IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Persiapan Sampel

Sampel Akar tumbuhan akar wangi sebanyak 3 kg yang dibeli dari pasar Bringharjo Yogyakarta, dibersihkan dan dikeringkan untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat di dalamnya. Pengeringan sampel dilakukan pada suhu kamar atau dikeringanginkan, bukan dengan dipanaskan di bawah sinar matahari karena sinar UV yang terpancar dari sinar matahari dapat merusak komponen-komponen senyawa yang terdapat dalam sampel. Sampel ini kemudian digunting kecil-kecil untuk memperkecil ukuran sampel dan digiling hingga menjadi serbuk. Agar senyawa dapat terekstrak maksimal pada proses ekstraksi. Dari 3 kg akar tumbuhan akar wangi yang masih basah diperoleh 1 kg serbuk akar kering.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Khaeroh (2005), penggunaan pelarut *n*-heksana digunakan sebagai pelarut dalam ekstraksi senyawa terpenoid. Oleh karena itu, sampel ini kemudian disokletasi dengan menggunakan pelarut *n*-heksana selama 20 x 3 jam pada suhu penangas 70-80° C. Sehingga suhu dalam labu soklet berkisar titik didih *n*-heksana (68° C). Sokletasi merupakan metode ekstraksi dengan cara pemanasan dan terjadi sirkulasi pelarut yang selalu membasahi sampel. Metode ini membutuhkan pelarut dan sampel dalam jumlah

lebih sedikit dari proses ekstraksi lainya. Akan tetapi proses ini hanya cocok untuk senyawa organik yang tidak dipengaruhi oleh suhu atau bersifat tahan panas (Harborne, 1996). Oleh karena itu, untuk menghindari kemungkinan terjadinya kerusakan senyawa pada saat proses ekstraksi maka sokletasi dijaga pada kondisi suhu kurang lebih sama dengan titik didih pelarut yang digunakan. Hasil sokletasi yang diperoleh kemudian disaring dan dipekatkan dengan menggunakan penguap vakum putar dengan kecepatan 60 rpm pada suhu ruang untuk menghindari kerusakan senyawa-senyawa yang terkandung di dalamnya dan diperoleh ekstrak pekat sebanyak 14,26 gram pada fase non polar dan 4,28 gram pada fase polar.

Sebelum dilakukan proses pemisahan dan pemurnian, sampel terlebih dahulu diuji fitokimia terpenoid. Hal ini dilakukan untuk memastikan adanya senyawa terpenoid pada ekstrak kasar hasil evaporasi. Uji dilakukan dengan dua cara yaitu, pertama dengan melihat secara langsung perubahan warna yang ditimbulkan dari hasil reaksi antara ekstrak kasar dan pereaksi Liebermann-Burchard. Hasil yang diperoleh adalah perubahan menjadi warna hijau kehitaman pada fase polar dan nonpolar. Perubahan warna menandakan adanya senyawa steroid yang dominan pada kedua fase tersebut (Harbone, 1996). Selanjutnya dilakukan uji kedua dengan KLT menggunakan Liebermann-Burchard sebagai pereaksi visualisasinya. Hal ini dilakukan untuk melihat senyawa terpenoid yang lebih spesifik. Hasil yang diperoleh adalah adanya spot warna merah sampai merah keunguan, menandakan adanya senyawa terpenoid selain steroid (Febriana, 2004).

Sejumlah cuplikan dari ekstrak kasar pada fase polar dan nonpolar ini kemudian dilarutkan dalam aseton untuk kemudian diuji *repellent* terhadap 20 ekor hewan uji yang dilepaskan. Sebelum dilakukan uji, terlebih dahulu rayap dipuasakan selama 1 jam. Hal ini dimaksudkan agar rayap dalam keadaan lapar dan lebih agresif untuk mencari makan sehingga hasilnya lebih valid (Fitriani, 2009). Sedangkan pemilihan aseton sebagai pelarut dikarenakan aseton tidak berpengaruh terhadap rayap (Ohmura *et al*., 2000). Hasil uji dapat dilihat pada Tabel 5 dan 6.

