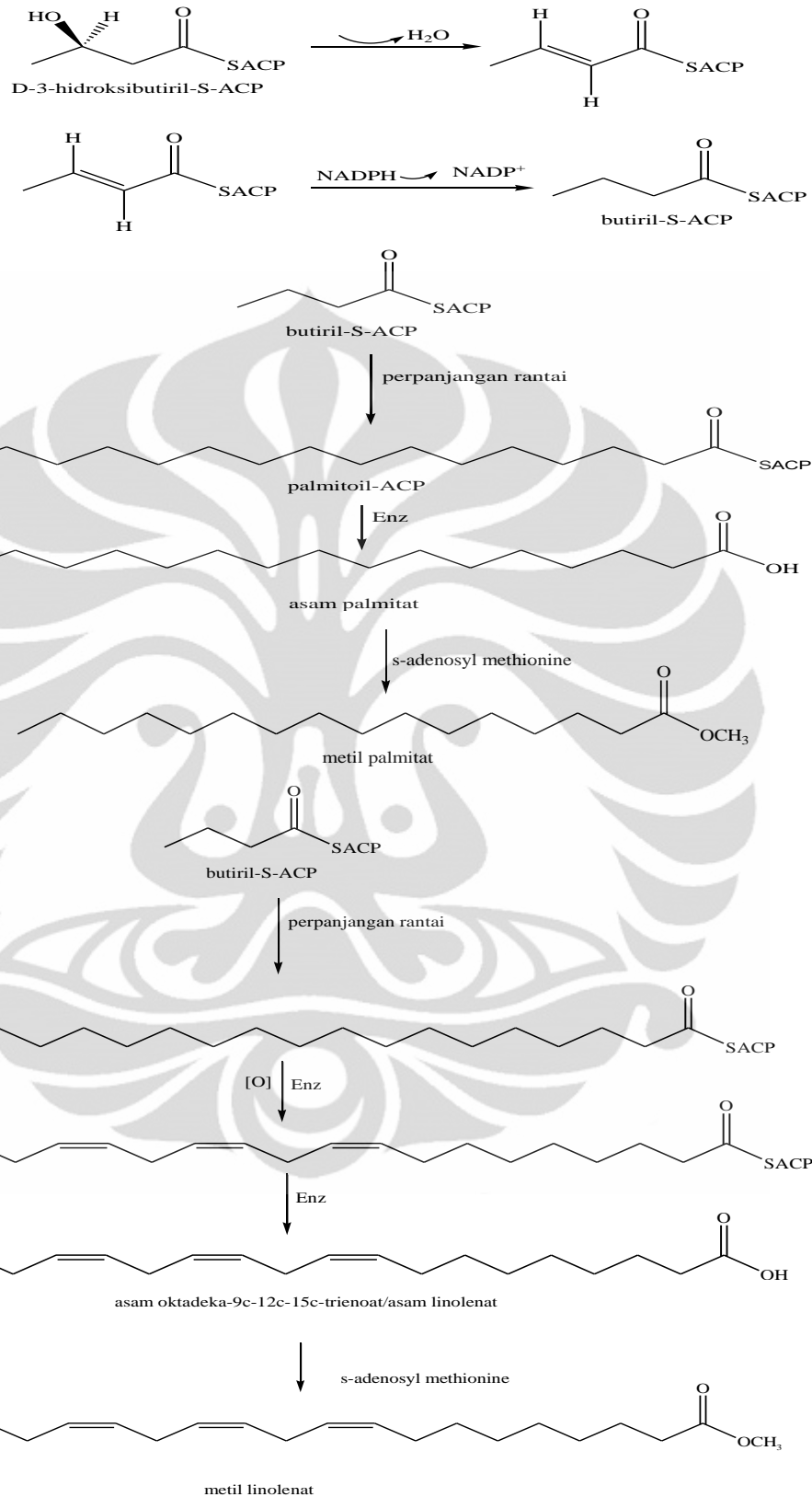
Senyawa yang berhasil diisolasi dari daun jambu biji Australia pada fraksi netral yaitu berupa senyawa metil ester asam lemak (metil palmitat, metil stearat, dan metil linolenat) dan senyawa terpenoid (squalene). Senyawa tersebut memiliki jalur biosintesis yang khas.

- Senyawa metil palmitat, metil stearat, dan metil linolenat merupakan senyawa kimia hasil dari polimerisasi unit asetil ($\text{CH}_3\text{CO}-$). Unit dasar berupa asetil koenzim-A bergabung membentuk poliketida lurus melalui beberapa tahap. Jalur biosintesis senyawa tersebut yaitu :

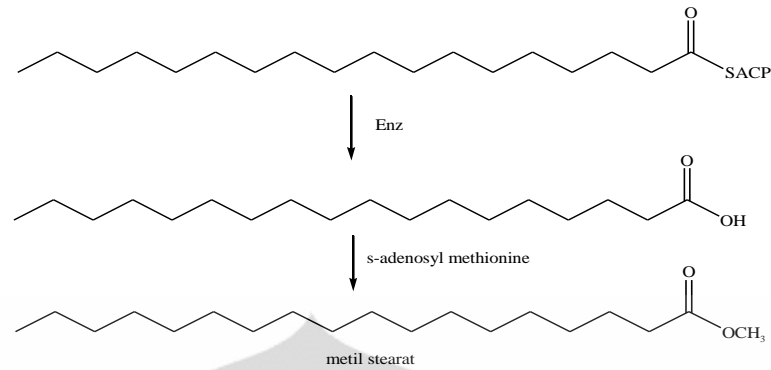


Gambar 4.23 Jalur biosintesis senyawa metil ester asam lemak

[Sumber : J. Mann, 1980]



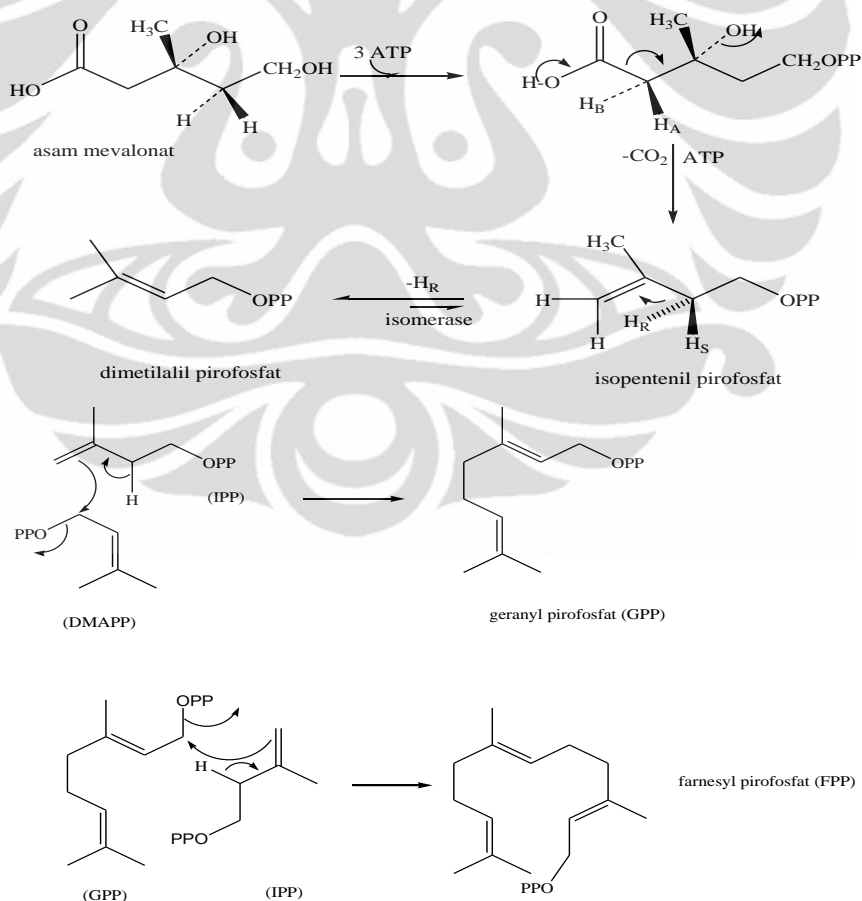
Gambar 4.23 Jalur biosintesis senyawa metil ester asam lemak (lanjutan)



Gambar 4.23 Jalur biosintesis senyawa metil ester asam lemak (lanjutan)

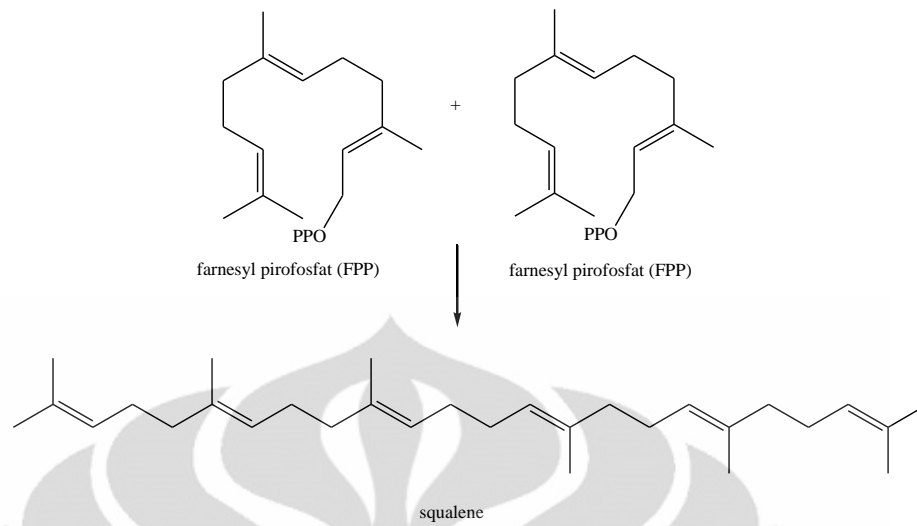
- Squalene merupakan salah satu senyawa golongan terpenoid yang memiliki atom C sebanyak 30 buah (triterpen). Senyawa terpenoid dibentuk dari unit-unit isopren yang berulang.

