

**ANALISIS KEMOMETRIKA MENGGUNAKAN *Principal Component Analysis* (PCA) DAN *Partial Least Square* (PLS) PADA AUTENTIKASI MINYAK HABBATUSSAUDA BERBASIS DATA SPEKTROFOTOMETRI FTIR**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**Triana Puji Astari**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2023**

## ABSTRACT

### CHEMOMETRICS ANALYSIS USING *Principal Component Analysis* (PCA) AND *Partial Least Square* (PLS) IN THE AUTHENTICATION OF BLACK SEED OIL BASED ON FTIR SPECTROPHOTOMETRY DATA

By

**Triana Puji Astari**

Currently, determining the authenticity of oil is a significant issue in the food industry. This research aims to identify the purity of black seed oil distributing in Bandar Lampung. The study utilizes the *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) method combined with Chemometrics, employing *Principal Component Analysis* (PCA) and *Partial Least Square* (PLS) analysis. There is a difference in peak intensities between olive oil, which is relatively higher than those in black seed oil, at  $1744\text{ cm}^{-1}$ ,  $1461\text{ cm}^{-1}$ ,  $1170\text{ cm}^{-1}$ , and  $723\text{ cm}^{-1}$ . PCA results indicate that the five samples of distributing black seed oil show closely proximate distance to the standard olive oil. The PLS calibration model resulted in an R-Square ( $R^2$ ) value of 0.982 with a standard error (SE) of 0.10%, while the validation set displayed an R-Square ( $R^2$ ) value of 0.963 with a standard error (SE) of 0.10%. Predictions using the PLS model combined with a Box plot revealed the percentage of olive oil mixed into black seed oil ranging from 82% to 89%.

**Keywords:** Black Seed Oil, Boxplot, Chemometrics, FTIR, PCA, PLS.

## ABSTRAK

### ANALISIS KEMOMETRIKA MENGGUNAKAN *Principal Component Analysis* (PCA) DAN *Partial Least Square* (PLS) PADA AUTENTIKASI MINYAK HABBATUSSAUDA BERBASIS DATA SPEKTROFOTOMETRI FTIR

Oleh

**Triana Puji Astari**

Dewasa ini penentuan keaslian minyak merupakan isu besar dalam bidang makanan. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi kemurnian minyak habbatussauda yang beredar di Bandar Lampung. Pada penelitian ini menggunakan metode Spektrofotometri *Fourier Transform Infrared* (FTIR) yang dikombinasikan dengan Kemometrika dengan analisis *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Partial Least Square* (PLS). Terdapat perbedaan puncak gelombang pada minyak zaitun yang relatif lebih tinggi dari pada puncak minyak habbatussauda pada  $1744\text{ cm}^{-1}$ ,  $1461\text{ cm}^{-1}$ ,  $1170\text{ cm}^{-1}$  dan  $723\text{ cm}^{-1}$ . Hasil PCA menunjukkan kelima sampel minyak habbatussauda yang beredar di pasaran memiliki jarak yang saling berdekatan dengan standar minyak zaitun. Hasil model PLS set kalibrasi didapatkan nilai R-Square ( $R^2$ ) 0,982 dengan nilai standar error (SE) 0,10%, sedangkan untuk set validasi menunjukkan adanya nilai R-Square ( $R^2$ ) 0,963 dengan nilai standar error (SE) 0,10%. Hasil prediksi dengan menggunakan model PLS yang dikombinasikan dengan Box plot diketahui kadar campuran minyak zaitun dalam minyak habbatussauda adalah 82% hingga 89 %.

**Kata Kunci:** Boxplot, FTIR, Kemometrika, Minyak Habbatussauda, PCA, PLS.

**ANALISIS KEMOMETRIKA MENGGUNAKAN *Principal Component Analysis* (PCA) DAN *Partial Least Square* (PLS) PADA AUTENTIKASI MINYAK HABBATUSSAUDA BERBASIS DATA SPEKTROFOTOMETRI FTIR**

Oleh

Triana Puji Astari

**Skripsi**

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar  
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2023**

Judul Penelitian : Analisis Kemometrika Menggunakan *Principal Component Analysis (PCA)* dan *Partial Least Square (PLS)* pada Autentikasi Minyak Habbatussauda Berbasis Data Spektrofotometri FTIR

Nama Mahasiswa : **Triana Puji Astari**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011029

Jurusan : Kimia

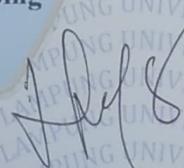
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**1. Komisi Pembimbing**

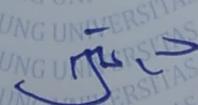
  
**Dr. Sonny Widiarto, M.Sc.**

NIP. 197110301997031003

  
**Irwan Saputra, M.Si., Ph.D.**

NIP. 197410182006041001

**2. Ketua Jurusan Kimia  
FMIPA Universitas Lampung**

  
**Mulyono, Ph.D.**

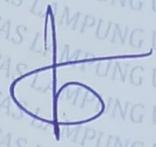
NIP. 197406112000031002

**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

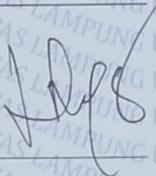
Ketua

: **Dr. Sonny Widiarto, M.Sc.**



Sekretaris

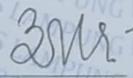
: **Irwan Saputra, M.Si., Ph.D.**



Penguji

Bukan Pembimbing

: **Dian Septiani Pratama, S.Si., M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.**

NIP. 197110012005011002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **08 Desember 2023**



## LEMBAR PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Triana Puji Astari  
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011029  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya yang berjudul “**Analisis Kemometrika Menggunakan *Principal Component Analysis (PCA)* dan *Partial Least Square (PLS)* Pada Autentikasi Minyak Habbatussauda Berbasis Data Spektrofotometri FTIR**” adalah benar karya saya sendiri. Selanjutnya saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 11 Desember 2023



buat pernyataan

Triana Puji Astari  
Npm. 1917011029

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Triana Puji Astari lahir di Desa Bumisari, pada tanggal 03 Januari 2001. Penulis sebagai anak ketiga dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Mukholip dan Ibu Sri Daryati. Mempunyai kakak yang bernama Yanuar Prayogi, S.Pd. dan Firda Dwi Pratiwi, A.Md. Penulis saat ini bertempat tinggal di Jalan SMK Swadhipa 2, Desa Bumisari, Kecamatan Natar Kabupaten Lampung Selatan, Lampung.

Pendidikan penulis diawali dari Taman Kanak-Kanak TK Swadhipa dan lulus pada tahun 2007, kemudian melanjutkan pendidikan di SDS Swadhipa dan lulus pada tahun 2013. Penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 1 Natar dan lulus pada tahun 2016, setelah itu penulis melanjutkan sekolah di SMA Swadhipa Natar dan lulus pada tahun 2019. Penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN pada tahun 2019.

Selama menempuh pendidikan di Jurusan Kimia, penulis mengikuti aktivitas organisasi yang dimulai menjadi Kader Muda Himaki (KAMI) dan terpilih menjadi anggota Pengurus Muda Biro Usaha Mandiri 2020/2021 dan menjadi Pengurus Inti Biro Usaha Mandiri 2021/2022. Penulis juga mengikuti organisasi Rohani Islam Fakultas Universitas Lampung. Penulis juga aktif dalam organisasi Remaja Islam Masjid dan pernah menjadi ketua pada periode 2022/2023.

Penulis melaksanakan kegiatan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Sidoluhur, Kecamatan Ketapang, Kabupaten Lampung Selatan pada Januari-Februari 2022. Penulis menyelesaikan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Dinas Lingkungan Hidup Kota Metro pada Juni-Juli 2022 dengan judul “Analisis Kualitas Sungai Way Sekampung di Kota Metro menggunakan Metode Indeks Pencemaran (IP)”. Pada tahun 2023 penulis dapat menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung dengan judul “Analisis Kemometrika Menggunakan *Principal Component Analysis* (PCA) Dan *Partial Least Square* (PLS) Pada Autentikasi Minyak Habbatussauda Berbasis Data Spektrofotometri FTIR”.

## **MOTTO**

**“Hatiku tenang karena mengetahui bahwa apa yang melewatkanmu tidak akan pernah menjadi takdirku, dan apa yang ditakdirkan untukku tidak akan pernah melewatkanmu”**

**(Umar bin Khattab)**

**“Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”**

**(Al-Insyirah : 5)**

**Sesuatu yang digariskan untuk dirimu tidak akan berbelok menjadi milik orang lain. Begitu juga segala sesuatu yang bukan ditakdirkan untukmu, sekecil apapun yang engkau kejar, dia akan selalu berhasil untuk menghindar**

**(Anonim)**

**Tidak ada yang lebih indah bagi orang tua selain melihat anaknya selesai kuliah dan memakai toga**

**(Penulis)**

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Dengan menyebut nama ALLAH yang maha pengasih lagi maha penyayang*

*Atas rahmat ALLAH SWT dengan mengucapkan*

*Alhamdulillahirabbillalamin*

*Ku persembahkan karya kecilku ini kepada*

*Kedua orang tuaku*

*Bapak Mukholip dan Ibu Sri Daryati yang selalu menengadahkan tangan dalam berdoa, untuk anak yang engkau kasihi dan percaya akan menjadi seseorang yang dapat dibanggakan. Sungguh sangat mulia jasa dan pengorbanan yang telah engkau berikan kepadaku. Maka melalui karya kecilku ini aku mengucapkan terimakasih atas segalanya.*

*Untuk kakakku tersayang Yanuar Prayogi dan Firda Dwi Pratiwi serta seluruh keluarga besar yang selalu mendoakan akan keberhasilan dan keselamatanku .*

*Dengan segala rasa hormat kepada Bapak Dr. Sonny Widianto, M.Sc ., Bapak Irwan Saputra, M.Si., Ph.D. dan Ibu Dian Septiani Pratama, S.Si., M.Si serta seluruh dosen pengajar yang telah membimbing dan mendidikku.*

*Sahabat dan seluruh teman-temanku yang telah memberikan semangat kebahagiaan dan pelajaran hidup.*

*Almamater Tercinta Universitas Lampung.*

## SANWACANA

Alhamdulillahirobbil'alaamiin, segala puji dan syukur kepada ALLAH SWT atas segala rahmat dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “ **Analisis Kemometrika Menggunakan *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Partial Least Square* (PLS) Pada Autentikasi Minyak Habbatussauda Berbasis Data Spektrofotometri FTIR** ” sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Shalawat serta salam selalu tercurahkan kepada Baginda Nabi Muhammad SAW beserta keluarga dan sahabat, semoga kita termasuk umat yang beliau cintai dan mendapatkan *syafa'at* beliau di *yaumul akhir* nanti, *aamiin yaarabbal'alamin*.

Penulis ingin mengucapkan terimakasih dengan disertai doa tulus kepada :

1. Kedua orang tuaku tercinta, Bapak Mukholip dan Ibu Sri Daryati sebagai wujud jawaban dan tanggung jawab yang telah diamanatkan kepadaku serta atas cinta dan kasih sayang, kesabaran yang tulus dan ikhlas membesarkan, merawat dan memberikan dukungan moral dan material serta selalu mendoakan selama menempuh pendidikan sehingga penulis dapat menyelesaikan studi S1 di Unila. Kebahagiaan dan rasa bangga kalian menjadi tujuan hidupku. Semoga Allah senantiasa memuliakan kalian di dunia maupun di akhirat aamiin.
2. Kakakku tercinta, Yanuar Prayogi, Firda Dwi Pratiwi, Ardi Widiyanto dan Wahyu Puspitaning Putri serta Kedua Keponakan Muhammad Adnan Dhirgam Abdillah dan Khalid Syafiq Alfaqih terimakasih atas segala doa dan

dukungan yang diberikan kepada penulis selama ini, semoga senantiasa diberikan nikmat sehat, kebahagiaan dan keberkahan umur.