Tabel 5. Data pengamatan uji aktifitas *repellent* pada ekstrak fase nonpolar

Jam ke-	S	K	B	L	Persentasi ketertarikan (%)	Indeks ketertarikan (AI)
1	0	1	2	0	0	-0,111111111
2	0	2	1	0	0	-0,052631579
3	0	3	4	0	0	-0,25
4	0	1	1	1	0	-0,052631579
5	0	0	2	0	0	-0,111111111
6	0	2	2	4	0	-0,111111111
7	0	1	4	2	0	-0,25
8	0	1	1	4	0	-0,052631579
9	0	1	0	4	0	0
10	0	1	1	5	0	-0,052631579
∑ (jumlah)	0	13	18	20	0	-1,043859649
Rata-rata	0	1	2	2	0	-0,104385965

Keterangan: S = Jumlah rayap pada sampel, K = Jumlah rayap pada kontrol B = Jumlah rayap pada blanko, L = Jumlah rayap yang mati.

Tabel 6. Data pengamatan uji aktifitas *repellent* pada ekstrak fase polar

Jam ke-	S	K	B	L	Persentasi ketertarikan (%)	Indeks ketertarikan (AI)
1	0	0	0	0	0	0
2	1	4	0	1	0,05	0,05
3	1	5	1	0	0,05	0
4	2	1	1	1	0,1	0,052631579
5	2	3	0	2	0,1	0,1
6	1	4	1	4	0,05	0
7	1	6	1	1	0,05	0
8	1	6	0	4	0,05	0,05
9	1	5	1	0	0,05	0
10	0	1	1	5	0	-0,052631579
∑ (jumlah)	10	35	6	18	0,5	0,2
Rata-rata	1	4	1	2	0,05	0,02

Keterangan: S = Jumlah rayap pada sampel, K = Jumlah rayap pada kontrol B = Jumlah rayap pada blanko, L = Jumlah rayap yang mati.

Dari Tabel 5 dan 6 tersebut dapat dilihat bahwa ekstrak kasar dari akar tumbuhan akar wangi memiliki sifat *repellent* terhadap rayap kayu, yang diketahui dari jumlah rayap yang cenderung tidak tertarik pada bahan uji dibandingkan dengan blanko dan kontrol. Pada fase nonpolar memiliki keaktifan yang lebih tinggi dibandingkan dengan fase polar yang dapat terlihat dari rata–rata persen ketertarikan dan indeks ketertarikan (IA) yang lebih kecil.

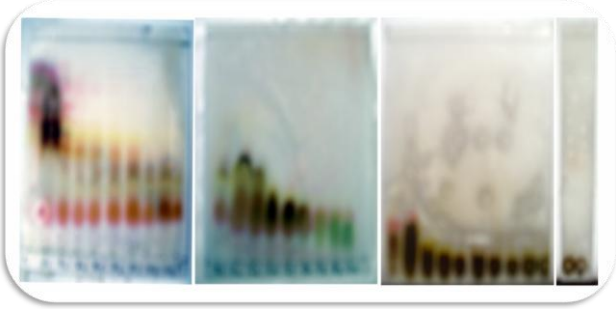
B. Pemisahan dan Pemurnian

Prinsip dari pemisahan adalah adanya perbedaan sifat fisik dan kimia dari senyawa yang akan dipisahkan, meliputi kepolaran, kelarutan pada pelarut yang digunakan, keatsirian dan kecenderungan molekul untuk melekat pada adsorben. Pemisahan awal senyawa pada ekstrak kasar *n*-heksana dilakukan dengan memisahkan terlebih dahulu antara fase polar dan nonpolar menggunakan corong

pisah. Dari pemisahan tersebut didapatkan berat fase polar sebesar 4,28 gram dan fase nonpolar sebesar 14,26 gram.