Jalur biosintesis squalene yaitu sebagai berikut :



Gambar 4.24 Jalur biosintesis squalene

[Sumber : Herbert, 1989]



Gambar 4.24 Jalur biosintesis squalene (lanjutan)

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Hasil isolasi senyawa kimia dari fraksi netral daun jambu biji Australia (*Psidium guajava* L.) diperoleh satu fraksi berupa minyak berwarna kuning dengan berat 130,5 mg.

Berdasarkan hasil identifikasi molekul senyawa kimia menggunakan FT-IR, GC-MS, dan ^1H NMR diketahui bahwa fraksi 1 mengandung suatu metil ester asam lemak dan senyawa terpenoid, yaitu :

- Metil heksadekanoat (metil palmitat) dengan rumus molekul $\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$ dan berat molekul 270.
- Metil oktadekanoat (metil stearat) dengan rumus molekul $\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_2$ dan berat molekul 298.
- Metil oktadekatrienoat (metil linolenat) dengan rumus molekul $\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{O}_2$ dan berat molekul 292.
- Squalene dengan rumus molekul $\text{C}_{30}\text{H}_{50}$ dan berat molekul 410.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, disarankan untuk :

- Identifikasi senyawa hasil pemurnian menggunakan C-NMR untuk memperkuat hasil analisis spektroskopi.
- Mengadakan penelitian lanjutan berupa pemisahan fraksi yang lain, yaitu fraksi asam dan fraksi fenolik sehingga didapatkan senyawa-senyawa lain yang terdapat pada fraksi tersebut. Selain itu dapat dilakukan uji aktivitas dari senyawa-senyawa tersebut.



DAFTAR PUSTAKA

- Agoes, Goeswin. (2007). Teknologi Bahan Alam. Bandung : ITB.
- Arima, H., and Danno, G. (2002). Isolation of antimicrobial compounds from guava (*Psidium guajava* L.) and their structural elucidation, *Biosci. Biotechnol. Biochem.* 66(8), 1727-1730.
- Begum S, Hassan SI, Siddiqui BS. (2004). Two new triterpenoids from the fresh leaves of *Psidium guajava*. *Planta Med.* 68(12),1149-52.
- Chen, H.Y., and Yen, G.C. (2007). Antioxidant activity and free radical-scavenging capacity of extracts from guava (*Psidium guajava* L.) leaves, *Food Chemistry*: 101(2), 686-694.
- Flaming, I., Williams, D.H. (1980). Spectroscopic Methods in Organic Chemistry. London : McGraw-Hill.
- Gutierrez, P.M.P., Mitchell, S., and Solis, R.V. (2008). *Psidium guajava*: a review of its traditional uses, phytochemistry and pharmacology, *J. Ethnopharmacol.* 117(1). 1-27.
- Herbert, Richard. B. (1989). Biosintesis Metabolit Sekunder, Edisi Kedua. London: Chapman and Hall.
- Howe, I., Williams, D. H. (1981). Mass Spectrometry Principles and Applications, second Edition. London: McGraw-Hill.
- Jairaj P, Khoohaswan P, Wongkrajang Y, Peungvicha P, Suriyawong P, Saraya ML, Ruangsomboon O. (1999). Anticough and antimicrobial activities of *Psidium guajava* Linn. leaf extract. *J. Ethnopharmacol.* 67: 203-212.
- Kamath, J.V., Rahul, N., Kumar, C.K.A., and Lakshmi, S.M. (2008). *Psidium guajava* L: a review, *Int. J. Green Pharmacy*, 2(1), 9-12.
- Li J, Chen F, Luo J. (1999). GC-MS analysis of essential oil from the leaves of *Psidium guajava*. *Zhong Yao Cai.* Feb;22(2):78-80.
- Lozoya, X., Meckes, M., Abou-Zaid, M., Tortoriello, J., Nozzolillo, C., Amason. (1994). Quercetin glycosides in *Psidium guajava* L. leaves and determination of spasmolytic principle. *Arch. Med. Res.*, 25:11-15.

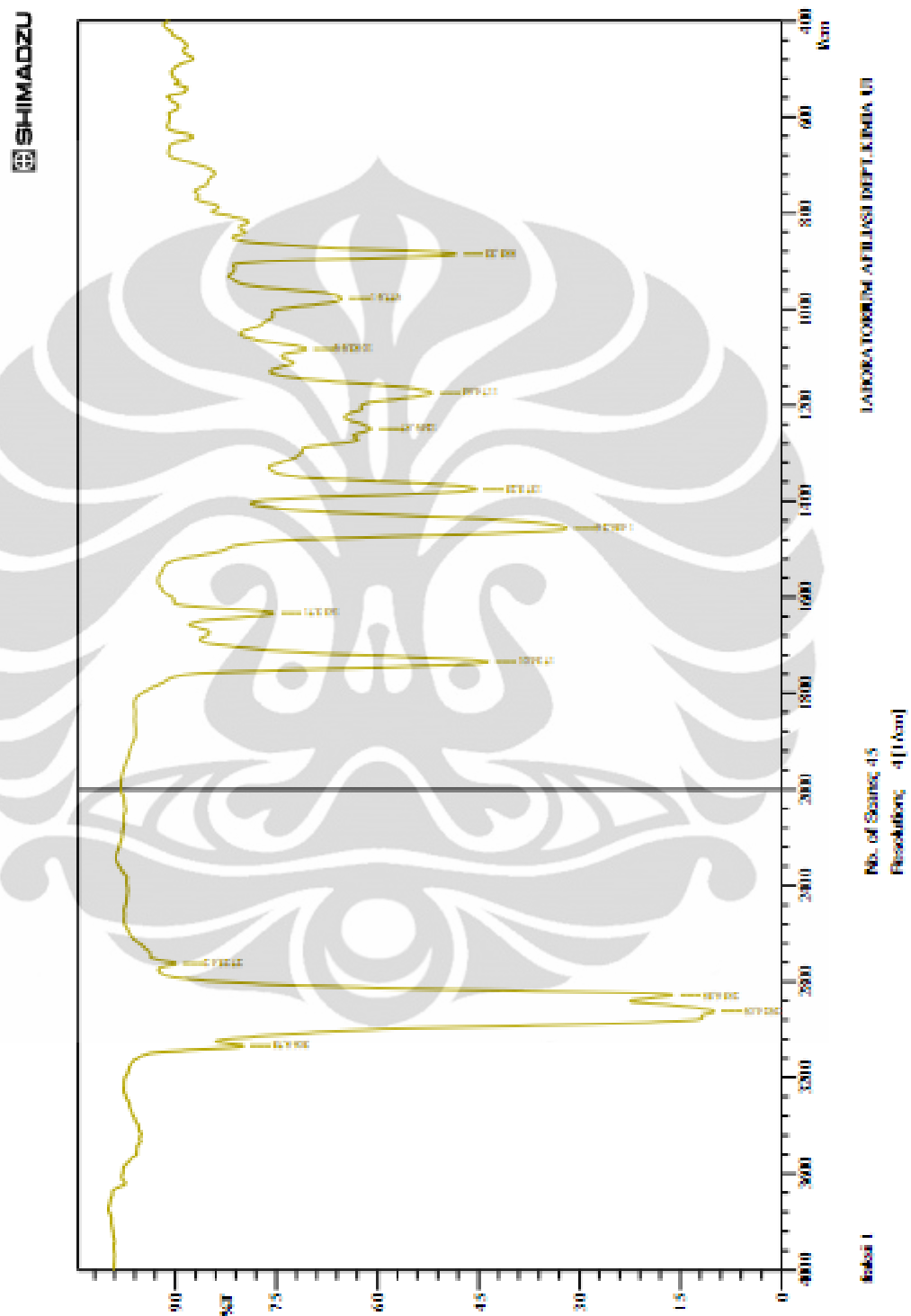
- Lutterodt GD. (1992). Inhibition of Microlax-induced experimental diarrhoea with narcotic-like extracts of *Psidium guajava* leaf in rats. *J Ethnopharmacol.* Sep;37(2):151-7.
- Mann, J. (1980). Secondary Metabolism, second Edition. Oxford: Clarendon Press.
- Meckes, M., Calzada, F., Tortoriello, J., González, J.L., Martinez, M. (1996). Terpenoids isolated from *Psidium guajava* hexane extract with depressant activity on central nervous system. *Phytother. Res.*, **10**:600-603.
- Mucsi I, Pragai BM. (1985). Inhibition of virus multiplication and alteration of cyclic AMP level in cell cultures by flavonoids. *Experientia.*41:930-1.
- Ojewole J.A. (2005). Hypoglycemic and hypotensive effects of *Psidium guajava* Linn. (Myrtaceae) leaf aqueous extract. *Methods Findings Exp. Clin. Pharmacol.* 27: 689-695.
- Ojewole, J.A. (2006). Antiinflammatory and analgesic effects of *Psidium guajava* Linn. (Myrtaceae) leaf aqueous extract in rats and mice. *Methods and Findings in Experimental and Clinical Pharmacology.* 28(7): 441-446.
- Qadan F, Thewaini AJ, Ali DA, Afifi R, Elkhawad A, Matalka KZ (2005). The antimicrobial activities of *Psidium guajava* and *Junglans regia* leaf extracts to acne-developing organisms. *Am. Chin. Med.* 33: 197-204.
- Qian, H., and Nihorimbere, V. (2004). Antioxidant power of phytochemicals from *Psidium guajava* leaf, *J. Zhejiang Univ. Sci.*, 5(6), 676-683.
- Rattanachaikunsopon, P., and Phumkhachom, P. (2010). Contents and antibacterial activity of flavonoids extracted from leaves of *Psidium guajava*. 4(5), 393-396.
- Razak FA, Othman RY, Rahim ZH. (2006). The effect of *Piper betle* and *Psidium guajava* extracts on the cell-surface hydrophobicity of selected early settlers of dental plaque. *J. Oral Sci.* 48: 71-75.
- Roy, C.K., Kamath, J.V., Asad, M. (2008). Hepatoprotective activity of *Psidium guajava* Linn. leaf extract, *Indian J. Exp. Biol.*, 44(4), 305-311.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1985). Kromatografi. Yogyakarta: liberty Yogya.
- Silverstein, Bassler, Murril. 1991. Spectrometric Identification of Organic Compounds, fifth Edition. California: John Wiley & Sons. Inc