3. Bapak Dr. Sonny Widiarto, M.Sc. selaku pembimbing I atas segala kebaikan, ilmu pengetahuan, pengalaman, nasehat, saran, motivasi, semangat, kesabaran, dan bimbingan nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini dengan baik. Semoga Allah SWT senantiasa memberikan ridho-Nya dan membalas semuanya dengan keberkahan .  
*Aamiin.*
4. Bapak Irwan Saputra, M.Si., Ph.D. Selaku pembimbing II atas segala bimbingan, saran, nasihat, arahan dan ilmu yang bermanfaat kepada penulis dalam penyelesaian penelitian dan skripsi ini. Semoga Allah SWT senantiasa melindungi dan memberikan keberkahan atas ilmu yang bapak berikan.
5. Ibu Dian Septiani Pratama, S.Si., M.Si. Selaku pembahas atas segala bimbingan, saran nasihat, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Semoga Allah SWT senantiasa memberikan keberkahan atas semua ilmu yang telah ibu berikan.
6. Bapak Prof. Drs. John Hendri, M.Si., Ph.D. selaku dosen pembimbing akademik, penulis ingin mengucapkan terimakasih atas bimbingan , motivasi, dan nasehat dalam membimbing penulis terkait permasalahan akademik selama masa perkuliahan.
7. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
8. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung beserta jajarannya.
9. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung atas seluruh ilmu, bimbingan dan pengalaman yang telah diberikan kepada penulis.
10. Segenap staff administrasi dan Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) yang telah memberikan semangat, saran dan bantuan kepada penulis.

11. Teruntuk Anggara Yuda Pratama yang telah kebersamai penulis sejak masa putih abu-abu dengan suka dan duka serta dalam proses penyusunan dan pengerjaan skripsi ini. Terimakasih telah menjadi rumah yang tidak hanya berupa tanah dan bangunan. Semoga Allah senantiasa memudahkan segala langkah kita untuk masa depan.
12. Sahabat seperjuangan Raisha Fauziah terimakasih telah kebersamai penulis dalam kondisi apapun. Semoga Allah senantiasa melindungi dan memudahkan langkah kita untuk mencapai segala impian yang ingin kita capai.
13. Teman se-perdesa Mulyosari terimakasih atas persahabatan, pertemanan, kekeluargaan dan canda tawa yang telah diberikan kepada penulis dalam proses pengerjaan skripsi ini.
14. Sahabat baik sejak SMA, Fani Santika, Ditha Farissa, wahyu Elang Permana, Dini Agustina, Heni Kusumawardani, dan Nadila Hani Veronica. Terimakasih sampai saat ini masih setia sebagai pendengar dan pemberi solusi dari curhatan penulis. Semoga pertemanan kita ini dapat teaja sampai nanti.
15. Keluarga seperjuanganku dari kimia 2019 terimakasih atas persahabatan, pertemanan, dan kekeluargaan selama perkuliahan. Semoga kita masih bisa dipertemukan kembali dalam kesempatan yang berbeda.
16. Teman seperjuangan dalam kuliah Lousanja Dira Sa'uddah, S. Si. Munifah, S.Si. Terimakasih atas canda tawa, dukungan dan perhatian yang diberikan kepada penulis.
17. Kelurga KKN Desa Sidoluhur, Rosa Fitri, Dewi Suryani, Hanifah, Wenti Agustina, M Arif Rahmanda dan Afiv Panca terimakasih atas kebersamaannya selama KKN maupun setelah KKN, semoga Allah selalu memberikan kemudahan dalam segala urusan.
18. Teman se-perPKL Dewa Putu Ayu Agustin terimakasih atas canda tawa, dukungan, bantuan dan perhatian yang diberikan kepada penulis.
19. Kakak tingkat mba naura, mba fani, mba indah dan mba dea terimakasih atas persaudaraan dan kekeluargaan kita selama ini, semoga kita

semua menjadi orang-orang sukses.

20. Adik tingkat se-perbimbingan "*Chemometrics Research*" Dwi, Safitri, Anin dan sylfia. Terimakasih atas persaudaraan dan kekeluargaan kita selama ini dan semoga kalian lekas menyelesaikan pendidikan.
21. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu terimakasih atas segala doa dan ketulusan serta bantuan yang tulus kepada penulis. Semoga Allah senantiasa memberikan keberkahan dan membalasnya dengan kebaikan.
22. *Last but not least, i wanna thank me for believing in me, i wanna thank me for doing all this hard work, i wanna thank me for having no days off, i wanna thank me for, for never quitting.*

Bandar Lampung, 11 Desember 2023

Penulis

**Triana Puji Astari**

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>i</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>v</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	4
1.3. Manfaat Penelitian.....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1. Minyak .....	5
2.1.1. Minyak Habbatussauda .....	6
2.1.2. Minyak Zaitun.....	6
2.2. Tanaman Habbatussauda ( <i>Nigella Sativa</i> ) .....	7
2.2.1. Klasifikasi.....	7
2.2.2. Morfologi.....	8
2.2.3. Kandungan Kimia Habbatussauda .....	9
2.2.4. Khasiat Habbatussauda .....	10
2.3. Tanaman Zaitun ( <i>Olea europaea</i> ) .....	11
2.3.1. Klasifikasi.....	11
2.3.2. Morfologi.....	12
2.3.3. Kandungan Kimia Zaitun .....	12

2.3.4. Khasiat Zaitun.....	13
2.4. Analisis Pemalsuan Minyak .....	14
2.5. Spektrofotometri <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	15
2.6. Kemometrika .....	18
2.6.1. <i>Principal Component Analysis</i> (PCA) .....	19
2.6.2. <i>Partial Least Square</i> (PLS) .....	20
2.7. Pembentukan Model Kalibrasi, Validasi dan Klasifikasi .....	23
2.8. Ekstraksi Soxhlet .....	24
<b>III. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>25</b>
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	25
3.2. Alat dan Bahan .....	25
3.3. Prosedur Penelitian .....	26
3.3.1. Preparasi Minyak Sebagai Standar .....	26
3.3.2. Ekstraksi Biji Habbatussauda .....	26
3.3.3. Pembuatan Sampel Kalibrasi dan Validasi.....	26
3.3.4. Aplikasi Sampel Pasaran .....	28
3.3.5. Pengukuran spektrum <i>Fourier Transform Infrared</i> .....	29
3.3.6. Analisis Kemometrika .....	29
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>32</b>
4.1. Lokasi Sampling .....	32
4.2. Pembuatan Minyak Sebagai Standar .....	33
4.2.1. Ekstraksi Biji Habbatussauda .....	33
4.3. Pengukuran Spektrum <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	34
4.3.1. Spektrum Minyak.....	34
4.3.2. Aplikasi Sampel Pasaran .....	37
4.4. Analisis Kemometrika .....	39
4.4.1. <i>Principal Component Analysis</i> (PCA) .....	40
4.4.2. <i>Partial Least Square</i> (PLS) .....	46
4.5. Deteksi Kemurnian Minyak Habbatussauda menggunakan Boxplot ..	49
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>51</b>
5.1. Kesimpulan .....	51
5.2. Saran .....	52

**DAFTAR PUSTAKA..... 53**

**LAMPIRAN ..... 61**

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi Senyawa Kimia Biji Habbatussauda .....	10
2. Kandungan Kimia Minyak Zaitun .....	13
3. Pembagian Daerah Spektra Inframerah .....	16
4. Komposisi Campuran Minyak yang digunakan untuk Kalibrasi.....	27
5. Komposisi Campuran Minyak yang digunakan untuk Validasi .....	28
6. Daftar Merek Minyak Habbatussauda yang beredar di Bandar Lampung .....	37
7. Analisis Eigenvalue Matriks Korelasi.....	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Biji Habbatussauda .....	7
2. Tanaman Habbatussauda .....	8
3. Buah zaitun .....	11
4. Spektra FTIR minyak ikan patin dan minyak jagung. ....	17
5. Hasil Score Plot PCA .....	20
6. Hasil Analisis PLS. ....	21
7. Bagan Alir Penelitian .....	31
8. Peta Lokasi Pengambilan Sampel .....	32
9. Spektrum FTIR Minyak Habbatussauda dan Minyak Zaitun pada (4000-2000 cm <sup>-1</sup> ) .....	35
10. Spektrum FTIR Minyak Habbatussauda dan Minyak Zaitun pada (2000-650 cm <sup>-1</sup> ) .....	36
11. Spektrum FTIR Minyak Habbatussauda di Pasaran pada (4000 -2000 cm <sup>-1</sup> ). 38	
12. Spektrum FTIR Minyak Habbatussauda di Pasaran pada (2000 - 650 cm <sup>-1</sup> ). 38	
13. Kolom Analisis PCA .....	41
14. Scree Plot Puncak Gugus Fungsi .....	43
15. Score Plot pada Sampel Pasaran .....	44
16. Plot 3D PCA .....	45
17. Model PLS Set Kalibrasi .....	47
18. Model PLS Set Validasi .....	48
19. Hasil PLS Sampel Minyak Habbatussauda menggunakan Box Plot .....	50

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Minyak adalah salah satu kelompok yang termasuk pada golongan lipid, yaitu senyawa organik yang terdapat di alam serta tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik non-polar, misalnya dietil eter ( $C_2H_5OC_2H_5$ ), Kloroform ( $CHCl_3$ ), benzena dan hidrokarbon lainnya. Minyak dapat larut dalam pelarut tersebut karena minyak mempunyai polaritas yang sama (Dharma, 2012). Minyak merupakan zat makanan yang penting untuk menjaga kesehatan tubuh manusia, minyak dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu minyak yang berasal dari hewani dan minyak yang berasal dari nabati. Minyak juga berfungsi sebagai sumber dan pelarut bagi vitamin-vitamin A, D, E dan K (Aulia, 2018).

Dewasa ini penentuan keaslian minyak serta deteksi pemalsuan makanan merupakan isu besar dalam bidang makanan, tidak hanya bagi para produsen tetapi hal ini berdampak bagi konsumen. Pemalsuan makanan disebabkan oleh alasan ekonomi dengan tujuan untuk memperoleh keuntungan yang besar dengan cara mencampur minyak berharga tinggi dengan minyak yang bernilai rendah (Velazquez dkk., 2009). Dampak yang ditimbulkan terhadap bahan pemalsuan yang ditambahkan ke dalam makanan yaitu alergi sebagaimana yang terjadi di Spanyol, hal ini menyebabkan beberapa orang meninggal karena kasus pemalsuan minyak zaitun (Asensio dkk., 2008).

Di pasaran pelaku pemalsuan minyak habbatussauda mengatakan bahwa minyak habbatussauda yang dijual adalah minyak habbatussauda murni 100%. Namun

dengan maraknya pemalsuan minyak maka pelaku mencampurkan minyak lain dengan harga yang lebih murah, seperti minyak yang berasal dari nabati yaitu minyak jagung, minyak kedelai, minyak biji anggur dan minyak walnut.

Minyak habbatussauda dijual dengan harga yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak nabati lainnya (Nurrulhidayah dkk., 2011). Autentikasi minyak habbatussauda menjadi sangat penting untuk mencegah pemalsuan minyak habbatussauda, selain itu guna menjamin kualitas mutu, nilai gizi, dan keamanan produk bagi konsumen. Oleh sebab itu, diperlukan suatu metode analisis untuk autentikasi minyak habbatussauda (Rohman dkk., 2021). Beberapa metode analisis yang biasa digunakan untuk autentikasi adalah metode *gas chromatography mass spectrometry* (GC-MS) (Yang dkk., 2013), *differential scanning calorimetry* (DSC) (Jafari., 2009), *nuclear magnetic resonance* (NMR) (Ferrari dkk., 2011). Metode analisis yang biasa digunakan untuk autentikasi memerlukan biaya yang lebih mahal, dan analisisnya relatif lebih lama, (Hermanto, 2008).

