

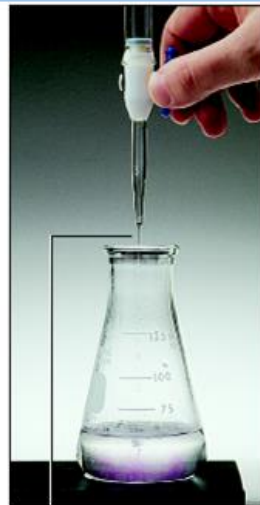
Analisis Minyak Atsiri

Umar Hafidz Asy'ari Hasbullah



Flask containing aqueous solution of sample being analyzed

(a)
50-mL buret containing aqueous NaOH of known volume



(b)
A solution of NaOH is added slowly to the sample being analyzed. The color

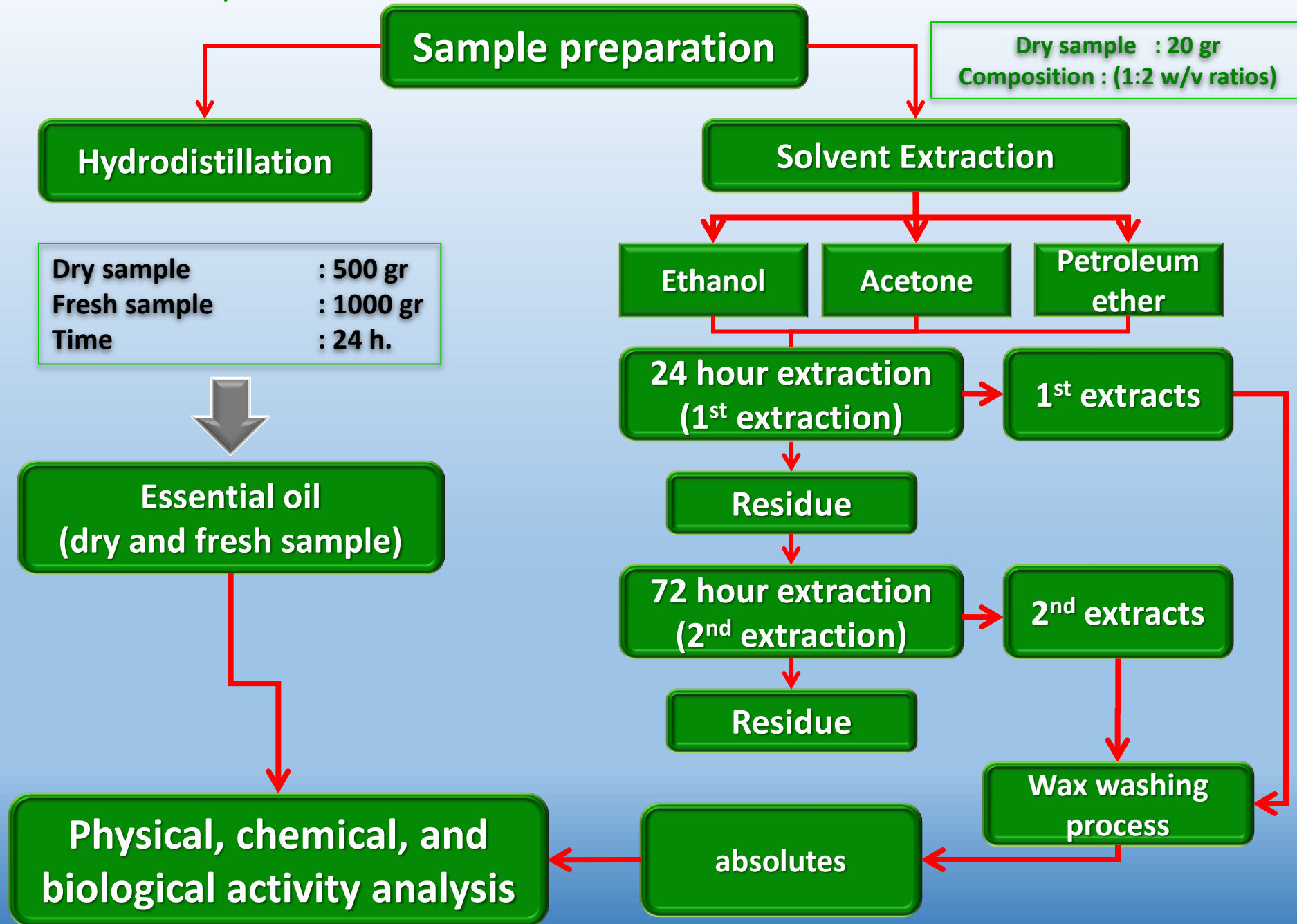


(c)
When the amount of NaOH added from the buret equals the amount of

 **SHIMADZU**
Excellence in Science



Extraction process



Physical, chemical, and biological activity analysis

Analysis

Physical properties :

- Percent of yield extraction
- Bobot Jenis (*Density*)
- Putaran Optik (*Optical rotation*)
- Indeks Bias (*Refractive index*)
- Warna (Color)
- .

Chemical properties :

- **Volatile compounds analysis**
- **Total phenolics compounds**
- **Acid Value**
- **Peroxide Value**
- **Iod Value**

Biological activities :

- Antibacterial activity
- Antioxidant activity (DPPH and ABTS methods)



**The best plant
extracts**



**Application into the raw chicken
meat**

Bobot Jenis (*Density*)

- Bobot jenis adalah perbandingan bobot zat di udara pada suhu 25⁰C terhadap bobot air dengan volume dan suhu yang sama