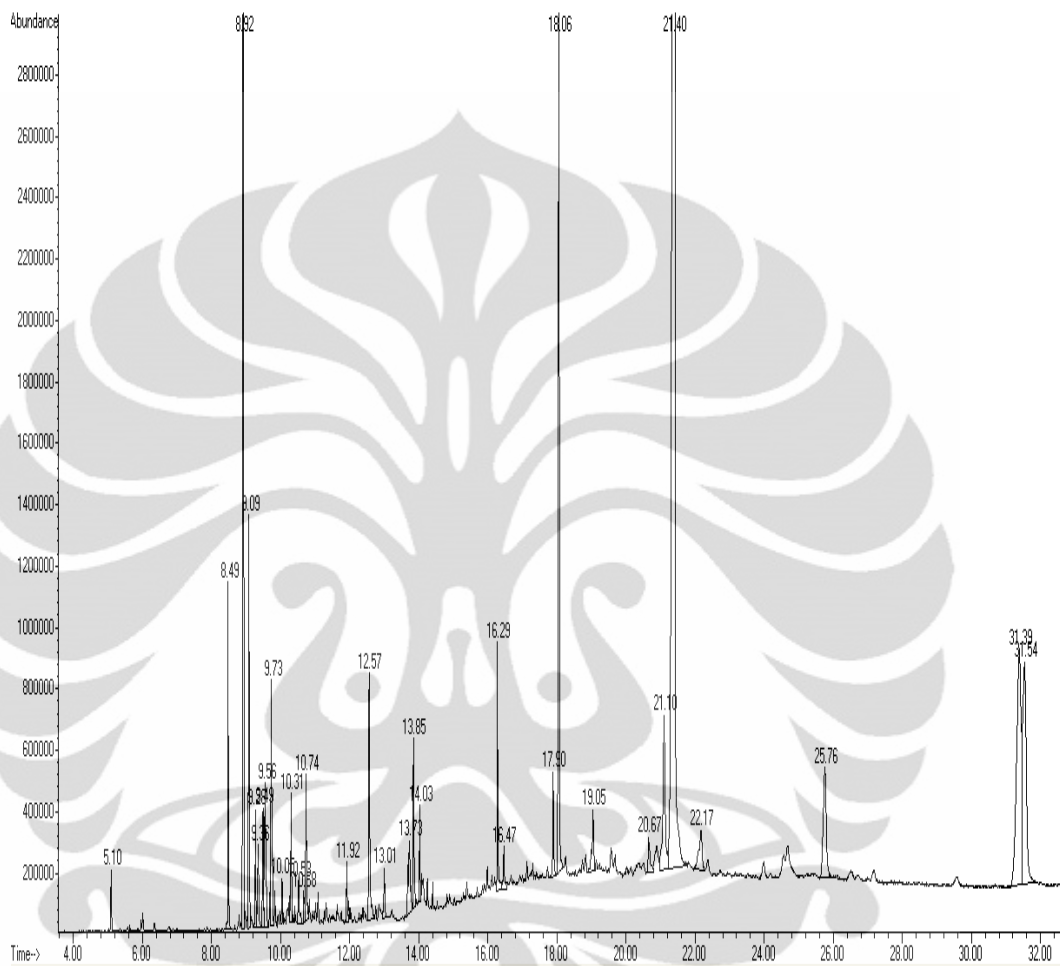
- Skoog, D. A., Holler, F. J, Nieman, A. T. (1997). Principle of Instrumental Analysis, fifth Edition. New York: Harcourt Brace & Company.
- Sudjadi, M.S. (1995). Penentuan Struktur Senyawa Organik. Jakarta: Ghalia Indonesia
- Sunardi. (2000). Elektrolisa dan Cara-Cara Pemisahan. Jurusan Kimia FMIPA UI. Depok.
- Yang, X.L., Hsieh, K.L., and Liu, J.K. (2007). Guajadial: an unusual meroterpenoid from guava leaves *Psidium guajava*, Organic Letters, 9(24), 5135-5138.
- http://worldagroforestry.org/treedb2/AFTPDFS/Psidium_guajava.pdf.
diakses pada 20 Januari 2011, pukul 10.30 WIB
- <http://google.co.id/imghp/jambu-biji-australia>.
diakses pada 13 Januari 2011, pukul 11.30 WIB
- <http://lookchem.com>, diakses pada 13 Januari pukul 12.00 WIB
- <http://books.google.co.id/books/jambubiji-budidaya-pemanfaatan>.
diakses pada 13 Januari 2011, pukul 11.05 WIB
- <http://chemedu09.blogspot.com/2011/05/kromatografi-bagian-1.html>
diakses pada 20 Mei 2011, pukul 14.00 WIB
- <http://digilib.unimus.ac.id/download.php?id=5883>.
diakses pada 20 Mei 2011, pukul 15.00 WIB
- <http://google.co.id/imgres?imgurl=kromatografi.html>
diakses pada 20 Mei 2011, pukul 15.00 WIB

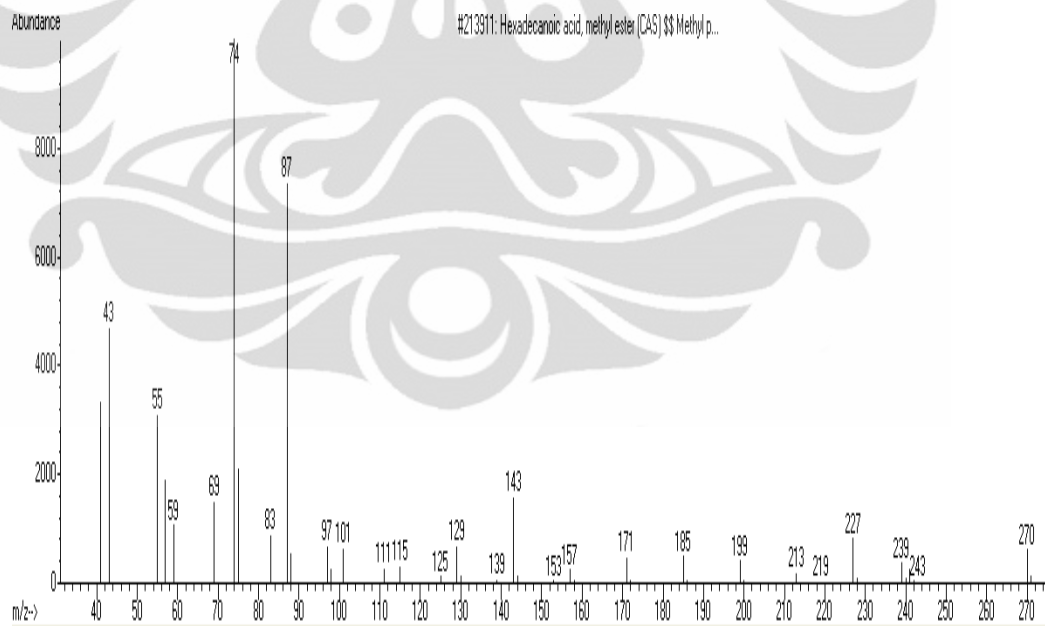
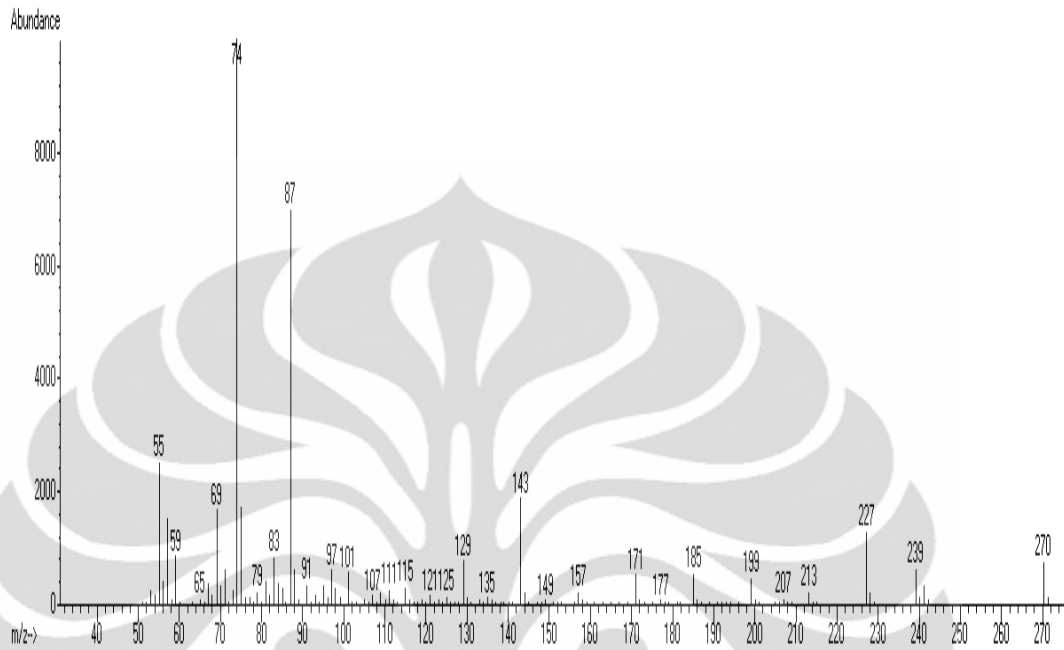
Lampiran 1 Hasil determinasi tanaman jambu biji Australia
(*Psidium guajava* L.)