Minyak habbatussauda telah lama digunakan oleh masyarakat luas untuk mengobati batuk kronis, demam, lelah, serta untuk penyakit yang berkaitan dengan empedu dan limpa (Sirat dkk., 2001). Biji habbatussauda dapat dimanfaatkan untuk keperluan industri maupun sebagai obat karena nilai farmasetisnya. Minyak habbatussauda mengandung asam linoleat dan asam oleat yang dipercaya bermanfaat untuk kesehatan manusia (Benkaci-Ali, 2012). Habbatussauda memiliki fungsi sebagai analgesik, antiinflamasi, antibakteri, antikarsinogenik, antivirus dan antioksidan (Alsaif, 2007). Dan minyak habbatussauda juga mengandung asam amino, protein, karbohidrat, minyak jenuh, dan minyak volatil (Khan, 1999).

Beberapa tahun belakangan ini telah berkembang secara pesat, penggunaan spektrofotometri FTIR yang digunakan untuk analisis kuantitatif komponen dalam campuran kompleks. Metode spektrofotometri FTIR bersifat cepat, mudah dikerjakan, dan tidak memerlukan preparasi sampel yang sukar dalam analisis

minyak. Metode FTIR dipilih karena metode ini memiliki kemampuan *fingerprint* (sidik jari), dengan teknik pembacaan sampel *attenuated total reflectance* (ATR). Pada analisis konsentrasi minyak menggunakan spektrofotometri FTIR yang lebih dikenal sebagai *green analytical chemistry*, penggunaan spektrofotometri FTIR diharapkan mampu mengurangi atau mengeliminasi penggunaan pelarut dan reagen kimia berbahaya bagi kesehatan manusia dan lingkungan (Tobiszweski dan Namiesnik, 2012).

Secara umum salah satu faktor yang dapat mendukung analisis spektrofotometri FTIR adalah kemometrika. Kemometrika merupakan cabang ilmu pengetahuan yang mengaplikasikan teori-teori matematika, statistika, dan logika formal untuk mengolah data kimia (Rohman dkk., 2021). Kombinasi spektrofotometri FTIR dengan kemometrika mampu menganalisis suatu komponen dalam campuran dengan cepat dan *reliable* atau dapat dipercaya. Kemometrika yang digunakan dalam penelitian ini adalah *principal component analysis* (PCA) dan *partial least square* (PLS). Analisis kualitatif dengan PCA dan analisis kuantitatif PLS (Yang dkk., 2004). PCA adalah metode analisis yang bertujuan untuk mereduksi variabel asal untuk mendapatkan variabel baru *principal component* (PC) (Miller dan Miller, 2000). PCA sering digunakan karena pada metode ini dapat mengelompokkan lemak yang ada di pasaran (Guntarti dkk., 2020). PLS adalah teknik statistika multivariat yang dapat menangani banyak variabel respon (Geladi dan Kowalski, 1986). PLS sering dikombinasikan dengan spektrofotometri FTIR dengan tujuan untuk mendapatkan informasi dari spektra kompleks yang mengandung puncak-puncak yang tumpang tindih (Syahariza dkk., 2005).

Penggunaan spektrofotometri FTIR yang dikombinasikan dengan kemometrika telah banyak dilakukan oleh peneliti sebelumnya, seperti analisis minyak jagung dan minyak bunga matahari dalam *virgin coconut oil* (VCO) (Rohman dan Che Man, 2011), autentikasi biji kopi kona (Wang dkk., 2009), deteksi adanya lemak babi dalam lemak nabati (Rohman dkk., 2011), dan analisis pemalsuan minyak buah merah (*pandanus conoides Lam*) (Martsasi, 2012).

Pada penelitian ini dipilihlah metode Spektrofotometri FTIR yang dikombinasikan oleh kemometrika karena telah menjadi alternatif yang menarik untuk digunakan sebagai metode analisis karena sampel yang diperlukan sedikit, analisis cepat, dan tidak menggunakan pelarut berbahaya (Rahmania., 2014). Dan karena maraknya kasus pemalsuan atau pencampuran minyak, maka pada penelitian ini dilakukan analisis kemurnian minyak habbatussauda menggunakan metode spektrofotometri FTIR yang dikombinasi kemometrika untuk memastikan kualitas minyak habbatussauda yang beredar di pasaran merupakan minyak habbatussauda murni atau menggunakan bahan tambahan lain.

## **1.2. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Mengidentifikasi kemurnian minyak habbatussauda menggunakan metode FTIR dan kemometrika.
2. Mengidentifikasi perbedaan spektrum FTIR pada minyak habbatussauda murni dan minyak habbatussauda yang beredar di pasaran Bandar Lampung.
3. Menganalisis data gugus fungsi terhadap sampel minyak habbatussauda murni dan minyak habbatussuda yang beredar di pasaran Bandar Lampung.

## **1.3. Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Mengetahui perbedaan minyak habbatussauda murni dan minyak habbatussuda yang beredar di pasaran menggunakan metode FTIR dan kemometrika.
2. Mengetahui cara pengolahan data menggunakan analisis kemometrika.
3. Sebagai sumber informasi selanjutnya untuk penelitian terkait FTIR dan kemometrika.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Minyak

Minyak termasuk dalam golongan lipid, yaitu senyawa organik yang tidak dapat larut di dalam air akan tetapi dapat larut dalam pelarut organik non-polar seperti dietil eter ( $C_2H_5OC_2H_5$ ), kloroform ( $CHCl_3$ ), benzena ( $C_6H_6$ ), dan hidrokarbon lainnya. Sifat larut minyak dalam pelarut ini disebabkan dengan polaritas yang serupa (Dharma, 2012). Minyak memiliki peranan penting sebagai sumber energi yang lebih efisien dibandingkan dengan karbohidrat dan protein, dengan satu gram minyak menghasilkan 9 kkal, sedangkan karbohidrat dan protein hanya menghasilkan 4 kkal per gram. Minyak merupakan zat makanan yang penting untuk menjaga kesehatan tubuh manusia. Minyak juga berfungsi sebagai sumber dan pelarut bagi vitamin (Aulia, 2018).

Minyak dapat dibedakan menjadi dua jenis utama, yaitu minyak hewani dan minyak nabati. Minyak hewani merupakan suatu lemak yang terdapat pada hewan. Sedangkan minyak nabati adalah lipid yang diperoleh dari tumbuhan. Minyak nabati mengandung asam lemak esensial seperti asam linoleat, lenolenat, dan arakidonat yang mampu mencegah penyempitan pembuluh darah akibat penumpukan kolesterol. Selain itu, minyak berfungsi sebagai sumber dan pelarut vitamin A, D, E, dan K (Aulia, 2018).

### **2.1.1. Minyak Habbatussauda**

Minyak habbatussauda adalah minyak yang diperoleh dari hasil ekstraksi biji tanaman jintan hitam yang tumbuh subur di wilayah tropis. Minyak habbatussauda telah lama digunakan dalam pengobatan tradisional selama lebih dari 2.000 tahun karena memiliki banyak manfaat terapeutik. Salah satunya adalah untuk mengatasi asma dan membantu penurunan berat badan. Minyak habbatussauda mengandung senyawa bakteri seperti alkaloid, thymoquinon, dan tannin, yang diyakini dapat membantu mencegah pertumbuhan bakteri dan meningkatkan sistem kekebalan tubuh (El tahir dkk., 1993). Kandungan alkaloid dalam minyak habbatussauda juga memberikan rasa pahit yang dapat meningkatkan nafsu makan, memperlancar sistem pencernaan dan metabolisme, memperkuat jaringan, dan mengurangi kelebihan asam (Donstrika, 2014).

### **2.1.2. Minyak Zaitun**

Minyak zaitun atau yang lebih dikenal dengan (*Olive oil*) adalah minyak yang diperoleh dari perasan buah zaitun. Kualitas minyak yang terbaik diperoleh dari buahnya yang tua tetapi belum masak benar, umumnya minyak ini digunakan oleh masyarakat untuk memasak, sebagai bahan kosmetik, dan bahan bakar (Ariyani dan Wulandari, 2020). Dalam beberapa riset menemukan bahwa adanya kandungan flavonoid apigenin, luteolin, chryseriol, dan derivatnya dalam minyak zaitun. Minyak zaitun juga banyak ditemukan adanya omega-9 (asam oleic) yang berperan dalam daya perlindungan tubuh yang mampu menurunkan LDL dan meningkatkan HDL yang lebih besar dibandingkan omega-3 dan omega-6 (Winarno, 2004).

Minyak zaitun memiliki tekstur yang berminyak dan dapat memiliki warna kuning pucat, kuning kehijauan terang, atau kuning bening. Komposisinya meliputi

alkaloid, saponin, dan tannin. Minyak zaitun memiliki aroma dan rasa yang khas. Secara kimia, minyak zaitun dapat larut dalam eter, kloroform, karbon disulfida, namun kurang larut dalam etanol (95%). Pada suhu 10°C minyak zaitun dapat menjadi keruh. Oleh karena itu disarankan untuk menyimpannya dalam wadah tertutup rapat, di tempat yang sejuk, kering, dan terlindung dari cahaya (Rowe dkk., 2009).

## **2.2. Tanaman Habbatussauda (*Nigella Sativa*)**

### **2.2.1. Klasifikasi**



**Gambar 1.** Biji Habbatussauda (Rahmi, 2011).

Tanaman Habbatussauda dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom : Plantae  
Subkingdom : Tracheobionta  
Filum : Spermatophyta  
Subfilum : Angiospermae  
Kelas : Dicotyledoneae  
Ordo : Ranunculales  
Famili : Ranunculaceae

Genus : *Nigella*  
Spesies : *Nigella sativa*

(Hutapea, 1994).

### 2.2.2. Morfologi

Habbatussauda atau (*Nigella sativa*) merupakan salah satu tanaman yang dapat tumbuh subur di wilayah tropis. Penyebaran tanaman ini meliputi wilayah Mediterania Timur hingga ke wilayah India dan Asia Tenggara termasuk Indonesia. Biji habbatussauda memiliki ukuran yang kecil dan pendek (panjangnya antara 1-2 mm), berwarna hitam dan memiliki bentuk trigonal seperti yang terlihat pada Gambar 1. Biji Habbatussauda telah lama dimanfaatkan sebagai tanaman obat. Menurut sejarah habbatussauda telah digunakan sebagai obat tradisional sejak 2000-3000 tahun sebelum Masehi di daerah Timur Tengah. Selain telah lama digunakan sebagai obat tradisional, tanaman ini juga banyak digunakan sebagai bumbu masakan di daerah Timur Tengah (Gilani dkk., 2004).



**Gambar 2.** Tanaman Habbatussauda (Rahmi, 2011).

Habbatussauda adalah salah satu tanaman yang memiliki potensi sebagai obat herbal. Gambar 2 menggambarkan ciri-ciri tanaman ini, termasuk batang yang berkayu, lunak, ramping, bercabang, dan memiliki ruas dengan penampang bulat. Batang tanaman habbatussauda memiliki diameter pangkal kira-kira 15 mm, diameter tengah sekitar 10 mm, dan diameter ujung sekitar 5 mm. Tinggi batang dapat mencapai 20 hingga 30 cm. Batang tanaman habbatussauda yang masih muda memiliki permukaan berbulu kasar, dan bagian yang patah mudah ditumbuhi akar (Muniroh dkk, 2013).

Sementara itu, daun tanaman habbatussauda memiliki bentuk bulat dengan panjang sekitar 5-10 cm, tepi daun bergerigi, dan memiliki tulang daun yang menyirip. Tanaman habbatussauda memiliki bunga majemuk yang berbentuk tandan dengan kelopak berbentuk mangkuk berwarna hijau keunguan. Bunga ini memiliki satu putik yang berwarna coklat pada bagian kepalanya. Tanaman habbatussauda juga menghasilkan buah berbentuk lonjong dengan panjang sekitar 4 sampai 5 mm, dan setiap buah mengandung biji (Syamsuhidayat, 1991).

### **2.2.3. Kandungan Kimia Habbatussauda**

Secara umum biji habbatussauda (*Nigella sativa*) mengandung substansi minyak, protein, karbohidrat, serat, dan abu. Konsentrasi senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Komposisi Senyawa Kimia Biji Habbatussauda

Kelompok	Konsentrasi
Minyak	31-35,5%
Protein	16-19,9%
Karbohidrat	33-34%
Serat	4,5-6,5%
Abu	3,7-7%
Saponin	0,013%
<i>Moisture</i>	5-7%

(El Tahir dan Bakeet, 2006).