- Penentuan bobot jenis menggunakan alat **piknometer**
- Berat jenis minyak atsiri umumnya berkisar antara 0,800-1,180
- Bobot jenis merupakan salah satu kriteria penting dalam penentuan mutu dan kemurnian minyak atsiri (Gunther, 1987)
- Besar bobot jenis pada berbagai minyak atsiri sangat di pengaruhi dari ukuran bahan dan lama penyulingan yang dilakukan



Piknometer

Piknometer + air 25° C
Bobot air 25° C



Piknometer +
ekstrak cair 20° C



Piknometer +
ekstrak cair 25° C

Buang kelebihan
ekstrak cair



Bobot ekstrak cair-bobot
piknometer
Bobot ekstrak cair 25° C



Timbang piknometer +
ekstrak cair



$$\frac{\text{Bobot ekstrak cair 25° C}}{\text{Bobot air 25° C}}$$

Berat jenis ekstrak cair

Indeks Bias (*Refractive Index*)

- Indeks bias suatu zat adalah perbandingan kecepatan cahaya dalam udara dengan kecepatan cahaya dalam zat tersebut.
- Penentuan indeks bias menggunakan alat **Refraktometer Abbe**
- Prinsip penggunaan alat adalah penyinaran yang menembus dua macam media dengan kerapatan yang berbeda, kemudian terjadi pembiasan (perubahan arah sinar) akibat perbedaan kerapatan media.
- Indeks bias berguna untuk identifikasi suatu zat dan deteksi ketidakmurnian (Guenther, 1987).