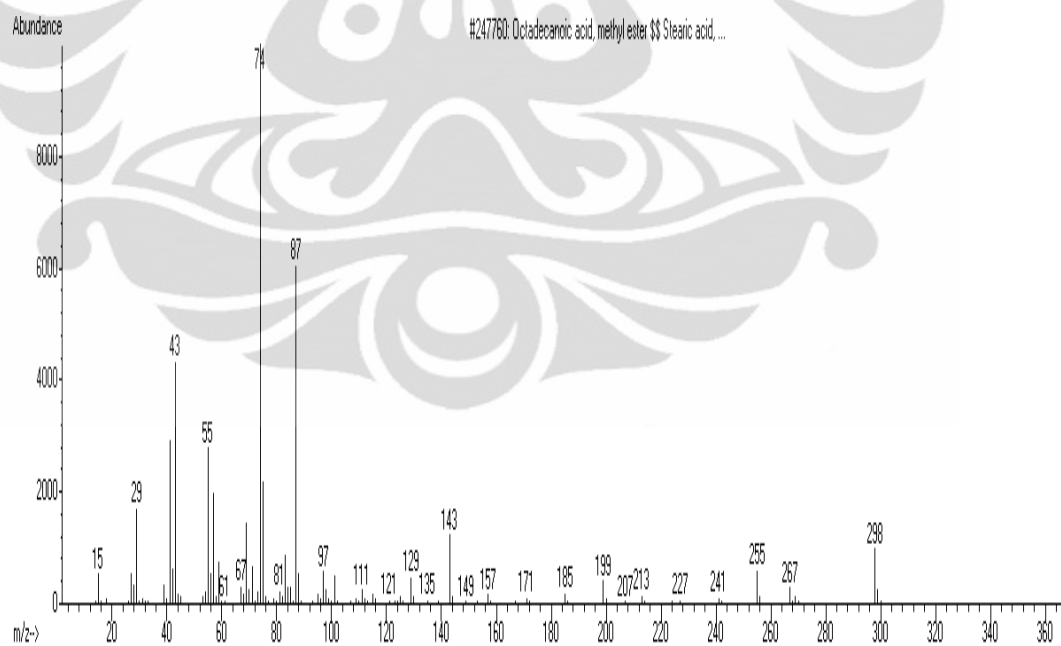
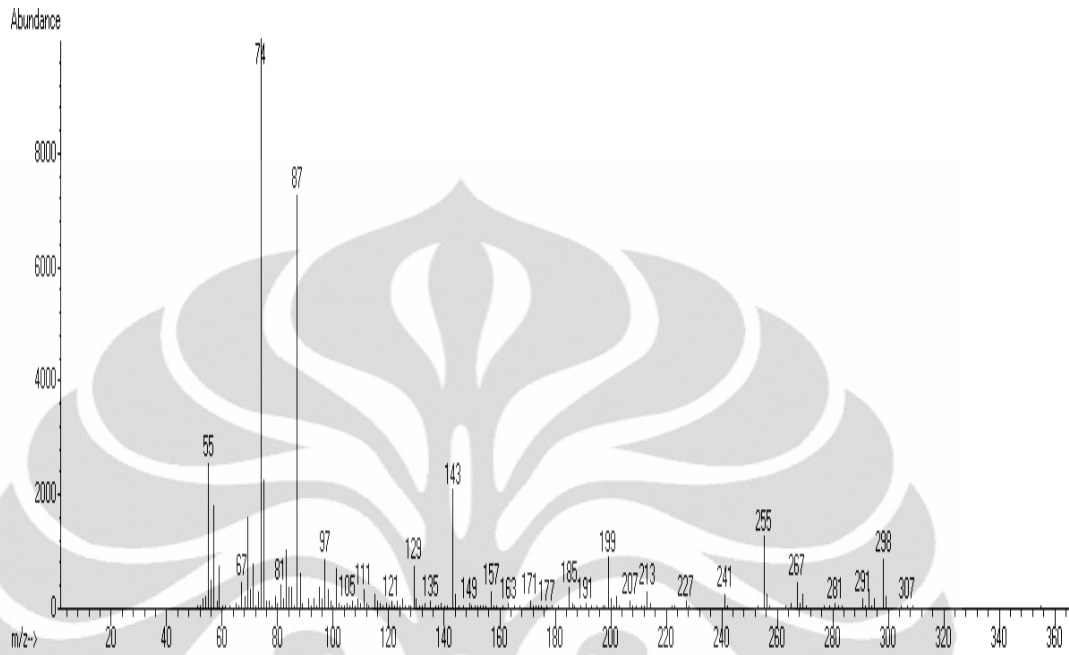
	LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA (Indonesian Institute of Sciences) PUSAT PENELITIAN BIOLOGI (Research Center for Biology) Jl. Raya Jakarta - Bogor Km. 46 Cibinong 16911, Indonesia P.O Box 25 Cibinong Telp. (021) 87907635 - 87907604 Fax. 87907612												
Cibinong, 25 Februari 2011													
Nomor	: <i>ib</i> /IPH.1.02/II.8/II/2011												
Lampiran	: -												
Perihal	: Hasil identifikasi/determinasi Tumbuhan												
Kepada Yth. Bpk./Ibu/Sdr(i). Yulinar Rachmasari NPM : 0706263580 Mhs. Univ. Indonesia Fakultas MIPA Kampus Depok 16424													
Dengan hormat, Bersama ini kami sampaikan hasil identifikasi/determinasi tumbuhan yang Saudara kirimkan ke "Herbarium Bogoriense", Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi-LIPI Bogor, adalah sebagai berikut :													
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;">No.</th> <th style="width: 20%;">No. Kol.</th> <th style="width: 55%;">Jenis</th> <th style="width: 20%;">Suku</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">1</td> <td>Jambu Biji (Duan Merah)</td> <td><i>Psidium guajava</i> L.</td> <td>Myrtaceae</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">2</td> <td>Jambu Biji (Buah Merah)</td> <td><i>Psidium guajava</i> L.</td> <td>Myrtaceae</td> </tr> </tbody> </table>	No.	No. Kol.	Jenis	Suku	1	Jambu Biji (Duan Merah)	<i>Psidium guajava</i> L.	Myrtaceae	2	Jambu Biji (Buah Merah)	<i>Psidium guajava</i> L.	Myrtaceae	
No.	No. Kol.	Jenis	Suku										
1	Jambu Biji (Duan Merah)	<i>Psidium guajava</i> L.	Myrtaceae										
2	Jambu Biji (Buah Merah)	<i>Psidium guajava</i> L.	Myrtaceae										
Demikian, semoga berguna bagi Saudara.													
Kepala Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi-LIPI,  Prof. Dr. Eko Baroto Walujo NIP. 195111041975011001													
D:\Ident 2011\Yulinar Rachmasari.doc\JJA-DG													
Page 1 of 1													