Selanjutnya dilakukan pemurnian fase nonpolar, sedangkan fase polar ditinggalkan karena jumlah yang sedikit dan keaktifannya lebih kecil dibandingkan fase nonpolar. Pemurnian dilakukan dengan menggunakan kromatografi kolom cair vakum dengan fasa diam Si gel 60 GF_{254} dan fasa gerak menggunakan variasi eluen *n*-heksana dan etil asetat. Proses elusi dilakukan secara landaian dengan urutan eluen *n*-heksana 100%, *n*-heksana : etil asetat 98%, *n*-heksana : etil asetat 95%, *n*-heksana : etil asetat 92%, *n*-heksana : etil asetat 90%, *n*-heksana : etil asetat 85%, *n*-heksana : etil asetat 80%, *n*-heksana : etil asetat 75%, *n*-heksana : etil asetat 70%, *n*-heksana : etil asetat 65%, *n*-heksana : etil asetat 60%, *n*-heksana : etil asetat 55%, *n*-heksana : etil asetat 50%, *n*-heksana : etil asetat 40%, *n*-heksana : etil asetat 30%, *n*-heksana : etil asetat 20%, etil asetat 100% dan metanol 100% dengan berdasarkan pada pola KLT yang telah dicoba sebelumnya. Kromatografi kolom cair vakum (KCV) adalah kromatografi kolom yang dipercepat dan bekerja pada kondisi vakum. Alat yang digunakan terdiri dari corong G-3, sumbat karet dan penghisap yang dihubungkan dengan pompa vakum serta wadah penampung fraksi. Corong G diisi dengan Si gel 60 GF_{254}, kemudian dipadatkan. Setelah itu adsorben dipadatkan kembali dengan mengalirkan pelarut yang bersifat nonpolar (n-heksana) pada kondisi vakum. Pelarut yang lebih polar dari sistem eluen yang akan digunakan sangat dihindari karena dapat merubah sistem eluen.

Setelah adsorben benar-benar rata dan padat, diatasnya diletakkan sampel yang telah diimpregnasi atau dicampurkan dengan Si gel Merck 60, diratakan dan dilapisi dengan kertas saring. Pencampuran sampel dengan silika gel dilakukan untuk mengadsorpsi sampel pada permukaan adsorben. Pencampuran ini dilakukan karena sifat adsorben yang polar akan menyebabkan senyawa-senyawa yang bersifat polar terikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga pada saat proses elusi, senyawa dengan kepolaran rendah akan keluar dari kolom terlebih dahulu. Dalam hal ini, diameter corong dipilih sedemikian rupa sehingga lapisan sampel di permukaan kolom setipis mungkin dan rata. KCV ini bertujuan untuk memisahkan komponen-komponen senyawa yang terdapat dalam sampel berdasarkan perbedaan tingkat kepolaran senyawa, sehingga fraksi yang diperoleh akan memiliki komponen yang lebih sederhana dari sebelumnya. Dari hasil penampungan kromatografi kolom cair vakum ini didapatkan 31 fraksi. Fraksi ini kemudian diuji KLT menggunakan penampak bercak Liebermann-Burchard.



Gambar 6. Kromatogram metode KLT fraksi hasil KCV ekstrak kasar *n*-heksana fase nonpolar, eluen *n*-heksana : etil asetat 95%.

Ketiga puluh satu fraksi ini yang memiliki pola KLT yang sama kemudian digabungkan dan dipekatkan dengan menggunakan penguap putar vakum. Setelah semua fraksi ini benar-benar kering, diperoleh 5 fraksi gabungan, yaitu fraksi A (1-10), B (11-17), C (18-20), D (21-23), dan fraksi E (24-31). Dari pola

KLT diatas juga diketahui bahwa hanya fraksi A dan B yang memiliki spot berwarna merah jingga hingga ungu. Hal ini menandakan hanya kedua fraksi tersebut yang memiliki kandungan terpenoid dan dapat dilanjutkan tahap pemurnian selanjutnya.

Pemurnian pada fraksi A telah dilakukan melalui tahap kromatografi cair vakum, namun pemisahanya kurang baik. Hal ini disebabkan pada fraksi A merupakan fase yang sangat nonpolar. Oleh karena itu, fraksi A sulit dimurnikan dengan teknik kromatografi kolom karena sangat sulit mencari eluen yang lebih nonpolar dari *n*-heksana sehingga tidak dilanjutkan ke tahap pemisahan berikutnya.

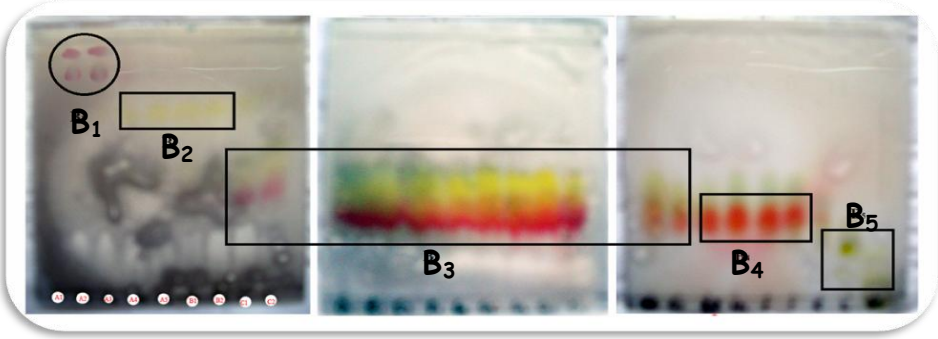
Selanjutnya dilanjutkan pemurnian terhadap fraksi B dengan terlebih dahulu mencari rangkaian eluen yang sesuai menggunakan KLT.