Minyak habbatussauda mengandung metabolit sekunder yang mempunyai aktivitas farmakologi untuk mengatasi berbagai macam penyakit. Dengan adanya efek yang lebih besar antar senyawa metabolit sekunder menyebabkan efek farmakologi. Berdasarkan beberapa hasil penelitian menyatakan bahwa daun tanaman habbatussauda mengandung senyawa metabolit skunder berupa flavonoid, saponin, alkaloid, minyak atsiri, dan polifenol (Muniroh dkk, 2013).

Habbatussauda juga memiliki kandungan senyawa aktif yang dikenal sebagai *thymoquinone* yang berfungsi sebagai antioksidan, antiinflamasi, dan sifat terapeutik lainnya yang dapat melindungi tubuh dari kerusakan sel dan penyakit kronis (Alsaif, 2007). Dan minyak habbatussauda juga mengandung asam amino, protein, karbohidrat, minyak jenuh, dan minyak volatil (Khan, 1999).

#### 2.2.4. Khasiat Habbatussauda

Habbatussauda dapat menghilangkan cacing dan parasit dalam usus (Topozoda dkk., 1965), dapat meredakan bronkitis dan batuk (El-Tahir & Ashour 1993), serta dapat melawan rematik dan peradangan (Al-Saleh dkk., 2006). Ekstrak habbatussauda berpotensi meningkatkan sistem kekebalan tubuh, antitumor,

antidiabetik, efek menurunkan kadar lemak, menurunkan kadar kolesterol, menurunkan trigliserida, menurunkan lemak total, meningkatkan serum insulin yang berefek sebagai hipoglikemik, menghambat nekrosis hepar, renoprotektif, dan menaikkan konsentrasi serum yang menurun serta mempunyai efek yang berpengaruh terhadap sistem saraf (Thippeswamy dan Naidu, 2005).

### 2.3. Tanaman Zaitun (*Olea europaea*)

#### 2.3.1. Klasifikasi



**Gambar 3.** Buah zaitun (Budiman, 2015).

Klasifikasi tanaman zaitun (*Olea europaea*) :

Kerajaan : Plantae  
Devisi : Magnoliophyta  
Kelas : Magnoliopsida  
Ordo : Lamiales  
Famili : Oleaceae  
Genus : Olea  
Species : Olea Europaea

(Khadijah, 2012 ).

### 2.3.2. Morfologi

Zaitun merupakan tanaman tahunan yang mudah tumbuh bahkan di daerah kering, zaitun tumbuh hingga 3 meter di atas permukaan laut dan memiliki daun berwarna hijau terang dan buahnya berwarna ungu tua. Zaitun adalah tanaman yang berkerabat dengan melati (*Jasminum sambac*). Pohon zaitun biasanya berbunga di musim semi dan berbuah di akhir musim gugur hingga musim dingin. Satu batang pohon dapat menghasilkan 15 - 20 kg buah zaitun.

Adapun ciri - ciri lainnya dari tanaman ini adalah:

- a. Tumbuh sebagai semak dan mempunyai bunga berbentuk lonceng.
- b. Memiliki daun tunggal dengan posisi berhadapan namun tanpa daun penumpu.
- c. Mempunyai bunga berkelamin tunggal dan buah menumpang (Khadijah, 2012).

### 2.3.3. Kandungan Kimia Zaitun

Elemen-elemen minyak zaitun dapat dikelompokkan menjadi dua kategori utama, yakni Saponifiables dan Unsaponifiables.

1. Saponifiables, kategori pertama, terdiri dari triasilgliserol, gliserida parsial, ester asam lemak atau asam lemak bebas, serta fosfatida. Kelompok ini mendominasi sekitar 98% dari komposisi keseluruhan minyak.
2. Kategori kedua yang disebut Unsaponifiables terdiri dari tokoferol, fitosterol, pigmen warna, dan senyawa fenolik. Kelompok ini hanya menyumbang sekitar 1-2% dari komposisi utama minyak. Minyak trigliserida terutama mengandung asam lemak tak jenuh tunggal, seperti asam oleat, dengan sedikit kandungan asam lemak jenuh dan lemak tak jenuh ganda, seperti asam linoleat (Ghanbari dkk., 2012).

Adapun kandungan kimia dari minyak zaitun bisa dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan Kimia Minyak Zaitun

Kelompok	Konsentrasi
<b><i>Saturated Fatty Acid (UFA)</i></b>	
Asam Miristat	0.05%
Asam Palmitat	9.4-19.5%
Asam Stearat	1.4-3%
Asam Arakidat	0.3-0.4%
<b><i>Monosaturated Fatty Acid (MUFA)</i></b>	
Asam Palmitat	0.6-3.2%
Asam Oleat	63.1-79.7%
<b><i>Polysaturated Fatty Acid (PUFA)</i></b>	
Asam Linoleat	6.6-14.8%

(Jimenez dkk., 2020).

Asam oleat merupakan salah satu komponen utama dalam minyak zaitun. Kandungan tinggi asam oleat membuat minyak zaitun sering dimanfaatkan untuk tujuan obat dan kecantikan (Estikomah dkk., 2018). Asam oleat memiliki manfaat untuk menjaga kelembapan, elastisitas, dan kelembutan kulit (Agustina dan Herliningsih., 2019).

#### 2.3.4. Khasiat Zaitun

Minyak zaitun terkenal karena kandungan antioksidan yang tinggi. Beberapa senyawa didalam minyak zaitun yang memiliki aktivitas antioksidan meliputi tokoferol,  $\beta$ -karoten, skualen, lutein, hidroksitirosol, dan oleuropein. Selain berfungsi sebagai antioksidan, senyawa-senyawa fenolik ini juga memiliki potensi sebagai antiinflamasi dan antimikroba (Muzzamil dkk., 2021). Minyak zaitun juga diketahui dapat menurunkan tekanan darah sehingga memiliki potensi sebagai antihipertensi. Efek antihipertensi ini dihubungkan dengan kemampuan minyak zaitun dalam melindungi fungsi endotel vaskular dan keberadaan konstituen antagonis kalsium. Studi juga pernah melaporkan bahwa minyak zaitun memiliki

efek antitumor terhadap pankreas, rongga mulut, esofagus, prostat, dan paru-paru. Selain itu, konsumsi minyak zaitun juga dapat mengurangi risiko kanker payudara (Waterman dan Lockwood., 2007).

#### **2.4. Analisis Pemalsuan Minyak**

Penentuan keaslian minyak merupakan topik yang menarik bagi konsumen dan produsen minyak karena berkaitan dengan kesehatan konsumen. (Roman dan Che man, 2008). Pemalsuan minyak telah lama menjadi masalah serius dalam perdagangan, terutama bagi konsumen dan industri makanan. Karena ada perbedaan yang besar antara harga dan kualitas minyak. Pemalsuan sulit dideteksi ketika menggunakan minyak palsu yang secara kimiawi mirip dengan minyak asli (Mavromoustakos dkk., 2000). Pemalsuan makanan disebabkan oleh alasan ekonomi dengan tujuan untuk memperoleh keuntungan yang besar dengan cara mencampur minyak berharga tinggi dengan minyak yang bernilai rendah (Velazquez dkk., 2009). Dampak yang ditimbulkan terhadap bahan pemalsuan yang ditambahkan ke dalam makanan yaitu alergi sebagaimana yang terjadi di Spanyol, hal ini menyebabkan beberapa orang meninggal karena kasus pemalsuan minyak zaitun (Asensio dkk., 2008).

Pemalsuan minyak habbatussauda menghadapi banyak masalah teknis karena minyak pemalsu memiliki komposisi kimia yang hampir sama dengan minyak habbatussauda, yaitu 3 ester asam lemak dan gliserol yang sering disebut sebagai trigliserida (95-98%). Sedangkan sebanyak 2-5% sisanya terdiri atas campuran kompleks senyawa minor dari berbagai kelompok kimia, termasuk: alkohol, lemak, lilin, ester, hidrokarbon, senyawa volatil, pigmen, senyawa fenolik, senyawa gliserida, fosfolipid, dan asam triterpenat (Martsari, 2012).

Di pasaran pelaku pemalsuan minyak habbatussauda mencampurkan minyak lain dengan harga yang lebih murah, seperti minyak yang berasal dari nabati yaitu

minyak jagung, minyak kedelai, minyak biji anggur dan minyak walnut. Minyak habbatussauda dijual dengan harga yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak nabati lainnya (Nurrulhidayah dkk., 2011). Metode analisis yang digunakan untuk mendeteksi pemalsuan minyak dilakukan berdasarkan perbedaan sifat dan komposisi baik komponen minor atau pun komponen mayor. Metode ini didasarkan pada konstanta sifat fisika dan kimianya (Kowalski, 1989).

## **2.5. Spektrofotometri *Fourier Transform Infrared* (FTIR)**

Spektrofotometri adalah studi tentang interaksi antara radiasi elektromagnetik dan materi (sampel). Metode spektrofotometri yang umum digunakan adalah spektrofotometri inframerah, Kelebihan spektrofotometri FTIR adalah cepat, sensitif, mudah dilakukan, dan dapat menganalisis berbagai jenis sampel (padat, cair, gas). Hasil dari spektrofotometri FTIR berupa spektra yang dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif (Hoff, 2003).

Dalam spektrofotometri inframerah, molekul tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi ketika molekul menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah tersebut adalah proses dari kuantifikasi. Proses kuantifikasi tersebut menandakan bahwa molekul hanya dapat menyerap frekuensi (energi) tertentu. Penyerapan radiasi IR sesuai dengan perubahan energi dalam kisaran 2-10 kkal/mol. Radiasi dalam energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi regangan dan ulur suatu ikatan dalam kebanyakan ikatan kovalen molekul (Pavia dkk., 2001).

Daerah inframerah (IR) yang paling penting untuk menganalisis kualitatif sistem organik adalah IR tengah. Dikarenakan terdapat vibrasi-vibrasi dasar yang ditemukan pada daerah ini. Analisis minyak pada daerah bilangan gelombang IR tengah dapat memberikan informasi tentang adanya ikatan molekul, karena dapat memberikan berbagai macam jenis ikatan molekul (gugus fungsional) dalam

minyak (Reid dkk., 2006). Sementara itu untuk daerah IR dekat pada umumnya digunakan untuk konfirmasi struktur kimia. Daerah IR dibagi menjadi tiga daerah bilangan gelombang yang dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Pembagian Daerah Spektra Inframerah

Daerah	Panjang Gelombang ( $\mu m$ )	Bilangan Gelombang ( $cm^{-1}$ )
IR dekat	0,8-2,5	12.500-4.000
IR tengah	2,5-25	4.000-400
IR jauh	25-1000	400-10

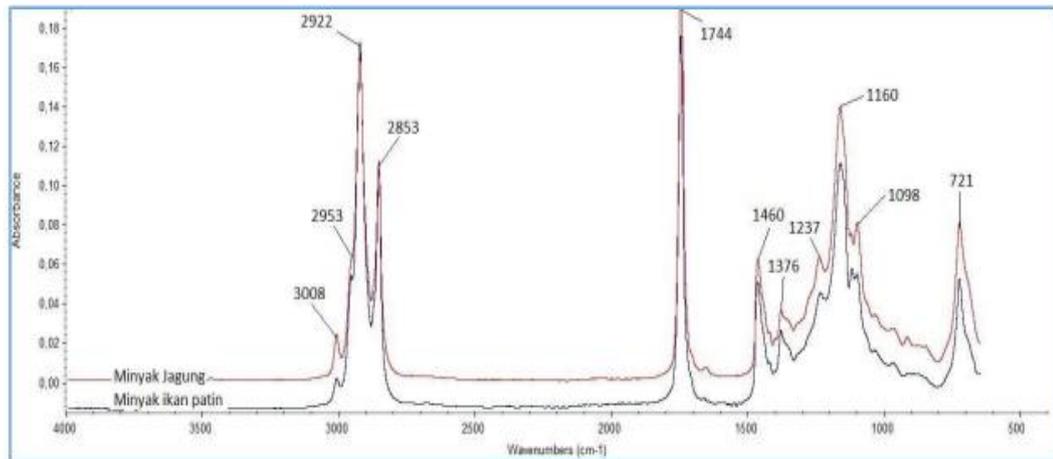
(Watson, 1999).