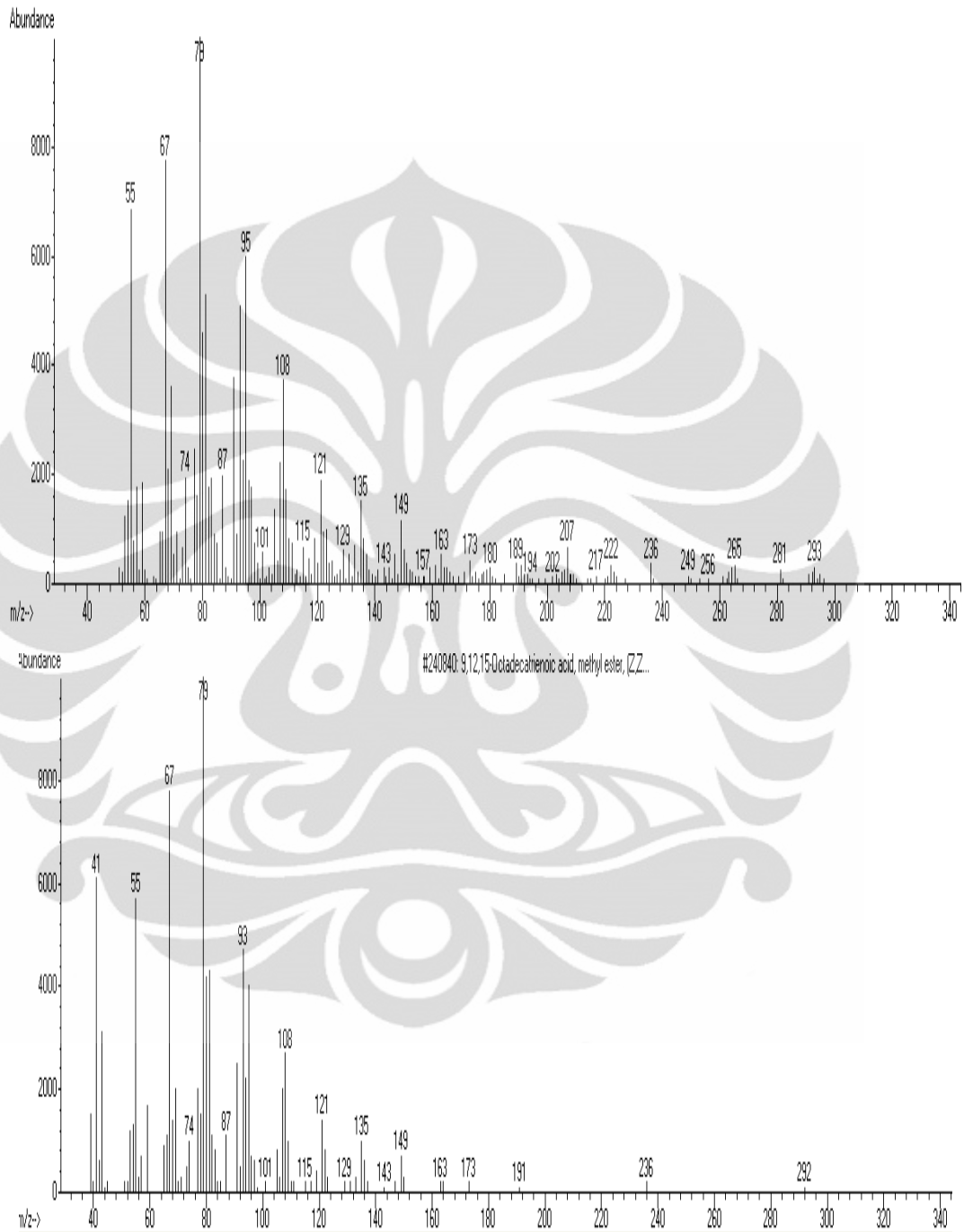
Lampiran 2 Spektrum FT-IR fraksi 1

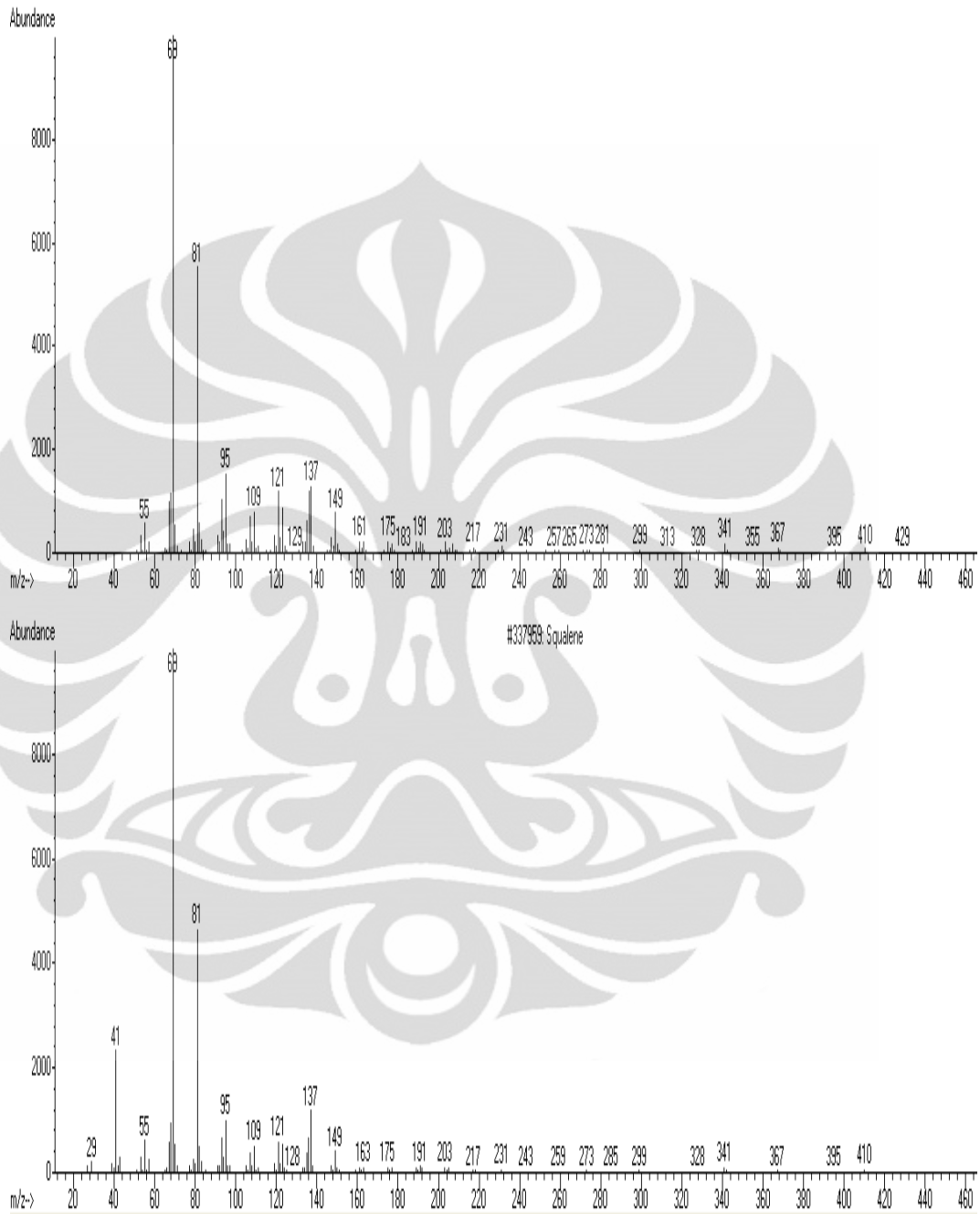


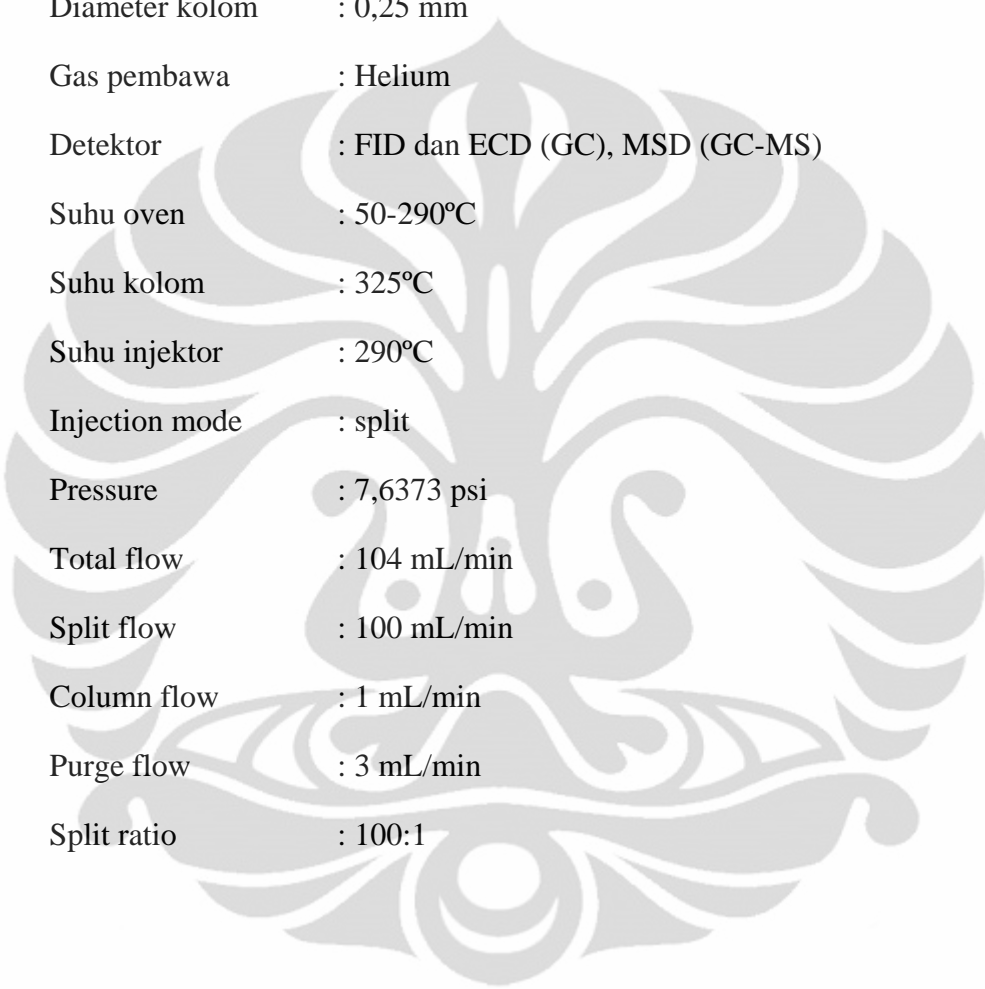
Lampiran 4 Kromatogram GC fraksi 1

Lampiran 5 Spektra MS fraksi 1 (Rt= 12,57 menit) dan metil palmitat

Lampiran 6 Spektra MS fraksi 1 (Rt= 13,85 menit) dan metil stearat

Lampiran 7 Spektra MS farksi 1 ($R_t=13,73$) dan metil linolenat

Lampiran 8 Spektra MS fraksi 1 (Rt=18,06 menit) dan squalene

Lampiran 9 Kondisi operasi GC-MS Agilent

Jenis kolom	: HP-5
Panjang kolom	: 30 m
Diameter kolom	: 0,25 mm
Gas pembawa	: Helium
Detektor	: FID dan ECD (GC), MSD (GC-MS)
Suhu oven	: 50-290°C
Suhu kolom	: 325°C
Suhu injektor	: 290°C
Injection mode	: split
Pressure	: 7,6373 psi
Total flow	: 104 mL/min
Split flow	: 100 mL/min
Column flow	: 1 mL/min
Purge flow	: 3 mL/min
Split ratio	: 100:1

Lampiran 10 Library Search Report GC-MS

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\
 Data File : EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI AUSTRALIA.D
 Acq On : 20 May 2011 12:40
 Operator : YULINAR R
 Sample : EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI AUSTRALIA
 Misc : S1 UI
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\wiley7n.1 Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - events.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	5.10	0.28	C:\Database\wiley7n.1 1,8-Cineole \$\$ 2-Oxabicyclo[2.2.2] octane, 1,3,3-trimethyl- (CAS) \$\$ Terpan \$\$ Zineol \$\$ Eucapur \$\$ p-C ineole \$\$ Cajeputol \$\$ Eucalyptol \$\$ Cucalyptol \$\$ Zedoary oil \$\$ 1, 8-Epoxy-p-menthane \$\$ 2-Oxa-1,3,3- trimethylbicyclo[2.2.2]octane \$\$ 1 ,3,3-Trimethyl-2- Eucalyptol	53139	000470-82-6	99
				53130	000470-82-6	98
				53138	000470-82-6	97
2	8.50	1.76	C:\Database\wiley7n.1 .alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0. 0(2,7)]dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl)-, stereoisomer (CAS) \$\$ Tricyclo[4.4.0.0(2,7)]dec-3-e ne, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl) -, st (CAS) \$\$ Copaene \$\$ Copae n \$ (-)-.alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0.0(2,7)]dec- Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0.02,7]dec -3-ene, 1,3-dimethyl-8-(1-methylet hyl)-, stereoisomer \$\$ Tricyclo[4. 4.0.02,7]dec-3-ene, 8-isopropyl-1, 3-dimethyl-, (1R,2S,6S,7S,8S)-(-)- \$\$.alpha.-Copaene \$\$ (-)-.alpha. -Copaene \$\$ Copae n \$\$ Tricyclo[4.4 .0.0(2,7)]dec-3-e .alpha.-Cubebene	121682	003856-25-5	98
				121678	003856-25-5	98
				121689	017699-14-8	98