(a) (b) (c)

Gambar 7. Kromatogram metode KLT fraksi B dengan eluen (a) *n*-heksana : etil asetat 85%; (b) *n*-heksana : kloroform 50%; (c) *n*-heksana : kloroform 40%.

Dari hasil KLT di atas diketahui bahwa pemisahan yang paling baik dilakukan dengan eluen *n*-heksana : kloroform 40%. Oleh karena itu, pemurnian dapat dilakukan menggunakan variasi eluen *n*-heksana : kloroform dari konsentrasi *n*-heksana 100% hingga 40%. Pemurnian terhadap fraksi B dengan berat

3,09 gram dilakukan dengan KCV secara landai menggunakan eluen *n*-heksana 100%, *n*-heksana : kloroform 98%, *n*-heksana : kloroform 95%, *n*-heksana : kloroform 90%, *n*-heksana : kloroform 85%, *n*-heksana : kloroform 80%, *n*-heksana : kloroform 75%, *n*-heksana : kloroform 70%, *n*-heksana : kloroform 65%, *n*-heksana : kloroform 60%, *n*-heksana : kloroform 55%, *n*-heksana : kloroform 50%, dan *n*-heksana : kloroform 40%. Dari hasil penampungan kromatografi kolom cair vakum fraksi B ini didapatkan 26 fraksi. Fraksi ini kemudian diuji KLT menggunakan penampak bercak Liebermann-Burchard.



Gambar 8. Kromatogram metode KLT fraksi B setelah KCV dengan eluen *n*-heksana:Kloroform 50%.

Kedua puluh enam fraksi ini yang memiliki pola KLT yang sama kemudian digabungkan dan dipekatkan dengan menggunakan penguap putar vakum, diperoleh 5 fraksi gabungan, yaitu fraksi B_1 (1-2), B_2 (3-6), B_3 (7-19), B_4 (20-23), dan fraksi B_5 (24-26). Hasil KLT di atas menunjukkan bahwa hanya fraksi B_1, B_3 dan B_4 yang masih memiliki kandungan terpenoid. Dari hasil KLT tersebut juga terlihat fraksi B_1 hanya memiliki kandungan terpenoid saja yang ditandakan dengan hanya terdapat 2 spot merah. Hal ini menandakan fraksi B_1 murni hanya mengandung senyawa terpenoid, namun perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut untuk mendapatkan senyawa terpenoid yang benar-benar murni.

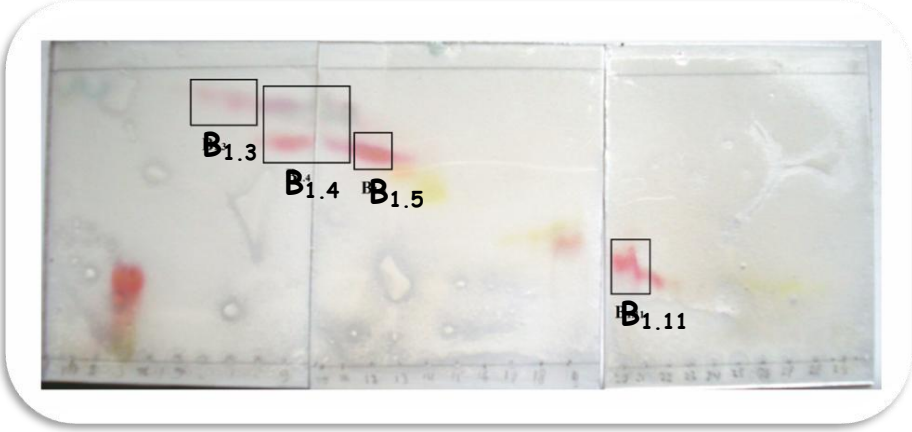
(a) b) (c)

Gambar 9. Kromatogram metode KLT fraksi B_1 dengan eluen (a) *n*-heksana: Kloroform 60% (b) *n*-heksana : Kloroform 40%; (c) *n*-heksana : diklorometana 70%.