Spektrofotometri FTIR pada daerah tengah yang dikombinasikan dengan kemometrika telah banyak digunakan untuk deteksi dan kuantifikasi minyak-minyak nabati seperti minyak bunga matahari, minyak jagung, dan minyak kedelai sebagai pemalsu dalam EVOO (*extra virgin olive oil*) (Lerma dkk., 2010). Spektrofotometri FTIR telah berkembang pesat selama satu dekade terakhir ini dan memberikan beberapa keunggulan yaitu, prosesnya yang cepat dan dapat mengumpulkan banyak interferogram dari suatu sampel yang sama kemudian dapat diakumulasikan pada komputer. FTIR juga dapat memberikan sensitifitas dan kecepatan yang lebih baik dibandingkan dengan instrument spektrofotometri dispersive (Pavia dkk., 2009). Spektrofotometri IR juga dikenal sebagai teknik *fingerprint* (sidik jari), yang menandakan bahwa tidak ada suatu senyawa atau sampel yang memiliki jumlah puncak atau intensitas (absorbansi) yang sama (Guillen and Cabo, 1997).

Teknik *attenuated total reflectance* (ATR) merupakan teknik yang digunakan untuk memperoleh spektra zat padat, cair, semi-padat, dan lapisan tipis. Spektrofotometri FTIR ATR menggunakan fenomena pemantulan internal total. Berkas radiasi yang memasuki kristal akan mengalami pemantulan internal total ketika sudut datang pada permukaan antara sampel dan kristal lebih besar dari sudut kritisnya. Sudut kritis merupakan fungsi indeks bias dua permukaan. Berkas

sinar akan memasukkan sebagian panjang gelombangnya di luar permukaan yang memantul, dan ketika suatu bahan yang secara selektif mampu menyerap radiasi berada dipermukaan kristal ATR, maka berkas sinar akan kehilangan energi pada panjang gelombang sampel yang menyerap pada panjang gelombang tersebut (Stuart, 2004).

Pada penelitian Rohman dkk (2021) mengenai Autentikasi Minyak Ikan Patin (*Pangasius micronemus*) menggunakan Metode Spektroskopi FTIR yang dikombinasikan dengan Kemometrika memperlihatkan bahwa spektra FTIR dari minyak ikan patin dan minyak jagung dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Spektra FTIR minyak ikan patin dan minyak jagung (Rohman dkk., 2021).

Pada Gambar 4 terlihat bahwa spektra minyak ikan patin dan minyak jagung memiliki kemiripan spektra, selain itu keduanya juga memiliki kemiripan warna, sehingga minyak jagung dapat digunakan sebagai pemalsu minyak ikan patin. Terdapat beberapa pita serapan dari kedua spektra minyak ikan patin dan minyak jagung. Pita serapan pada  $3008\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan dari vibrasi ulur dari cis  $\text{C}=\text{CH}$ , sedangkan pita serapan pada  $2953\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur dari gugus metil ( $-\text{CH}_3$ ). Pita serapan pada  $2922$  dan  $2853\text{ cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur simetris dan asimetris dari metilen ( $-\text{CH}_2$ ). Vibrasi ulur dari karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) teramati pada munculnya pita serapan di panjang gelombang  $1744\text{ cm}^{-1}$ , pita serapan pada

panjang gelombang 1460 dan 1376  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk dari metilen dan metil. Pita serapan pada 1237, 1160, dan 1098  $\text{cm}^{-1}$  merupakan pita serapan dari vibrasi C-O (Rohman., 2021).

## 2.6. Kemometrika

Kemometrika adalah cabang ilmu yang menerapkan teori matematika, statistika, dan logika formal untuk mengolah data kimia. Salah satu jenis kemometrika adalah kalibrasi multivariat. Kalibrasi multivariat merupakan analisis yang menggunakan beberapa variabel (Spektra dalam banyak bilangan gelombang) yang diukur untuk sampel yang dituju (Miler dan Miler., 2000).

Adapun cara dari kemometrika yang khas adalah dengan berbasis data yang terdiri dari langkah-langkah sebagai berikut:

- 1). Pengumpulan data
- 2). Penghasilan model matematika yang biasanya berdasarkan statistika multivariat atau jaringan neural
- 3). Penerapan model untuk kasus baru, atau sering mencari model yang lebih baik untuk variabel yang lebih tepat (Varmuza, 2000).

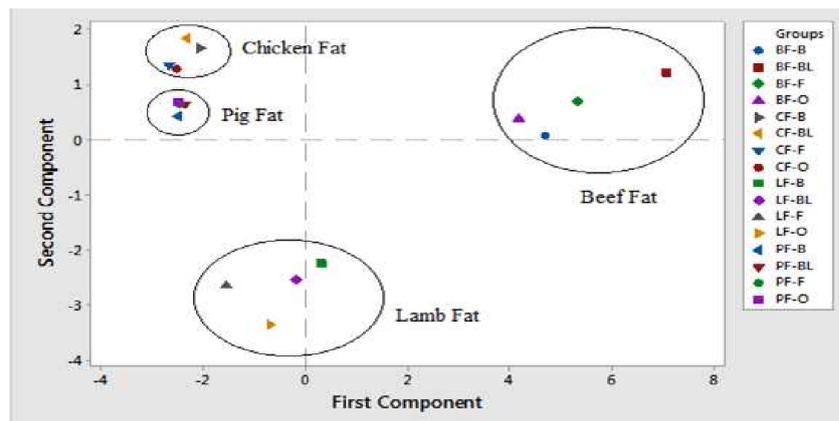
Kemometrika dapat memberikan informasi yang relevan antara spektrum dan struktur karbohidrat, protein dan lemak dalam makanan. Salah satu jenis kalibrasi multivariat dikenal istilah *principal component analysis* (PCA) yaitu teknik mereduksi jumlah data ketika terdapat korelasi antar variabel (Miller dan Miller, 2000). Dan *partial least square* (PLS) yaitu teknik statistika multivariat yang dapat menangani banyak variable respon (Geladi dan Kowalski, 1986).

### 2.6.1. *Principal Component Analysis (PCA)*

*Principal component analysis (PCA)* adalah metode analisis yang bertujuan untuk mereduksi variabel asal untuk mendapatkan variabel baru (*principal component*, PC). Variabel baru tidak terkait satu sama lain, tetapi beberapa informasi disimpan dalam variabel asal. PC dipilih sedemikian rupa sehingga komponen utama pertama (PC1) memiliki variasi terbesar dalam dataset, sedangkan komponen utama kedua (PC2) tegak lurus (ortogonal) terhadap PC1 dan memiliki variasi terbesar berikutnya. Kadangkala PCA dapat memberikan interpretasi fisik dari komponen utama. Untuk alasan ini maka komponen utama disebut sebagai variabel laten (tersembunyi) (Miller dan Miller, 2000).

Nilai komponen utama dari PCA diregresi secara linier, dengan komponen utama sebagai penduga dan konsentrasi sebagai tanggapan. Dengan melihat komponen utama dari data, dapat terlihat bahwa hubungan penting dalam data serta persamaan dan perbedaan diantara sampel dalam dataset (Lavine dan Workman., 2005). Komponen utama adalah himpunan dari variabel baru yang merupakan kombinasi linier dari variabel yang dianalisis. Semakin tinggi variasi (keragaman) suatu variabel, maka semakin besar kemungkinan plot akan berkumpul pada beberapa komponen utama pertama (PC1) dan semakin rendah keragaman dari variabel maka plot akan terkumpul pada komponen utama terakhir. Hal ini menandakan bahwa komponen utama pada urutan akhir dapat diabaikan tanpa kehilangan banyak informasi (Lavine dan Workman, 2005).

Pada penelitian Saputra dkk., (2018) menggunakan *Principal Component Analysis (PCA)* untuk mengklasifikasikan lemak hewani yang diproses dengan cara yang berbeda, dapat dilihat pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Hasil *Score Plot* PCA (Saputra dkk., 2018).

Gambar tersebut menunjukkan *score plot* untuk lemak hewani yang diproses secara berbeda (melalui oven, dipanggang, digoreng, dan direbus) tetap dikelompokkan dalam jenis lemak hewani yang sama. Hal ini menunjukkan bahwa pengolahan tidak menyebabkan perubahan struktur pada lemak yang berasal dari keempat jenis daging hewan tersebut.

### 2.6.2. *Partial Least Square (PLS)*

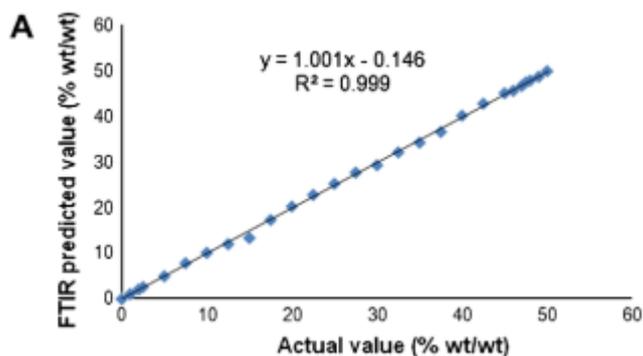
*Partial least square (PLS)* menggunakan kombinasi linier variabel prediktor yang dapat dibandingkan dengan variabel asli. Dalam PLS variabel yang menunjukkan korelasi yang tinggi dengan variabel respon akan diberikan nilai tambah dikarenakan variabel tersebut akan lebih efektif sebagai variabel prediksi, kombinasi linier dari variabel prediksi yang dipilih akan memiliki korelasi yang tinggi dengan variabel respon, dan akan menggambarkan variasi dalam variabel prediktor (Miler, 2005).

PLS memberikan kelebihan berupa pembentukan komponen regresi PLS yang dapat menggambarkan korelasi antara variabel x dan variabel y dengan setiap fungsi linier yang memungkinkan dari variabel x dalam analisis dengan

spektrofotometri FTIR. PLS sering digunakan untuk mengekstrak informasi dari spektra yang kompleks dengan puncak-puncak yang tumpang tindih dengan adanya *impurities*, dan adanya *noise* dari instrumen spektrofotometri FTIR. Bila terdapat jumlah prediktor  $x$  jauh lebih besar dibanding dengan jumlah pengamatan  $y$ , maka pendekatan ini akan sulit dilakukan karena adanya multikolinieritas pada data (Miler dan Miler., 1984). PLS dapat diaplikasikan pada seluruh daerah inframerah yang spesifik. Pemilihan frekuensi spesifik berdasarkan pada nilai koefisien determinasi kalibrasi yang paling tinggi ( $R^2$ ) dan nilai *root mean square error of calibration* (RMSEC) terendah (Rohman dan Che man, 2011).

Pengujian PLS dapat menggunakan 2 teknik, yaitu yang pertama dengan menggunakan teknik *leave one out*. Dengan cara mengeluarkan suatu sampel kalibrasi dari pemodelan PLS, kemudian sisa sampel selanjutnya dapat digunakan untuk memprediksi level dari suatu sampel yang dikeluarkan, dan kesalahan dihitung (*error*) antara nilai aktual dan nilai prediksi dari sampel yang dikeluarkan. Selanjutnya diulangi sampai semua sampel kalibrasi dikeluarkan satu demi satu. Dan cara yang kedua yaitu dengan menggunakan sampel independen yang biasa disebut sebagai sampel prediksi atau sampel validasi (Nurulhidayah dkk., 2011).

Pada penelitian Rohman dan Che Man (2011) mengenai spektroskopi FTIR untuk analisis minyak zaitun extra virgin yang dicampur dengan minyak sawit memperlihatkan bahwa hasil analisis dari PLS yang dapat dilihat pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Hasil Analisis PLS (Rohman dan Che Man, 2011).