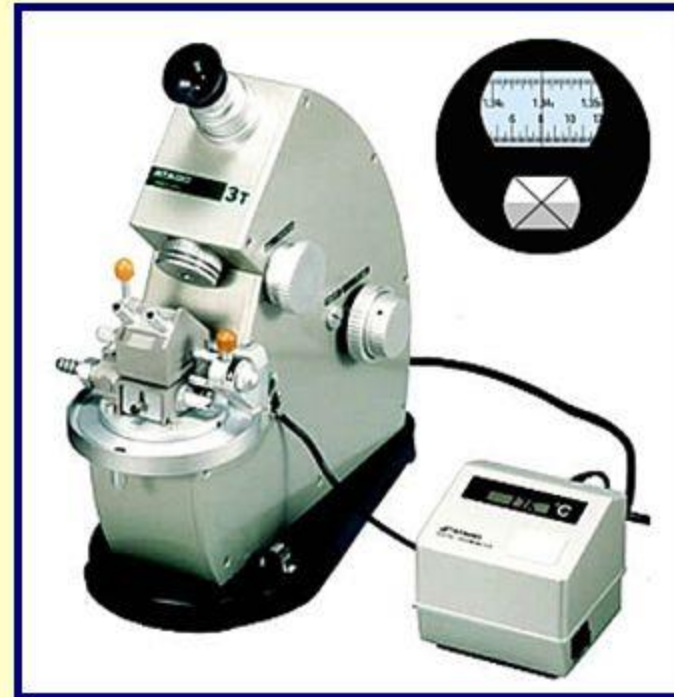
Pycnometer



Polarimeter

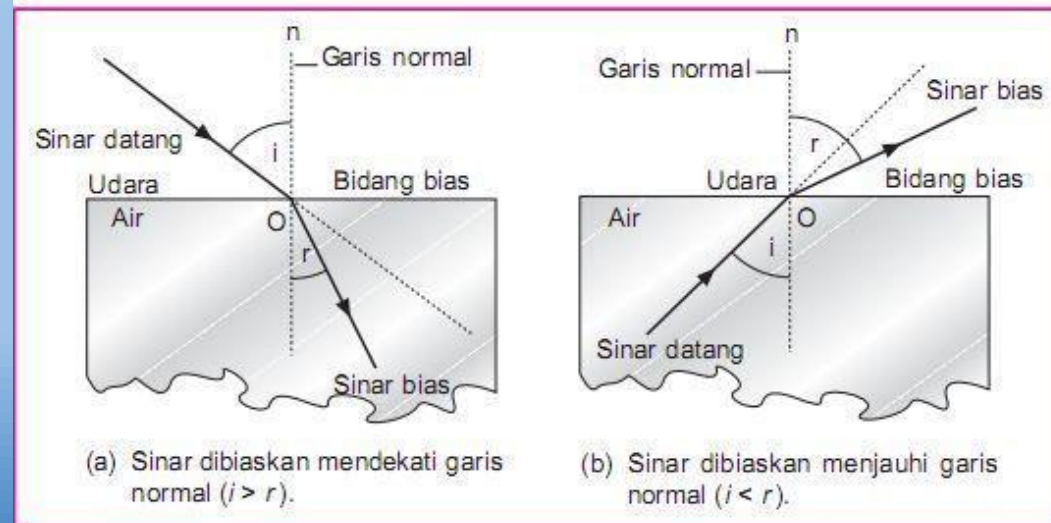


Abbe refractometer



Indeks Bias (*Refractive Index*)

- Semakin banyak kandungan airnya, maka semakin kecil nilai indeks biasnya.
 - sifat dari air yang mudah untuk membiaskan cahaya yang datang.
 - minyak atsiri dengan nilai indeks bias yang besar lebih bagus dibandingkan dengan minyak atsiri dengan nilai indeks bias yang kecil.
- Semakin sukar sinar diteruskan dalam suatu medium (minyak) maka nilai indeks bias medium tersebut semakin tinggi.



Skema pembiasan cahaya

Putaran Optik (*Optical Rotation*)

- Setiap jenis minyak atsiri memiliki kemampuan memutar bidang polarisasi cahaya ke arah kiri atau kanan.
- Besarnya pemutaran bidang polarisasi ditentukan oleh jenis minyak atsiri, suhu, dan panjang gelombang cahaya yang digunakan.
- Penentuan putaran optik menggunakan alat Polarimeter (Ketaren, 1985).