Dari hasil KLT di atas diketahui bahwa pemisahan yang paling baik dilakukan dengan eluen *n*-heksana : diklorometana 70%. Oleh karena itu, pemurnian dapat dilakukan menggunakan variasi eluen *n*-heksana : diklorometana dari konsentrasi *n*-heksana 100% hingga 70%. Pemurnian fraksi B_1 dilakukan dengan kromatografi kolom gravitasi (KKG) secara landai. Teknik KKG, pada dasarnya sama dengan KCV, yaitu merupakan kromatografi cair-adsorpsi, hanya saja KKG dilakukan pada sistem yang bekerja pada kondisi normal tanpa vakum (gravitasi). Waktu yang dibutuhkan dalam pelaksanaannya lebih lama, namun diharapkan akan mendapat hasil dengan pemisahan yang lebih baik dan lebih murni.

Pada pemurnian ini fraksi B_1 dengan berat 0,33 gram diimpregnasi pada Si gel Merck 60 kemudian digunakan fase diam Si gel Merck 60 dan eluen *n*-heksana 100%, *n*-heksana : diklorometana 98%, *n*-heksana : diklorometana 96%, *n*-heksana : diklorometana 94%, *n*-heksana : diklorometana 92%, *n*-heksana : diklorometana 90%, *n*-heksana : diklorometana 88%, *n*-heksana : diklorometana 86%, *n*-heksana : diklorometana 84%, *n*-heksana : diklorometana 82%,

n-heksana : diklorometana 80%, *n*-heksana : diklorometana 78%, *n*-heksana : diklorometana 76%, *n*-heksana : diklorometana 74%, *n*-heksana : diklorometana 72%, dan *n*-heksana : diklorometana 70%. Dari hasil penampungan kromatografi kolom gravitasi fraksi B_1 ini didapatkan 29 fraksi. Fraksi ini kemudian diuji KLT menggunakan penampak bercak Liebermann-Burchard.



Gambar 10. Kromatogram metode KLT fraksi B_1 setelah KKG dengan eluen *n*-heksana : diklorometana 50% ($B_{1.3}$, Rf = 0,86; $B_{1.4}$, Rf = 0,78 dan 0,86; $B_{1.5}$, Rf = 0,78; $B_{1.11}$, Rf = 0,34).

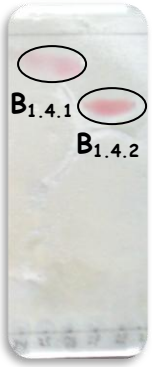
Kedua puluh sembilan fraksi ini yang memiliki pola KLT yang sama kemudian digabungkan, diperoleh 12 fraksi gabungan, yaitu fraksi $B_{1.1}$ (1-2), $B_{1.2}$ (3), $B_{1.3}$ (4-7), $B_{1.4}$ (8-11), $B_{1.5}$ (12), $B_{1.6}$ (13), $B_{1.7}$ (14), $B_{1.8}$ (15-16), $B_{1.9}$ (17-18), $B_{1.10}$ (19), $B_{1.11}$ (20-21), dan fraksi $B_{1.12}$ (22-29). Dari hasil KLT di atas sudah terlihat fraksi yang kemungkinan merupakan senyawa murni dengan adanya satu spot merah pada pola KLTnya. Fraksi – fraksi yang kemungkinan merupakan senyawa murni adalah $B_{1.3}$ (4-7) dengan nilai Rf sebesar 0,86; $B_{1.5}$ (12) dengan nilai Rf sebesar 0,78 dan $B_{1.11}$ (20-21) dengan nilai Rf sebesar 0,34 pada eluen *n*-heksana : diklorometana 50%. Selanjutnya fraksi-fraksi ini dapat diuji kemurnian dengan KLT menggunakan variasi eluen yang berbeda. Sedangkan fraksi $B_{1.4}$ (8-11) dari

pola KLTnya diketahui merupakan gabungan dari senyawa pada fraksi $B_{1.3}$ dan $B_{1.5}$ yang dapat dipisahkan dan digabungkan dengan fraksi fraksi tersebut.

Pemisahan fraksi $B_{1.4}$ dengan berat 0,023 gram dilakukan dengan kromatografi kolom gravitasi yang terlebih dahulu dilihat pola KLTnya untuk mengetahui eluen yang digunakan.

Gambar 11. Kromatogram metode KLT fraksi $B_{1.4}$ dengan eluen *n*-heksana 100%.