Gambar tersebut menunjukkan model kalibrasi PLS pada spektra turunan pertama menunjukkan  $R^2$  tertinggi. Menggunakan spektrum turunan pertama pada 1500–1000  $\text{cm}^{-1}$ , hubungan antara nilai aktual kandungan EVOO dan nilai prediksi FTIR menunjukkan korelasi yang baik dengan  $R^2$  sebesar 0,999. *Root mean square error of kalibrasi* (RMSEC) digunakan untuk mengevaluasi kesalahan dalam kalibrasi model. Nilai RMSEC dihitung dengan persamaan 1 (Paradkar and Irudayaraj, 2002).

$$\text{RMSEC} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\text{actual} - \text{calculated})^2}{N - f - 1}} \quad (1)$$

Istilah aktual mengacu pada konsentrasi yang diketahui atau benar dari standar yang dipilih. Sementara itu dihitung atau diprediksi mengacu pada nilai yang dihitung oleh model menggunakan data spektral, di mana N adalah jumlah sampel yang digunakan dalam perangkat kalibrasi, dan f adalah jumlah faktor yang digunakan dalam model kalibrasi. Nilai RMSEC yang rendah menunjukkan kinerja model PLS yang baik. Nilai RMSEC minyak jagung dan minyak biji bunga matahari dalam VCO diperoleh masing-masing sebesar 0,866% dan 0,374% (v/v). Dalam sampel VCO sebagai kumpulan data validasi atau prediksi. Evaluasi kecocokan dalam validasi dilakukan dengan menghitung *root mean square error of predict* (RMSEP) dan  $R^2$  (Rohman dan Che Man., 2011). RMSEP dihitung dengan menggunakan persamaan 2 (Paradkar and Irudayaraj., 2002).

$$\text{RMSEP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (\text{actual} - \text{calculated})^2}{M - 1}} \quad (2)$$

Di mana M adalah jumlah sampel yang digunakan dalam set prediksi. Nilai  $R^2$  adalah 0,998 untuk kedua campuran, sedangkan nilai RMSEP masing-masing adalah 0,994% dan 1,060% (v/v) untuk analisis minyak jagung dan minyak biji bunga matahari sebagai pemalsuan dalam sampel VCO (Rohman dan Che Man, 2011).

## 2.7. Pembentukan Model Kalibrasi, Validasi dan Klasifikasi

Dalam pembentukan model kalibrasi, validasi dan klasifikasi dilakukan penentuan set data spektrum. Pada spektrum IR terdapat dua daerah yang mempunyai ciri khas yaitu daerah gugus fungsi dan daerah *fingerprint* (sidik jari). Dengan demikian terdapat 3 set data yang menunjukkan daerah yang mempunyai ciri khas yaitu pada set data A yang berfungsi untuk mengetahui seluruh frekuensi yang digunakan dan daerah yang tidak masuk pada dua daerah yang memiliki ciri khas pada daerah bilangan gelombang spektrum utuh ( $4000-600\text{ cm}^{-1}$ ), set data B merupakan daerah gugus fungsi yaitu pada daerah bilangan gelombang ( $4000-2900\text{ cm}^{-1}$ ), ( $1750-1450\text{ cm}^{-1}$ ) dan ( $1050-750\text{ cm}^{-1}$ ), dan set data C pada daerah bilangan gelombang *fingerprint* ( $1500-800\text{ cm}^{-1}$ ) (Vacawati dkk., 2013).

Validasi sampel dilakukan menggunakan metode PLS dengan cara menganalisis spektrum IR yang didapatkan dari set kalibrasi campuran minyak habbatussauda dan minyak zaitun. Metode PLS digunakan untuk menghasilkan model kalibrasi. Nilai absorbansi sebagai prediktor (variabel x) dan konsentrasi sebagai respon (variabel y). Penentuan set data spektrum didasarkan pada kemampuan prediksi apabila nilai korelasi  $R^2$  semakin tinggi dan nilai error RMSEC dan RMSEP apabila nilai semakin rendah. Maka model kalibrasi terpilih kemudian divalidasi dengan set validasi menggunakan *Leave One Out-Cross Validation* (LOOCV) dan *2-Fold Cross-Validatio*, parameter yang diamati sebagai evaluasi set validasi adalah nilai prediksi  $R^2$  (Vacawati dkk., 2013).

Klasifikasi sampel dapat dilakukan dengan metode PCA dengan cara mentransformasikan variabel-variabel asal yang saling berkorelasi menjadi variabel-variabel baru yang tidak saling berkorelasi dengan mereduksi sejumlah variabel tersebut sehingga mempunyai dimensi yang lebih kecil namun dapat menerangkan sebagian besar keragaman variabel aslinya (Rismawati, 2018).

## 2.8. Ekstraksi Soxhlet

Metode ekstraksi dibutuhkan sebagai proses pengambilan minyak untuk memisahkan suatu bahan dengan menggunakan pelarut. Metode ekstraksi yang selama ini digunakan yaitu ekstraksi soxhlet (Afoakwah dkk., 2012). Metode ekstraksi soxhlet merupakan metode yang digunakan untuk analisis kadar lemak secara langsung dengan cara mengekstrak lemak atau minyak dari bahan pangan dengan pelarut organik non-polar, seperti heksana, petroleum eter dan dietil eter yang menggunakan alat khusus yaitu ekstraktor soxhlet (Aminullah dkk., 2018).

Adapun prinsip kerja dari metode soxhlet yaitu, pelarut ekstraksi dipanaskan sampai titik didih dalam labu soxhlet untuk menguap. Uap pelarut ini akan naik melalui pipa pendingin sehingga ia mengembun dan menetes ke bahan yang diekstraksi. Pelarut ini merendam bahan dan ketika tingginya melebihi tinggi pipa pengalir pelarut, ekstrak mengalir ke dalam labu soxhlet. Panaskan kembali ekstrak yang terkumpul untuk menguapkan pelarut lagi dan meninggalkan lemak dalam labu. Sehingga terjadi daur ulang pelarut dan bahan diekstraksi dengan pelarut baru setiap kali (Melwita dkk., 2014).

Pada ekstraksi soxhlet bahan yang akan diekstrak dibungkus dalam sebuah kantung ekstraksi (kertas saring, karton dan sebagainya). Kantung diletakkan dalam wadah gelas pada alat soxhlet. Kemudian wadah gelas yang berisi kantung diletakkan diantara labu melalui pipa. Labu yang berisi bahan pelarut yang menguap dan mencapai ke dalam pendingin aliran balik melalui pipa, lalu berkondensasi di dalamnya, menetes ke atas bahan yang diekstraksi dan menarik ke luar bahan yang diekstraksi. Larutan berkumpul di dalam wadah gelas, setelah mencapai tinggi maksimalnya secara otomatis di pindahkan ke dalam labu. Dengan demikian zat yang terekstraksi terakumulasi melalui penguapan bahan pelarut murni berikutnya (Voigt, 1994).

### **III. METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2023 - Juli 2023 di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung.

#### **3.2. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Spektrofotometri *Fourier Transform Infrared* (FTIR), botol vial, *rotary evaporator*, beaker glass, Erlenmeyer, mikropipet, batang pengaduk, tissue, kaca arloji, neraca analitik, blender, seperangkat alat soxhlet, perangkat PC, dan *software* minitab 19 dengan analisis *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Partial Least Square* (PLS).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji habbatussauda, minyak zaitun, 5 sampel minyak habbatussauda yang beredar di pasaran, kertas saring, n-heksana, dan akuades.

### **3.3. Prosedur Penelitian**

#### **3.3.1. Preparasi Minyak Sebagai Standar**

Standar yang akan digunakan pada penelitian ini adalah minyak habbatussauda murni yang diperoleh dari ekstraksi biji habbatussauda menggunakan metode soxhlet dan minyak zaitun yang diperoleh dari supermarket yang berada di Bandar Lampung.

#### **3.3.2. Ekstraksi Biji Habbatussauda**

Ekstraksi biji habbatussauda ini merujuk pada penelitian (Kadam, 2017). Biji habbatussauda di peroleh dari pasar tradisional yang ada di Bandar Lampung. Selanjutnya biji habbatussauda dihaluskan menggunakan blender, kemudian setelah halus ditimbang biji habbatussauda sebanyak 15 g, tahap berikutnya dimasukkan biji habbatussauda ke dalam kantung ekstraksi yang berisi kertas saring, ditambahkan pelarut n-heksana sebanyak 150 mL. Kemudian biji habbatussauda diekstraksi selama 2,5 jam. Selanjutnya Ekstrak biji habbatussauda yang didapatkan kemudian diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* pada suhu 40°C dan tekanan sebesar 200 mbar selama 15 menit. Minyak yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam botol vial dan dilakukan analisis menggunakan FTIR dan kemometrika.

#### **3.3.3. Pembuatan Sampel Kalibrasi dan Validasi**

Pembuatan kalibrasi dan validasi sebagai standar merujuk pada penelitian (Rohman dan Ariani., 2013).

### A. Standar Minyak Set Kalibrasi

Dilakukan set kalibrasi berupa minyak habbatussauda murni, dan minyak zaitun murni. Kemudian dicampurkan minyak habbatussauda dan minyak zaitun dengan perbandingan konsentrasi 0%; 20%; 40%; 60%; 80%; dan 100%. Setelah didapatkan campuran set kalibrasi minyak habbatussauda dan minyak zaitun. Dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer FTIR. Data hasil spektrum FTIR yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan analisis kemometrika dengan metode *Partial Least Square* (PLS). Komposisi set kalibrasi dari minyak habbatussauda dan minyak zaitun dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Komposisi Campuran Minyak yang digunakan untuk Kalibrasi

Minyak Habbatussauda (mL)	Minyak Zaitun (mL)	Konsentrasi (%)	Kualifikasi
0	10	0	Murni
2	8	20	Campuran
4	6	40	Campuran
6	4	60	Campuran
8	2	80	Campuran
10	0	100	Murni

### B. Standar Minyak Set Validasi

Dilakukan set validasi berupa minyak habbatussauda murni, dan minyak zaitun murni. Kemudian dicampurkan minyak habbatussauda dan minyak zaitun dengan perbandingan konsentrasi 0% ; 10% ; 30% ; 50% ; 70% ; 90%; dan 100%. Setelah didapatkan campuran set validasi minyak habbatussauda dan minyak zaitun. dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer FTIR. Data hasil spektrum FTIR yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan analisis

kemometrika dengan metode *Partial Least Square* (PLS). Komposisi set validasi dari minyak habbatussauda dan minyak zaitun dapat dilihat pada Tabel 5

Tabel 5. Komposisi Campuran Minyak yang digunakan untuk Validasi

Minyak Habbatussauda (mL)	Minyak Zaitun (mL)	Konsentrasi (%)	Kualifikasi
0	10	0	Murni
1	9	10	Campuran
3	7	30	Campuran
5	5	50	Campuran
7	3	70	Campuran
9	1	90	Campuran
10	0	100	Murni

#### 3.3.4. Aplikasi Sampel Pasaran

Sampel yang akan dianalisis pada penelitian ini adalah 5 sampel minyak habbatussauda yang beredar di pasaran yang diperoleh dari Pasar dan Apotek yang ada di Bandar Lampung dengan merek yang bervariasi dan harga yang berbeda-beda. Pada prosedur ini bertujuan untuk mengaplikasikan model kemometrika yang telah dibentuk pada minyak habbatussauda dan minyak zaitun sebagai set kalibrasi dan validasi. Kemudian diuji 5 sampel yang beredar di pasaran. Tahap selanjutnya diukur menggunakan spektrofotometer FTIR. Data hasil spektrum FTIR yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan analisis kemometrika dengan metode *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Partial Least Square* (PLS).