3	8.92	8.05	C:\Database\wiley7n.1 trans-Caryophyllene \$\$ Bicyclo[7.2 .0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl- 8-methylene-, [1R-(1R*,4E,9S*)]- (CAS) \$\$ 1-Caryophyllene \$\$ (-)-Car yophyllene \$\$ Caryophyllene \$\$.be ta.-Caryophyllen \$\$.beta.-Caryoph yllene \$\$.beta.-Caryophyllene, (-) \$\$ Bicyclo[7.2.	121314	000087-44-5	99

- trans-Caryophyllene \$\$ Bicyclo[7.2 121309 000087-44-5 99
 .0]undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-
 8-methylene-, [1R-(1R*,4E,9S*)]- (CAS) \$\$ 1-Caryophyllene \$\$ (-)-Caryophyllene \$\$ Caryophyllene \$\$.beta.-Caryophyllen \$\$.beta.-Caryophyllene \$\$.beta.-Caryophyllene, (-) \$\$ Bicyclo[7.2.
 TRANS(.BETA.)-CARYOPHYLLENE 121882 000000-00-0 99
- 4 9.08 2.12 C:\Database\wiley7n.1
 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 121616 025246-27-9 99
 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR-(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]-
 (+)-Aromadendrene \$\$ 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR-(1a.alpha.,4a.alpha.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]- (CAS) \$\$ Aromadendrene, (+)- \$\$ 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, (1aR,4aR,7R,7aR,7 121606 000489-39-4 99
 10s,11s-Himachala-3(12),4-diene 121907 000000-00-0 98
- 5 9.27 0.60 C:\Database\wiley7n.1
 AROMADENDRENE 121805 000489-39-4 99
 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 121614 025246-27-9 99
 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR-(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]-
 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 121616 025246-27-9 99
 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR-(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]-
- 6 9.36 0.64 C:\Database\wiley7n.1
 .alpha.-Amorphene \$\$.ALPHA. AMORP 121538 023515-88-0 99
 HENE \$\$ Naphthalene, 1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, [1S-(1.alpha.,4a.beta.,8a.beta.)]- (CAS) \$\$ 6.alpha.-Cadina-4,9-diene, (-)- (CAS) \$\$ 6.alpha.-Cadina-4,9-diene \$\$.alpha.-Amorphene, (-)- \$\$ (-Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-oct 121530 030021-74-0 99
 ahydro-7-methyl-4-methylene-1-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,4a.alpha.,8a.alpha.)-
 .alpha.-Amorphene \$\$.ALPHA. AMORP 121537 023515-88-0 99
 HENE \$\$ Naphthalene, 1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, [1S-(1.alpha.,4a.beta.,8a.beta.)]- (CAS) \$\$ 6.alpha.-Cadina-4,9-diene, (-)- (CAS) \$\$ 6.alpha.-Cadina-4,9-diene \$\$.alpha.-Amorphene, (-)- \$\$ (-
- 7 9.49 0.79 C:\Database\wiley7n.1
 .beta.-Selinene \$\$ Naphthalene, de 121486 017066-67-0 99
 cahydro-4a-methyl-1-methylene-7-(1-methylethenyl)-, [4aR-(4a.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- (CAS) \$\$ Eudesma-4(14),11-diene \$\$.beta.-Eudesmene \$\$ (+)-.beta.-Selinene \$\$ Sel