Dari hasil pola KLT di atas terlihat bahwa fraksi $B_{1.4}$ memiliki pola pemisahan yang baik dengan eluen *n*-heksana 100%, sehingga pemisahan dapat dilakukan dengan eluen tersebut. Pemisahan dilakukan dengan cara isokratik, yaitu penggunaan eluen yang tidak berubah selama proses pemisahan berlangsung (Johnson and Stevenson, 1991). Setelah fraksi $B_{1.4}$ dilakukan impregnasi pada Si gel Merck 60 ternyata warna hasil impregnasi sama dengan warna pada fase diam. Oleh karena itu pada proses elusi, volume eluen sangat berpengaruh. Pada saat elusi eluen ditampung setiap 10 ml, hal ini dimaksudkan agar senyawa terpisah berdasarkan volume yang turun. Dari hasil penampungan kromatografi kolom gravitasi fraksi $B_{1.4}$ ini didapatkan 5 fraksi. Fraksi ini kemudian diuji KLT menggunakan penampak bercak Liebermann-Burchard.



Gambar 12. Kromatogram metode KLT fraksi $B_{1.4}$ setelah KKG dengan eluen *n*-heksana : diklorometana 50% ($B_{1.4.1}$, Rf = 0,78 dan $B_{1.4.2}$, Rf = 0,86)

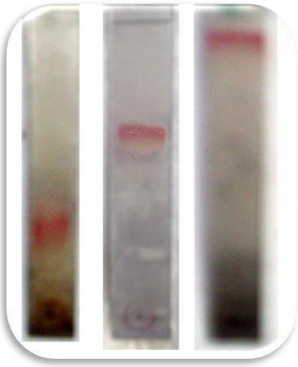
Dari kelima fraksi tersebut setelah dilihat pola KLT dan nilai Rfnya dapat dipastikan bahwa fraksi $B_{1.4.1}$ (1-3) dapat digabungkan dengan fraksi $B_{1.3}$ sedangkan fraksi $B_{1.4.2}$ (4-5) dapat digabungkan dengan fraksi $B_{1.5}$.

C. Uji Kemurnian

Dari pemurnian-pemurnian yang telah dilakukan didapatkan beberapa fraksi yang kemungkinan merupakan senyawa terpenoid murni, yaitu pada fraksi $B_{1.3}$, $B_{1.5}$ dan $B_{1.11}$. Namun dari ketiga fraksi tersebut hanya fraksi $B_{1.3}$ yang jumlahnya mencukupi untuk dilakukan uji kemurnian, uji bioaktif dan analisis spektrofotometri. Uji kemurnian dilakukan dengan metode KLT menggunakan variasi beberapa eluen untuk mendapatkan Rf sekitar 0,2; 0,5 dan 0,7. Hal ini dimaksudkan untuk melihat ada atau tidak spot baru yang muncul dari eluen berbeda.

Pada fraksi $B_{1.3}$ dilakukan KLT dengan eluen *n*-heksana100%, *n*-heksana : diklorometana 95% dan *n*-heksana : aseton70%. Kemudian dilakukan visualisasi

dengan lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm dan dicelup pada larutan Liebermann-Burchard untuk menampakkan bercak/noda.



(a) b) (c)

Gambar 13. Kromatogram metode KLT senyawa $B_{1.3}$ dengan eluen
(a) *n*-heksana100%, Rf = 0,27
(b) *n*-heksana : diklorometana 95%, Rf = 0,59
(c) *n*-heksana : aseton70%, Rf = 0,91

Dari hasil KLT setelah divisualisasi dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm tidak terdapat noda sama sekali. Sedangkan setelah dilakukan visualisasi dengan Liebermann-Burchard didapatkan satu noda merah pada setiap eluen dengan Rf yang berbeda, yaitu *n*-heksana 100% menghasilkan nilai Rf sebesar 0,27; *n*-heksana : diklorometana 95% menghasilkan nilai Rf sebesar 0,59 dan *n*-heksana : aseton 70% menghasilkan nilai Rf sebesar 0,91. Hal ini mununjukkan bahwa fraksi $B_{1.3}$ kemungkinan merupakan senyawa terpenoid murni berbentuk minyak jernih dengan berat 0,0225 gram. Untuk memastikan lebih lanjut, dilakukan penentuan struktur secara spektroskopi sehingga diketahui struktur dan golongan senyawa tersebut.