### 3.3.5. Pengukuran spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektrum FTIR semua minyak dibaca menggunakan Instrumen FTIR, tetesan minyak ditempatkan pada kristal dengan teknik penanganan sampel *attenuated total reflectance* (ATR) pada bilangan gelombang 4000-650  $\text{cm}^{-1}$ . Selanjutnya pasangkan satu bagian natrium klorida pada holder sehingga cairan merata pada permukaan lempeng. Kemudian lakukan pengukuran menggunakan FTIR. Setelah selesai, plat dibersihkan dengan n-heksana sebanyak dua kali sampai tidak ada sampel minyak yang tertinggal lalu plat dikeringkan menggunakan tissue. Data yang dihasilkan berupa gelombang yang memiliki puncak-puncak tertentu yang menandakan gugus fungsi yang terkandung dalam minyak tersebut (Rohman dan Che Man, 2010).

### 3.3.6. Analisis Kemometrika

Data hasil spektrum FTIR yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan analisis kemometrika dengan metode *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Partial Least Square* (PLS). Metode PCA akan diolah menggunakan *software* minitab. Metode ini merupakan analisis multivariat yang dapat mentransformasikan variabel-variabel asal yang saling berkorelasi menjadi variabel-variabel baru yang tidak saling berkorelasi dengan mereduksi sejumlah variabel tersebut sehingga mempunyai dimensi yang lebih kecil namun dapat menerangkan sebagian besar keragaman variabel aslinya (Rismawati, 2018). Analisis PLS menggunakan *software* minitab, pada analisis ini menggunakan kalibrasi PLS ini untuk menunjukkan nilai aktual (X-axis) dan prediksi FTIR (Y-axis) (Inayah, 2018).

Adapun cara pengoperasian PCA menggunakan *software* minitab yaitu sebagai berikut :

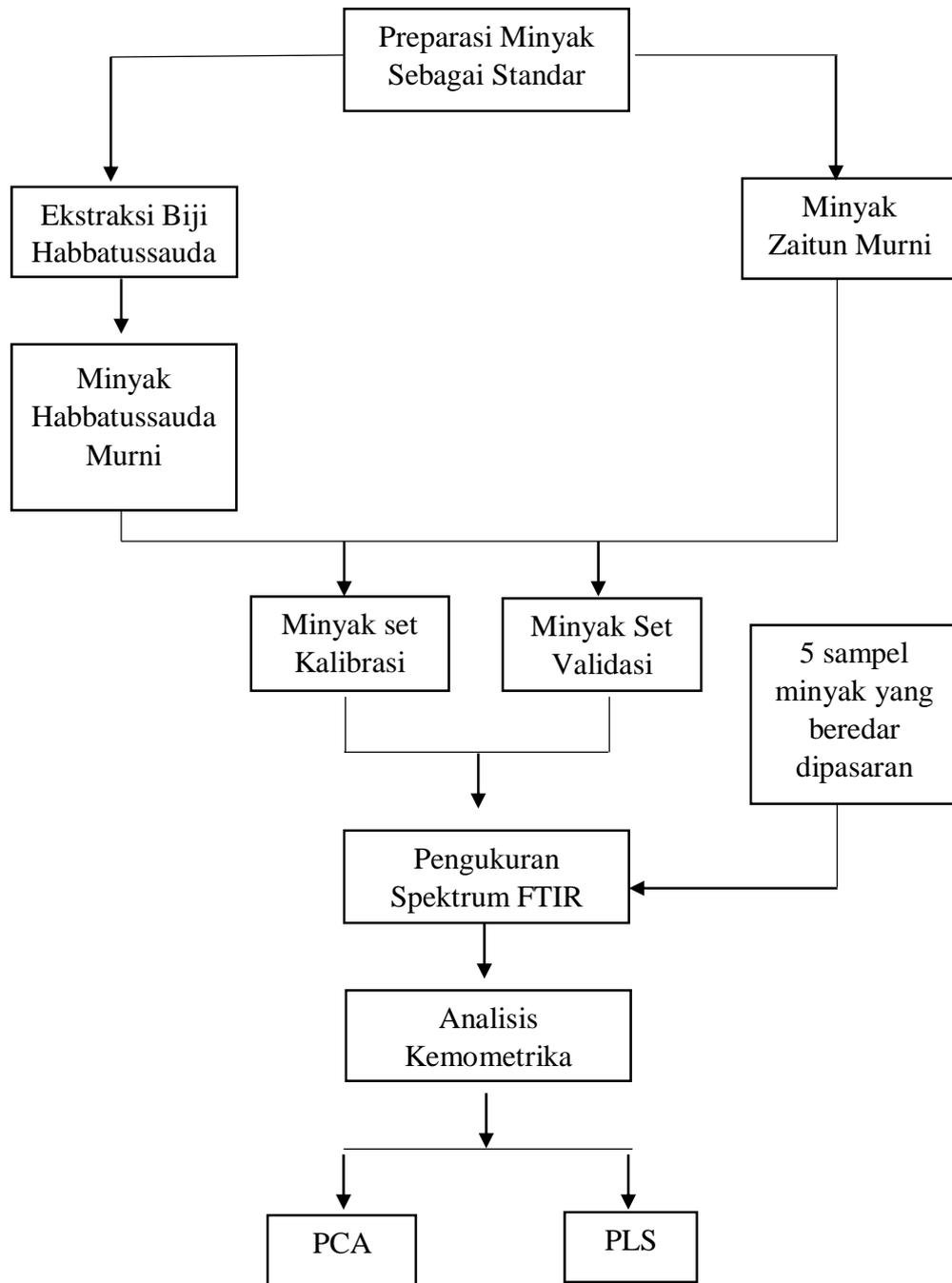
1. Data dimasukkan ke dalam Worksheet Minitab.
2. Klik start → Multivariate → Principal Components.

3. Kemudian masukkan variabel contoh ke kotak variabel.
4. Selanjutnya klik graphs.
5. Untuk memperoleh hasil analisis klik OK, maka dalam *windows session* yang berisi *output* atau hasil analisis PCA akan muncul beberapa *output* analisis PCA. (Rohman dkk., 2021).

Sedangkan cara membuat model kalibrasi dan validasi PLS menggunakan software minitab yaitu sebagai berikut :

1. Masukkan data kedalam jendela Minitab.
2. Klik start → regression → Partial Least Squares.
3. Untuk respons isikan C1 dan untuk model gunakan A1-A6.
4. Selanjutnya untuk melakukan validasi *leave one out*, maka klik Options.
5. Pilih *leave one out*, lalu klik OK (Rohman dkk., 2021).

Bagan alir dari penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 7 .



**Gambar 7.** Bagan Alir Penelitian

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil pengukuran spektrum minyak habbatussauda dan minyak zaitun menggunakan spektrofotometri FTIR terdapat perbedaan pada puncak gelombangnya yaitu puncak gelombang pada minyak zaitun relatif lebih tinggi dari pada puncak gelombang pada minyak habbatussauda. Terdapat 4 puncak yang lebih tinggi yaitu  $1744\text{ cm}^{-1}$ ,  $1461\text{ cm}^{-1}$ ,  $1170\text{ cm}^{-1}$  dan  $723\text{ cm}^{-1}$ .
2. Hasil analisis PCA menunjukkan kelima sampel minyak habbatussauda yang beredar di Bandar Lampung menunjukkan pola yang mendekati standar minyak zaitun.
3. Klasifikasi menggunakan plot 3D menghasilkan tingkat akurasi yang lebih besar dari pada menggunakan plot 2D. Klasifikasi menggunakan plot 3D menghasilkan tingkat akurasi sebesar 95,6%, sedangkan klasifikasi menggunakan plot 2D menghasilkan tingkat akurasi sebesar 89,1%.

4. Hasil analisis PLS pada set validasi menunjukkan adanya nilai R-Square ( $R^2$ ) sebesar 0,963 dan nilai RMSE sebesar 0,10% jika dilihat dari kedua nilai tersebut maka model tersebut dapat dikatakan baik.
5. Deteksi kemurnian minyak habbatussauda yang dikombinasikan menggunakan box plot menunjukkan kadar campuran minyak zaitun dalam minyak habbatussauda yang beredar di supermarket dan apotek Bandar Lampung adalah 82% hingga 89 %.

## 5.2. Saran

Saran yang dapat disampaikan dari penelitian ini yaitu :

1. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan sebaiknya untuk penelitian selanjutnya pengolahan data menggunakan metode lainnya seperti *Linear Discriminant Analysis* (LDA), *Cluster Analysis* (CA), *Principal Component Regression* (PCR) dan lain sebagainya.
2. Pengolahan data analisis kemometrika dilakukan menggunakan aplikasi *unscramble*. Sehingga data yang di peroleh dari aplikasi tersebut lebih lengkap dan lebih akurat.

## DAFTAR PUSTAKA

- Afoakwah, A.N., Owusu, J., Adomako, C., dan Teye, E. 201. Microwave Assisted Extraction (MAE) of Antioxidant Constituents in Plant Materials. *Global Journal of Bio-Science & Biotechnology*.1 (2): 132-140.
- Agustiana, Y., dan Herliningsih. 2019. Formulasi Sediaan Lip Balm Dari Minyak Zaitun (Olive Oil) Sebagai Emolien dan Penambahan Buah Ceri (*Prunus avium*) Sebagai Pewarna Alami. *Herbapharma*. 1(1) : 24-31.
- Alsaif, M. A. 2007. Effect of Thymoquinone on Ethanol-Induced Hepatotoxicity in Wistar Rats. *J. Med. Sci.* 7: 1164-1170.
- Al-Saleh, I.A., Billedo, G., dan Doush, E. 2006. Levels of selenium D L-alfatocopherol D L-gamma-tocopherol all-trans-retinol thymoquinone and thymol in different brands of *Nigella sativa* L seeds. *J Food Comp Analys.* 19: 167-175.
- Aminullah, dkk. 2018. Kandungan Total Lipid Lemak Ayam dan Babi Berdasarkan Perbedaan Jenis Metode Ekstraksi Lemak. *Jurnal Agroindustri*. 4 (1):1-7.
- Ariyani, L. W., dan Wulandari. 2020. Formulasi Sediaan Nanogel Minyak Zaitun sebagai Antiacne. *Jurnal Ilmu Cendekia Eksakta*. 5(02): 92-100.
- Aulia, S.G.B., Makmur, T., dan Hamid, A.H. 2018. Perilaku Konsumsi Fast Food Mahasiswa Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala Kota Banda Aceh. *Jurnal Ilmu Mahasiswa Pertanian Unsyiah*. 3(01): 130–139.

- Berrueta, L. A., Alonso-Salces, R. M., dan Heberger, K. 2007. Supervised Pattern Recognition in Food Analysis. *Journal of Chromatography A*. 1158 (1–2) :196–214.
- Dharma, I.P.Y. 2012. *Analisa bilangan peroksida pada minyak goreng yang digunakan pedagang gorengan di wilayah mulyosari surabaya*. Universitas Muhammadiyah Surabaya.
- Donstrika. 2014. *Efektifitas Tepung Jintan Hitam (Nigella sativa) untuk Pencegahan Infeksi A Hydrophila Pada Ikan Patin*. Fakultas Pertanian Universitas Sriwijaya. Inderalaya.
- El-Tahir, K.E.H., dan Ashour. 1993. The respiratory effects of the volatile oil of the black seed (*Nigella sativa*) in guinea-pigs elucidation of the mechanism(s) of action. *Gen Pharmacol*. 24:1115-1122.
- El-Tahir, K.E.H., Ashour., dan Harbi, A.M.M. 1993. The cardiovascular actions of the volatile oil of the black seed (*Nigella sativa* L) in rats elucidation of the mechanism of action. *Gen Pharm*.24:1123-1131.
- El-Tahir, K.E.H., dan Bakeet, D.M. 2006. Review article The Black Seed *Nigella sativa* Linnaeus-A Mine for Multi Cures A Plea for Urgent Clinical Evaluation of its Volatile Oil. *J.T.U. Med Sc*. 1 (1): 1-19.
- Estikomah., Asfy, N. Andi, S.S.A. 2018. Formulasi Sediaan Lipstik Ekstrak Bunga Rosella (*Hibiscus sabdariffa*) Sebagai Pewarna Dan Minyak Zaitun (Olive oil) Sebagai Emolien. *J Islam Pharm*. 2(1) : 1-9.
- Ferrari, E., Foca, G., Vignali, M., Tassi, L., Ulrici, A. 2011. Adulteration of the Anthocyanin Content of Red Wines: Perspectives for Authentication by Fourier Transform-Near InfraRed and <sup>1</sup>H NMR Spectroscopies. *Anal Chim Acta*. 701:139–151.
- Geladi, P., dan Kowalski, B. R., 1986, Partial Least-Squares Regression: A Tutorial. *Anal Chim Acta*. 186: 17.