- ina-4(14),11-diene \$\$ BETA-SELINENE
 E \$\$ EUDESMA-4(14)
 Eudesma-4(14),11-diene 121480 000000-00-0 98
 .beta.-Selinene \$\$ Naphthalene, de 121481 017066-67-0 97
 cahydro-4a-methyl-1-methylene-7-(1-
 methylethenyl)-, [4aR-(4a.alpha.,
 7.alpha.,8a.beta.)]- (CAS) \$\$ Eude
 sma-4(14),11-diene \$\$.beta.-Eudes
 mene \$\$ (+)-.beta.-Selinene \$\$ Sel
 ina-4(14),11-diene \$\$ BETA-SELINENE
 E \$\$ EUDESMA-4(14)
- 8 9.56 1.31 C:\Database\wiley7n.1
 .alpha.-selinene 121745 000473-13-2 99
 (-)-.alpha.-Selinene \$\$ Naphthalen 121467 000473-13-2 96
 e, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-4a,
 8-dimethyl-2-(1-methylethenyl)-, [2R-(2.alpha.,4a.alpha.,8a.beta.)]-
 \$\$ Eudesma-3,11-diene (CAS) \$\$ Se
 lina-3,11-diene \$\$.alpha.-Selinen
 e (CAS) \$\$.alpha.-Selinene, (-)-
 .alpha.-selinene 121746 000473-13-2 95
- 9 9.74 1.79 C:\Database\wiley7n.1
 .delta.-Cadinene \$\$ Naphthalene, 1 121465 000483-76-1 98
 ,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl
 -1-(1-methylethyl)-, (1S-cis)- (CA
 S) \$\$ (+)-.delta.-Cadinene \$\$ Cadi
 na-1(10),4-diene \$\$.delta.-Cadine
 ne, (+)- \$\$ DELTA-CADINENE \$\$.del
 ta.-cadinene (armoise-Maroc) \$\$ DE
 LTA-I-CADINEN
 .delta.-Cadinene \$\$ Naphthalene, 1 121458 000483-76-1 98
 ,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl
 -1-(1-methylethyl)-, (1S-cis)- (CA
 S) \$\$ (+)-.delta.-Cadinene \$\$ Cadi
 na-1(10),4-diene \$\$.delta.-Cadine
 ne, (+)- \$\$ DELTA-CADINENE \$\$.del
 ta.-cadinene (armoise-Maroc) \$\$ DE
 LTA-I-CADINEN
 .delta.-Cadinene \$\$ Naphthalene, 1 121456 000483-76-1 97
 ,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl
 -1-(1-methylethyl)-, (1S-cis)- (CA
 S) \$\$ (+)-.delta.-Cadinene \$\$ Cadi
 na-1(10),4-diene \$\$.delta.-Cadine
 ne, (+)- \$\$ DELTA-CADINENE \$\$.del
 ta.-cadinene (armoise-Maroc) \$\$ DE
 LTA-I-CADINEN
- 10 10.05 0.24 C:\Database\wiley7n.1
 1(2H)-Naphthalenone, 3,4,4a,5,6,7- 65311 000000-00-0 50
 hexahydro-6-methyl-
 1,Z-5,E-7-Dodecatriene 65497 083085-83-0 46
 1-THIENYLCYCLOHEXENE 64826 000000-00-0 38
- 11 10.32 0.79 C:\Database\wiley7n.1
 Caryophyllene oxide 145059 000000-00-0 99
 (-)-Caryophyllene oxide \$\$ (-)-5-O 145060 001139-30-6 87
 xatricyclo[8.2.0.0(4,6)]dodecane,,
 12-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R
 ,4R,6R*,10S*)]- (CAS) \$\$ (-)-.be
 ta.-Caryophyllene epoxide \$\$ Caryo
 phyllene oxide \$\$ (-)aryophyllene
 oxide \$\$ 5-Oxatricyclo[8.2.0.0(4,
 6)-]dodecane, 4,1

(-)-Caryophyllene oxide \$\$ (-)-5-O 145063 001139-30-6 70
xatricyclo[8.2.0.0(4,6)]dodecane,,
12-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R
,4R,6R*,10S*)]- (CAS) \$\$ (-)-.be
ta.-Caryophyllene epoxide \$\$ Caryo
phyllene oxide \$\$ (-)caryophyllene
oxide \$\$ 5-Oxatricyclo[8.2.0.0(4,
6)-]dodecane, 4,1

12 10.53 0.43 C:\Database\wiley7n.1
1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 121616 025246-27-9 90
1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR
-(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.b
eta.,7b.alpha.)]-
(-)-Caryophyllene oxide \$\$ (-)-5-O 145060 001139-30-6 83
xatricyclo[8.2.0.0(4,6)]dodecane,,
12-trimethyl-9-methylene-, [1R-(1R
,4R,6R*,10S*)]- (CAS) \$\$ (-)-.be
ta.-Caryophyllene epoxide \$\$ Caryo
phyllene oxide \$\$ (-)caryophyllene
oxide \$\$ 5-Oxatricyclo[8.2.0.0(4,
6)-]dodecane, 4,1
Junipene \$\$ 1,4-Methanoazulene, de 121407 000475-20-7 70
cahydro-4,8,8-trimethyl-9-methylen
e-, [1S-(1.alpha.,3a.beta.,4.alpha
.,8a.beta.)]- (CAS) \$\$ (+)-Longifo
lene \$\$ Junipen \$\$ Longifolen \$\$ K
uromatsuen \$\$ Longifolene \$\$ Kurom
atsuene \$\$ d-Longifolene \$\$ 1,4-Me
thanoazulene, dec

13 10.68 0.20 C:\Database\wiley7n.1
Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-7-ol (CAS) 12265 053783-87-2 43
\$\$ 7-HYDROXYBICYCLO(2,2,1)HEPT-2-
ENE
Spiro[2.3]hexan-4-one, 5,5-diethyl 49821 000000-00-0 30
1H-3a,7-Methanoazulene, octahydro- 124888 019078-35-4 30
1,4,9,9-tetramethyl- \$\$ Patchulane
\$\$ 1H-3a,7-Methanoazulene, 2,3,4,
5,6,7.alpha.,8,8.alpha.-octahydro-
1,4,9,9-tetramethyl-, (-)-

14 10.74 0.95 C:\Database\wiley7n.1
.alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0. 121676 003856-25-5 55
0(2,7)]dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-(
1-methylethyl)-, stereoisomer (CAS
) \$\$ Tricyclo[4.4.0.0(2,7)]dec-3-e
ne, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl)
-, st (CAS) \$\$ Copaene \$\$ Copaen \$
\$ (-)-.alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[
4.4.0.0(2,7)]dec-
.alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[4.4.0. 121680 003856-25-5 55
0(2,7)]dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-(
1-methylethyl)-, stereoisomer (CAS
) \$\$ Tricyclo[4.4.0.0(2,7)]dec-3-e
ne, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl)
-, st (CAS) \$\$ Copaene \$\$ Copaen \$
\$ (-)-.alpha.-Copaene \$\$ Tricyclo[
4.4.0.0(2,7)]dec-
.alpha.-Ylangene \$\$ Tricyclo[4.4.0 121668 014912-44-8 53
.0(2,7)]dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-
(1-methylethyl)-, stereoisomer (CA
S) \$\$ Ilagen \$\$ Ylangene \$\$ (+)-Yl
angene \$\$ Tricyclo[4.4.0.0(2,7)]de
c-3-ene, 8-isopropyl-1,3-dimethyl-

- , (1S,2R,6R,7R,8S)-(+)- \$\$ Tricyclo[4.4.0.0^{2,7}]dec-
- 15 11.91 0.37 C:\Database\wiley7n.1
 1-Naphthalenol, 5,6,7,8-tetrahydro 141916 055012-72-1 83
 -2,5-dimethyl-8-(1-methylethyl)- (CAS) \$\$ 5-HYDROXY-CALAMENENE
 1-Naphthalenol, 5,6,7,8-tetrahydro 141917 055012-72-1 81
 -2,5-dimethyl-8-(1-methylethyl)-
 4-(4-methoxyphenyl)oxazole \$\$ Oxazole 79706 054289-74-6 72
 ole, 4-(4-methoxyphenyl)- (CAS)
- 16 12.57 1.85 C:\Database\wiley7n.1
 Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) 213911 000112-39-0 98
 AS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester \$\$ n-Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ PALMITIC ACID-
 Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) 213891 000112-39-0 97
 AS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester \$\$ n-Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ PALMITIC ACID-
 Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) 213899 000112-39-0 97
 AS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester \$\$ n-Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ PALMITIC ACID-
- 17 13.01 0.37 C:\Database\wiley7n.1
 Hexadecanoic acid, ethyl ester (CAS) 231394 000628-97-7 97
 S) \$\$ Ethyl palmitate \$\$ HEXADECANOIC ACID ETHYL ESTER \$\$ Palmitic acid ethyl ester \$\$ Palmitic acid, ethyl ester \$\$ Ethyl hexadecanoate \$\$ ETHYL CETYLATE
 Hexadecanoic acid, ethyl ester (CAS) 231384 000628-97-7 97
 S) \$\$ Ethyl palmitate \$\$ HEXADECANOIC ACID ETHYL ESTER \$\$ Palmitic acid ethyl ester \$\$ Palmitic acid, ethyl ester \$\$ Ethyl hexadecanoate \$\$ ETHYL CETYLATE
 Ethyl tridecanoate \$\$ Tridecanoic acid ethyl ester \$\$ n-Tridecanoic acid ethyl ester \$\$ TRIDECANOIC ACID, ETHYL ESTER 176829 028267-29-0 96
- 18 13.73 1.12 C:\Database\wiley7n.1
 9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester, (Z,Z,Z)- \$\$ Linolenic acid, methyl ester \$\$ Methyl all-cis-9,12,15-octadecatrienoate \$\$ Methyl linolenate
 9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl 9,12,15-octadecatrienoate 240840 000301-00-8 99
 240846 007361-80-0 97