D. Uji Bioaktifitas Senyawa Murni

Dari hasil uji kemurnian fraksi $B_{1.3}$ diketahui merupakan senyawa terpenoid murni yang selanjutnya diuji keaktifannya terhadap rayap kayu. Metode yang digunakan

pada uji bioaktifitas ini sama dengan uji bioaktifitas pada ekstrak kasar. Setelah dilakukan uji pada setiap senyawa didapatkan hasil sebagai berikut:

Tabel 7. Data pengamatan uji aktifitas *repellent* pada senyawa $B_{1.3.}$

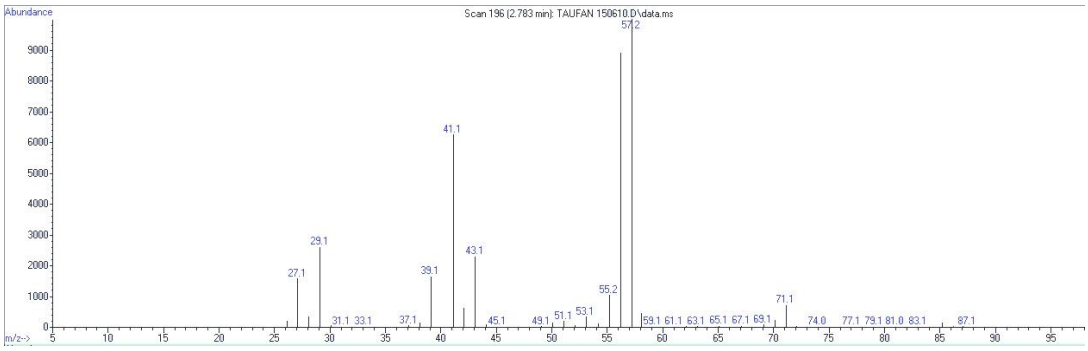
Jam ke-	S	K	B	L	Persentasi ketertarikan (%)	Indeks ketertarikan (AI)
1	1	2	2	0	0,05	-0,055555556
2	1	2	3	0	0,05	-0,117647059
3	0	4	2	1	0	-0,111111111
4	0	1	1	4	0	-0,052631579
5	0	2	1	5	0	-0,052631579
6	1	2	0	0	0,05	0,05
7	1	1	1	5	0,05	0
8	0	3	0	0	0	0
9	1	2	1	0	0,05	0
10	0	3	1	5	0	-0,052631579
∑ (jumlah)	5	22	12	20	0,25	-0,392208462
Rata-rata	1	2	1	2	0,025	-0,039220846

keterangan: S = Jumlah rayap pada sampel, K =Jumlah rayap pada kontrol B =Jumlah rayap pada blanko, L = Jumlah rayap yang mati.

Dari hasil uji bioaktifitas dapat diketahui bahwa senyawa $B_{1.3}$ sangat aktif sebagai *repellent* terhadap rayap. Hal ini terlihat dari persen dan indeks ketertarikan pada senyawa sangat kecil dengan nilai rata–rata persen ketertarikan sebesar 0,025% dan indeks ketertarikan sebesar (-0,039). Nilai indeks ketertarikan yang negatif menunjukkan bahwa senyawa $B_{1.3}$ merupakan senyawa *repellent*.

E. Pemeriksaan Data Spektroskopi

1. Pemeriksaan Data Spektroskopi Massa



Gambar 14. Spektrum massa senyawa hasil isolasi

Dari hasil pengukuran spektroskopi massa, diperoleh senyawa dengan berat molekul 87,1 m/e, dengan puncak dasar 57,2 (100%) dan waktu retensi (t_r) 2,783 menit. Aturan nitrogen menyatakan bahwa suatu senyawa yang memiliki berat molekul ganjil akan mengandung atom nitrogen dalam jumlah ganjil (Khopkar, 2002). Oleh karena itu, senyawa ini diduga mengandung unsur nitrogen karena berdasarkan spektrum inframerah, ditemui serapan vibrasi ulur N-H pada daerah 3300-3400 cm^{-1}. Berdasarkan hal tersebut, maka rumus molekul yang mungkin adalah $C_5H_{13}N$.