- Ghanbari ,R. Anwar, F. Alkharfy, K.M., dan Gilani, A.H. 2012. Valuable Nutrients and Functional Bioactives in Different Parts of Olive (*Olea europaea* L.)-A review. *Int J Mol Sci.* 13(3): 3291– 3340.
- Gilani, A.H., Jabeen, Q., dan Khan, M.A.U. 2004. A review of medicinal uses and pharmacological activities of *Nigella sativa* Department of Biological and Biochemical Sciences The Aga Khan University Medical College Karachi Pakistan. *Pakistan Journal of Biological sciences.* 7(4): 441-451.
- Guenther, E. 1987. *Minyak Atsiri*. UI Press. Jakarta.
- Guillen, M.D., and Cabo. 1997. Characterization of edible oils and lard by Fourier transform infrared Spectroscopy. Relationships between composition and frequency of concrete bands in the fingerprint region. *Journal of the American Oil Chemists.* 74:1281-1286.
- Guntarti, A., Ahda, M., Kusbandari, A., dan Atmana , D.T. 2020. Aplikasi metode FTIR kombinasi kemometrika untuk analisis lemak daging tikus pada nugget ayam. *Journal of Halal Science and Research.* 1(1):1-8.
- Hermanto. 2008. *Aplikasi Alat HPTLC dan GC- MS*. Universitas Indonesia PRESS. Jakarta.
- Hoff, M. 2003. Basic of Optical Spectroscopy in Gauglitz, G. and Vo-Dinh, T., Eds. *Handbook of Spectroscopy*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Hutapea, J. 1994. *Inventaris Tanaman Obat Herbal Indonesia (III)*. Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan Departemen Kesehatan Indonesia. Jakarta.
- Ilhan, N., dan Seclin, D. 2005. Protective Effect of *Nigella sativa* Seeds on CCL4-Induced Hepatotoxicity. *F.U Saglik Bil Dergisi.* 9(3):175-179.
- Inayah, A. 2018. *Analisis Kemometrik Menggunakan LDA (Linear Discriminant Analysis) dan PLS (Partial Least Square) dari Sampel Minyak Babi dan Minyak Sawit Berbasis Data FTIR*. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.

- Jafari, M., Kadivar, M., Keramat, J. 2009. Detection of Adulteration in Iranian Olive Oils Using Instrumental (GC, NMR, DSC) Methods. *J Am Oil Chem Soc.* 86: 103–110.
- Jimenez, L.C. Carpena, M, Lourenco, L.C. Gallardo, G.M., Lorenzo, J.M., and Barba, F.J. 2020. Bioactive Compounds and Quality of Extra Virgin Olive Oil. *Foods.* 9(8): 1-31.
- Kadam, D., dan Smitha, L. S. Extraction, characterization and bioactive properties of *Nigella sativa* seedcake. *J Food Sci Technol.* 54(12):3936–3947.
- Khadijah, Z. 2012. *Khasiat dasyat minyak zaitun*. Gapura Publishing Lokanata Maya. Yogyakarta.
- Kowalski, B.1989. Sub-ambient differential scanning calorimetry of lard and lard contaminated by tallow. *Int J Food Sci Technol.* 42: 415-420.
- Lavine, B.K., dan Workman, J.R. 2005. *In Chemometrics and Chemoinformatics*. American Chemical Society. Washington DC.
- Lerma, G.M.J., Ramis, R. G., Herrero, M., dan Simo., A.I. 2010, Authentication of Extra Virgin Olive Oils by Fourier-Transform Infrared Spectroscopy. *Food Chem.*118: 78-83.
- Maqsurroh, F. H. 2018. *Analisis Minyak Zaitun, Sawit, Babi, dan Campuran Berbasis Data FTIR dengan Kualifikasi nenggunakan PCA dan CA*. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Martsasi. 2012. *Analisis Pemalsuan Minyak Buah Merah (Pandanus conoideus Lam.) secara Spektrofotometri Inframerah dan Kalibrasi Multivariat*. Skripsi Fakultas Farmasi UGM. Yogyakarta.
- Mavromoustakos, T. Zervou, M., Bonas, G., Kolocouris, A., and Petrakis. 2000. A Novel Analytical Method to Detect Adulteration of Virgin Olive Oil by Other Oils. *JAOCS.* 77(04): 405-410.
- Melwita, E., Fatmawati, dan Oktaviani, S. 2014. Ekstraksi Minyak Biji Kapuk

- dengan Metode Ekstraksi Soxhlet. *Jurnal Teknik Kimia*. 20(1):23.
- Miller, J.C., and Miller, J.N. 1984. *Statistic For Analytical Chemistry*. Chichester Halsted Press. New York.
- Miller, J.N., and Miller, J. C. 2000. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry 4th ed*. Prentice. Hall Harlow.
- Miller, J.N., and Miller, J.C. 2005. *Statistic and Chemometrics for Analytical Chemistry 5th Edition*. Pearson Education Limited. Harlow.
- Muniroh, L., Martini, S., Nindya, T.S., dan Solfaine, R. 2013. Efek Antiradang dan Toksisitas Akut Ekstrak Daun Jintan (*Plectranthus amboinicus*) pada Tikus yang Diinduksi Arthritis. *Makara Seri Kesehatan*. 1(17): 33-40.
- Muzammil, S., Kanwal, H., Shahzad, T., Hussain. S., Nadeem, H.U., and Rasul, I. 2021. Olive Oil In Green Sustainable Process For Chemical And Environmental Engineering And Science. *Elsevier*: 17-26.
- Nurrulhidayah, A.F., Che Man, Y.B., Al-Kahtani, H.A., dan Rohman, A., 2011, Application of FTIR Spectroscopy Coupled with Chemometrics for Authentication of *Nigella sativa* Seed Oil. *Spectroscopy*. 25:243-250.
- Owen, A.J.1995. *Application note Uses of Derivative Spectroscopy*. Agilent Technologies. Jerman.
- Paradkar, M. M., dan Irudayaraj, J. 2002. A rapid FTIR spectroscopic method for estimation of caffeine in soft drinks and total methylxanthines in tea and coffee. *Journal of Food Science*. 2507–2511.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., dan Kriz. J.G.S. 2009. *Introduction to Spectroscopy A Guide for Students of Organic Chemistry 4rd Edition*. Thomson Learning Inc. London.
- Rahmania, H. 2014. *Analisis Daging Tikus dalam Bakso Sapi Menggunakan Metode Spektroskopi Inframerah yang dikombinasikan engan Kemometrika*. Skripsi. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.

- Rahmi, A. 2011. *Pengaruh Pemberian Ekstrak Minyak Jintan Hitam (Nigella sativa) terhadap Gambaran Histopatologi Organ Testis Mencit (Mus musculus)*. Skripsi Fakultas Kedokteran Hewan IPB. Bogor.
- Rasyida, K. 2014. *Deteksi Kemurnian Air Zamzam Menggunakan Metode Spektroskopi Fourier Transform Infra Red (FTIR) dan Kemometrik*. Skripsi. Universitas Jember. Jawa Timur.
- Reid, L.M., Donnell, O., Downey, G. 2006. Recent technological advances for the determination of food authenticity. *Trends in Food Science and Technology*. 344-353.
- Rismawati, S.N. 2018. *Analisis Kemometrik Menggunakan PCA (Principal Component Analysis) dan LDA (Linear Discriminant Analysis) Pada Sampel Minyak Babi dan Minyak Zaitun Berbasis Data FTIR-Spectroscopy*. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Rohman, A., dan Ariani, R. 2013. Authentication of Nigella sativa Seed Oil in Binary and Ternary Mixtures with Corn Oil and Soybean Oil Using FTIR Spectroscopy Coupled with Partial Least Square. *The Scientific World Journal*.
- Rohman, A. dan Che Man, Y.B. 2008. Review article: analysis of lard in food products for halal authentication study. *Agritech*.192-201.
- Rohman, A., dan Che Man, Y.B. 2011. The Use of Fourier Transform Mid Infrared (FT-MIR) Spectroscopy for Detection and Quantification of Adulteration in Virgin Coconut Oil. *Food Chem*. 129(2): 583-588.
- Rohman, A., Irnawati, dan Riswanto, F. D. 2021. *Kemometrika*. UGM PRESS. Yogyakarta.
- Rohman, A., Putri, A.R., Riyanto, S., dan Setyaningsih, W. 2021 . Autentikasi Minyak Ikan Patin (*Pangasius micronemus*) menggunakan Metode Spektroskopi FTIR yang dikombinasikan dengan Kemometrika. *Indonesian J Chemom Pharm Anal*. 1(1): 22-27.

- Rowe, R.C., Sheskey, P. J., dan Quinn, M.E. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Pharmaceutical Press. London.
- Saputra, I., Jaswir, I., dan Akmeliawati, R. 2018. Profiling of Wavelength Biomarkers of Pure Meat Samples from Different Species Based on Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and PCA Techniques. *International Journal on Advanced Science Engineering Information Technology*. 8(4-2):1617-1624.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy Fundamentals and Applications*. John Wiley and Sons Chichester. UK.
- Syahariza, Z.A., Che Man, Y.B., Selamat, J., dan Bakar, J. 2005. Detection of Lard Adulteration in Cake Formulation by Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. *Food Chem*. 92: 365-371.
- Syamsuhidayat. 1991. *Inventarisasi Tanaman Obat Indonesia*. Departemen Kesehatan RI Badan Penelitian dan Pengembangan. Jakarta.
- Thippeswamy, N.B., dan Naidu, K.A . 2005. Antioxidant potency of cumin varieties cumin, black cumin and bitter cumin on antioxidant systems. *Europ Food Research Technol*. 224:109-115.
- Topozoda, H.H., Mazloun, H.A., dan El-Dakhakhny, M. 1965. The antibacterial properties of *Nigella sativa* seeds. *Journal Egypt Med*. 48:187-202.
- Vacawati, W. D. dkk., 2013. *Deteksi Lemak Babi dalam Lemak Ayam Menggunakan Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) dan Kemometrik sebagai Verifikasi Halal*. Universitas Jember. Jember.
- Varmuza, K. 2000. *Applied Chemometrics: From Chemical Data to Relevant Information*. Vienna University of Technology. Austria.
- Velazquez, G.T., Osorio, R.G., Zuñiga, L.M. dan Rivera, E.Y. 2009. Application of FTIR-HATR Spectroscopy and Multivariate Analysis To The Quantification of Adulterants in Mexican Honeys. *Food Research International* .42: 313–318.

- Voiget, R. 1994. *Buku Pelajaran Teknologi Farmasi*. UGM Press. Yogyakarta.
- Wang, J.J., Soojin, Bittenbender, H. C., Gautz., Loren., dan Qing , L.X., 2009. Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Kona Coffee Authentication. *J. Food Sci.* 74(5):385-391.
- Waterman, E., and Lockwood, B. 2007. Active Components and Clinical Applications of Olive Oil. *Altern Med Rev.* 12(4):331-342.
- Watson, D.G. 1999. *pharmaceutical Analysis A Textbook for Pharmacy Students and Pharmaceutical Chemists*. Churchill Livingstone. UK.
- Winarno, F. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Yang H., Irudayaraj J., Paradkar M.M. 2004. Discriminant analysis of edible oils and fats by, FT-NIR, and FT-Raman spectroscopy. *Food Chemistry*:25-32.
- Yang, Y. Ferro, M. D., Cavaco, I., Liang, Y. 2013. Detection and Identification of Extra Virgin Olive Oil Adulteration by GC-MS Combined with Chemometrics. *J Agric Food Chem.* 61: 3693–3702.