				7,10,13-Hexadecatrienoic acid, methyl ester	205838	056554-30-4	93
19	13.85	1.05	C:\Database\wiley7n.1	Octadecanoic acid, methyl ester	247760	000112-61-8	98
				Stearic acid, methyl ester			
				Octadecanoic acid, methyl ester			
				Kemester 9718			
				Methyl n-octadecanoate			
				Methyl octadecanoate			
				Methyl stearate			
				Metholene 2218			
				Emery 2218			
				Kemester 9018			
				Methyl ester of octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	247763	000112-61-8	98
				Methyl stearate			
				Methyl octadecanoate			
				Methyl n-octadecanoate			
				Stearic acid methyl ester			
				Kemester 9718			
				Stearic acid, methyl ester			
				n-Octadecanoic acid methyl ester			
				Methyl-octadecanoate			
				Methyl ester of octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	247761	000112-61-8	98
				Methyl stearate			
				Methyl octadecanoate			
				Methyl n-octadecanoate			
				Stearic acid methyl ester			
				Kemester 9718			
				Stearic acid, methyl ester			
				n-Octadecanoic acid methyl ester			
				Methyl-octadecanoate			
				Methyl ester of octadecanoic acid, methyl ester (CAS)			
20	14.03	0.44	C:\Database\wiley7n.1	NEOPHYTADIENE	224003	000000-00-0	97
				2,6,10-TRIMETHYL, 14-ETHYLENE-14-PENTADECNE			
				NEOPHYTADIENE	224004	000000-00-0	90
				2,6,10-TRIMETHYL, 14-ETHYLENE-14-PENTADECNE			
				9-Octadecyne	187768	035365-59-4	62
21	16.28	1.45	C:\Database\wiley7n.1	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	326908	000117-81-7	91
				1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester			
				Phthalic acid, bis(2-ethylhexyl) ester			
				Bis(2-ethylhexyl) 1,2-benzenedicarboxylate			
				Bisoflex 81			
				Compound 889			
				Di(ethylhexyl) phthalate			
				Di(2-ethylhexyl) pht			
				1,2-Benzenedicarboxylic acid, 3-nitro-	131213	000603-11-2	91
				(CAS)			
				3-Nitrophthalic acid			
				Phthalic acid, 3-nitro-			
				m-Nitrophthalic acid			
				Di-(2-ethylhexyl)phthalate	326940	000117-81-7	90
22	16.47	0.42	C:\Database\wiley7n.1	PYRIMETHAMINE MONOACETATE	237648	000000-00-0	38
				3-Methyl-3H-naphth[1,2-E]indol-10-ol	182963	098033-21-7	35
				3H-Naphth(1,2-e)indol-10-ol, 3-methyl-			
				N-Methyl-1-adamantaneacetamide	125790	000000-00-0	25
23	17.89	0.77	C:\Database\wiley7n.1	1-METHYL-1,2,3,4,5,6-HEXAHYDROBENZO-[B]-P-DIOXINO[3,4-E]PYRID-2H-ONE	142676	035528-84-8	64
				[1,4]Benzodioxino[2,3-c]pyridin-1(2H)-one, 3,4,4a,10a-tetrahydro-2-methyl-, trans- (CAS)			
				5,8-Methano-1H-[1,2,4]triazolo[1,2	329567	000000-00-0	64

			-alpyridazine-1,3(2H)-dione, 5,6,7,8-tetrahydro-2,5,8-triphenyl-4-, , outside''-Acetoxy-endo,exo-tetracyclo[6.2.1.1(3,6).0(2,7)]dodecan-11-anti-ol \$\$ 1,4:5,8-Dimethanonaphthalene-2,9-diol, decahydro-, 2-acetate, (1.alpha.,2.alpha.,4.alpha.,4a.alpha.,5.beta.,8.beta.,8a.alpha.,9R*)- (CAS)	167770	080119-04-6	64
24	18.06	8.00	C:\Database\wiley7n.1 Squalene 337959 007683-64-9 98 2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 337963 007683-64-9 97 2,6,10,15,19,23-hexamethyl- (CAS) \$\$ Squalene \$\$ Skvalen \$\$ Supraene \$\$ Spinacene \$\$ 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAENE \$\$ 2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAEN, 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL- 2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 337965 000111-02-4 91 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-, (all-E)-			
25	19.05	0.82	C:\Database\wiley7n.1 SOLANESOL 384340 000000-00-0 93 Oxirane, 2,2-dimethyl-3-(3,7,12,16,20-pentamethyl-3,7,11,15,19-heneicosapentaenyl)-, (all-E)- FARNESYL ACETONE A 203452 000000-00-0 47			
26	20.67	0.53	C:\Database\wiley7n.1 1,3-dimethyl-4-azaphenanthrene 125886 000000-00-0 38 Anthracene, 9,10-dihydro-9,9,10-trimethyl- 5-Methyl-2-phenylindolizine 125908 036944-99-7 22			
27	21.10	2.63	C:\Database\wiley7n.1 Stigmastan-3,5-dien 330397 000000-00-0 90 7-methyl-6,8,9-triphenylbenzocyclo-octene \$\$ Benzocyclooctene, 7-methyl-6,8,9-triphenyl- (CAS) 1-(p-tolyl)-3-(6-quinolyl)benzo[f]quinoline 330379 000000-00-0 58			
28	21.41	43.01	C:\Database\wiley7n.1 Vitamin e 347590 010191-41-0 98 Vitamin e \$\$ dl-.alpha.-Tocopherol 347589 010191-41-0 95 \$\$ 2H-1-Benzopyran-6-ol, 3,4-dihydro-2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)- \$\$ 6-Chromanol, 2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)- \$\$ (.+/-)-.alpha.-Tocopherol Vitamin E 347593 000059-02-9 95			
29	22.17	0.97	C:\Database\wiley7n.1 1,1,1,3,5,5,5-Heptamethyltrisiloxane \$\$ Bis(trimethylsiloxy)methylsilane \$\$ Hydromethylsiloxane \$\$ Trisiloxane, 1,1,1,3,5,5,5-heptamethyl- (1H)Pyrrole-3-carboxylic acid, 5-[cyano(4-morpholinyl)methyl]-1-(methoxymethyl)-, methyl ester 241303 000000-00-0 25			

.alpha.trans- sesquicyclogeraniol 148619 108287-10-1 25
 \$\$ trans-1-hydroxymethyl-2,2,6-tri
 methyl-3-(3-methyl-2-buten-1-yl)-5
 -cyclohexene \$\$ 2,4,4-Trimethyl-3b
 -hydroxymethyl-5a-(3-methyl-but-2-
 enyl)-cyclohexene \$\$ 2-Cyclohexene
 -1-methanol, 2,6,6-trimethyl-5-(3-
 methyl-2-butenyl)

30 25.76 2.54 C:\Database\wiley7n.1
 Stigmastan-3,5-dien 330397 000000-00-0 96
 2,8-diisopropyl-peri-xanthenoxanth
 ene-4,10-quinone \$\$ 2,8-Di-isoprop
 yl-oeri-xanthenoxanthene-4,10-puin
 one \$\$ peri-Xanthenoxanthene-4,10-
 dione, 2,8-bis(1-methylethyl)- (CA
 S)
 1,4,4a,8b-tetrahydro-1-methyl-2,3, 344847 107319-68-6 83
 4-triphenyl-1,4-methano-biphenylen
 -9-one \$\$ 1,4-Methanobiphenylen-9-
 one, 1,4,4a,8b-tetrahydro-1-methyl
 -2,3,4-triphenyl- (CAS)

31 31.39 7.65 C:\Database\wiley7n.1
 Benzenepropanoic acid, 3,5-bis(1,1 374001 002082-79-3 93
 -dimethylethyl)-4-hydroxy-, octade
 cyl ester \$\$ 2,6-Di-tert-butyl-4-[
 (2-octadecyloxycarbonyl)eythyl]-ph
 enol
 IRGANOX 1076 \$\$ 2,6-Di-tert-butyl- 374004 002082-79-3 81
 4-[(2-octadecyloxycarbonyl)eythyl]
 -phenol \$\$ OCTADECYL 3-(4'-HYDROXY
 -3',5'-DITERT.BUTYLPHENYL) PROPANOA
 TE \$\$ Benzenepropanoic acid, 3,5-b
 is(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-,
 octadecyl ester
 IRGANOX 1076 \$\$ 2,6-Di-tert-butyl- 374003 002082-79-3 64
 4-[(2-octadecyloxycarbonyl)eythyl]
 -phenol \$\$ OCTADECYL 3-(4'-HYDROXY
 -3',5'-DITERT.BUTYLPHENYL) PROPANOA
 TE \$\$ Benzenepropanoic acid, 3,5-b
 is(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-,
 octadecyl ester

32 31.54 6.06 C:\Database\wiley7n.1
 7,8,17,18-Tetrahydro-35-methoxy-1, 385330 091084-75-2 50
 3,21,23-tetramethyl-16H,31H-5,9,15
 ,19-dimethano-10,14-metheno-26,30-
 nitrilo-6H,25H-dibenzo (b,s) (1,21,4
 ,8,14,18) dioxatetraazacyclooctacos
 ine \$\$ 6H,16H,31H-5,9:15,19-Dimeth
 ano-10,14-metheno-26,30-nitrilo-5H
 ,25H-dibenzo[b,s]
 3,5,7-Tris(trimethylsiloxy)-2-[3,4 386101 000000-00-0 4
 -di(trimethylsiloxy)phenyl]-4H-1-b
 enzopyran-4-one
 Phenylsulfinato[2,3,7,8,12,13,17,1 389942 070619-65-7 1
 8-octaethylporphyrinato]indium \$\$
 Indium, (benzenesulfinato-O)[2,3,7
 ,8,12,13,17,18-octaethyl-21H,23H-p
 orphinato (2-)-N21,N22,N23,N24]-,
 (SP-5-12)- (CAS)