Nilai derajat ketidakjenuhan (*double bond equivallents)* dalam senyawa ini dapat dihitung sebagai berikut:

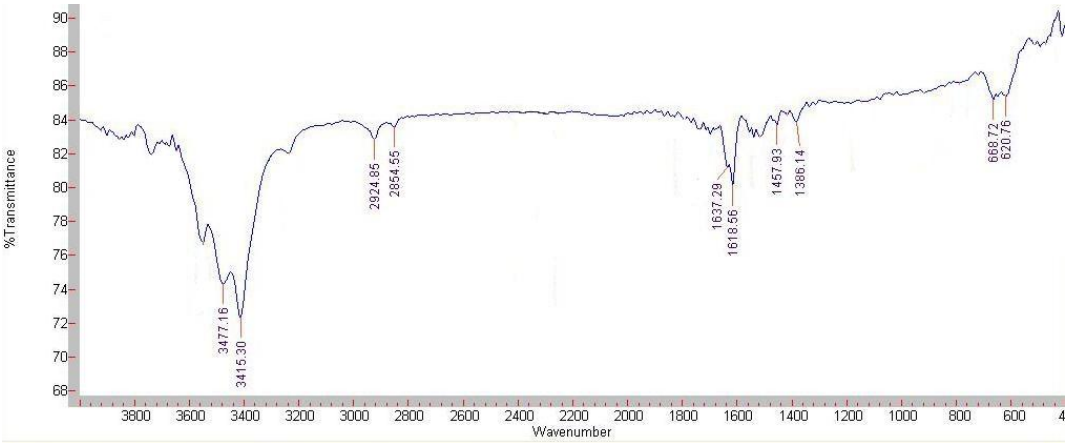
$$\text{DBE} = \text{jumlah C} - \frac{\text{jumlah H}}{2} + \frac{\text{jumlah N}}{2} + 1$$

$$\text{DBE} = 5 - \frac{13}{2} + \frac{1}{2} + 1 = 0$$

DBE ini merupakan indeks kekurangan hidrogen yang diakibatkan oleh dihilangkannya sejumlah atom hidrogen dari suatu rantai jenuh atau dapat diakibatkan oleh adanya struktur lingkar (Sudjadi,1985). Hasil yang diperoleh struktur tidak memiliki ikatan rangkap ataupun siklik. Senyawa $B_{1.3}$ mengandung gugus amina yang dapat mengalami pemutusan pada $-NH_2$, sehingga puncak 71,1 timbul dari lepasnya radikal $-NH_2$ dari ion molekul, pola fragmentasi 57,2 diduga muncul karena adanya pemutusan ion molekul $–CH_2$.

2. Pemeriksaan Data Spektroskopi IR

Data hasil pengukuran senyawa $B_{1.3}$ menggunakan spektrofotometer inframerah ditunjukkan oleh Gambar 14 dan Tabel 8. Spektrum FTIR senyawa hasil isolasi memperlihatkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 3415,30 cm^{-1} dan 3477,16 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur N-H (amina primer) yang diperkuat oleh adanya pita serapan pada daerah 1618,56 merupakan Tekukan N-H (amina primer).



Gambar 15. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

Tabel 8. Data serapan IR senyawa $B_{1.3}$

Serapan senyawa $B_{1.3}$ (cm^{-1})	Keterangan
1386,14	Tekukan C-H (metil)
1457,43	Tekukan C-H (metilen)
1618,56	Tekukan N-H (amina primer)
2924,85	Vibrasi ulur C-H alkana
3415,30 dan 3477,16	Uluran N-H (amina primer)

Pita pada daerah serapan 2924,85 cm^{-1} merupakan uluran C-H alkana, serapan yang kecil menunjukan jumlah atom C yang sedikit atau rantai pendek. Serapan ini diperkuat oleh adanya pita serapan pada daerah 1386,14 cm^{-1} dan 1457,43 cm^{-1} yang diduga sebagai serapan C-H metil dan metilen.

Berdasarkan hasil analisis struktur dengan spektrofotometri IR dan spektrofotometri massa, senyawa ini diperkirakan 2-metilbutan-1-amina yang merupakan senyawa dengan satu unit isopren dan memilki gugus amina primer.

Gambar 16. Struktur 2-metilbutan-1-amina

Dari *Chemical Book database* (2007) diketahui bahwa senyawa 2-metilbutan-1-amina merupakan senyawa yang telah dapat disintesis dengan berat molekul sebesar 87,16. Senyawa ini memiliki bentuk fisik cair jernih agak kekuningan dengan titik didih 94-97° C dan berat jenis sebesar 0,738 g/mL pada 25 °C.