Putaran Optik (*Optical Rotation*)

- Besarnya putaran optik tergantung pada jenis dan konsentrasi senyawa, panjang jalan yang ditempuh sinar melalui senyawa tersebut dan suhu pengukuran.
 - Besar putaran optik minyak merupakan gabungan nilai putaran optik senyawa penyusunnya.
 - Penyulingan bahan berukuran kecil akan menghasilkan minyak yang komponen senyawa penyusunnya lebih banyak (lengkap) dibanding dengan bahan ukuran besar,
- putaran optik yang terukur adalah putaran optik dari gabungan (interaksi) senyawa-senyawa yang biasanya lebih kecil dibanding putaran optik gabungan senyawa yang kurang lengkap (sedikit) yang dihasilkan bahan berukuran besar.

Physical properties

Annual sea blite

Extraction methods	Refractive index	Optical rotation	Color appearance
Ethanol 1st	1.363	-21.10 °	Clear dark green and yellow
Ethanol 2nd	1.363	-22.85 °	Clear dark green and yellow
Petroleum ether 1st	1.364	-19.80 °	Clear light yellow
Petroleum ether 2nd	1.363	-15.95 °	Clear light yellow
Acetone 1st	1.363	-21.50 °	Clear light green
Acetone 2nd	1.363	-20.05 °	Clear light green
Hydrodistillation-Dry	-	-	-
Hydrodistillation-Fresh	-	-	-

The physical properties in refractive index, optical rotation, color appearance were not different with vietnamese coriander results.

Kelarutan Dalam Alkohol

- Kelarutan dalam alkohol → nilai perbandingan banyaknya minyak atsiri yang larut sempurna dengan pelarut alkohol.
- Setiap minyak atsiri mempunyai nilai kelarutan dalam alkohol yang spesifik, sehingga sifat ini bisa digunakan untuk menentukan suatu kemurnian minyak atsiri.
- Minyak atsiri banyak yang mudah larut dalam etanol dan jarang yang larut dalam air, sehingga kelarutannya mudah diketahui dengan menggunakan etanol pada berbagai tingkat konsentrasi.
- Untuk menentukan kelarutan minyak atsiri juga tergantung pada kecepatan daya larut dan kualitas minyak atsiri tersebut.
- Kelarutan minyak juga dapat berubah karena lamanya penyimpanan. → proses polimerisasi menurunkan daya kelarutan, sehingga untuk melarutkannya diperlukan konsentrasi etanol yang tinggi. Kondisi penyimpanan kurang baik dapat mempercepat polimerisasi diantaranya cahaya, udara, dan adanya air bisa menimbulkan pengaruh yang tidak baik.

Volatile compound analysis



Analyzed using GC-MS system, equipped with :

1. 30 m x 0.25 mm i.d. x 0.25 μ m film thickness,
2. DB-5ms capillary column.
3. The carrier gas was helium at flow rate 0.56682 ml/min, and 1 μ ml of sample (100 ppm concentration) was injected directly
4. The injector and detector temperatures were 230°C and 250°C respectively.
5. The running methods were splitless mode, pressure: 3 psi, oven temperature: 70 °C then 10°C/min. to 140°C, and then 5°C/min. to 240°C

1. Sample concentration : 100 ppm
2. Volume injection : 1 μ L



- Compared with WILEY257 and NIST library use a % quality match greater than 85%
- RI calculation based on *n-alkane* standard (C_{10} - C_{20})

Volatile compound analysis

Essential oil



N o.	Volatile compound	RI ^a	% of Compositio n		No	Volatile compound	RI ^a	% of Compositio n	
			Fres h	Dry				Fre sh	Dry
1.	eucalyptol	1051	0.31	-	14	alpha, curcumene	1490	3.16	4.49
2.	undecane	1108	-	0.14	15	eremophillene	1508	6.89	4.20
3.	1-nonanol	1174	-	0.09	16	7-epi-alpha- selinene	1537	-	2.59
4.	decanal	1212	7.32	4.47	17	ledol	1550	5.99	-
5.	decanol	1274	-	3.34	18	nerolidol	1564	-	3.67
6.	undecanal	1311	0.58	0.57	19	globulol	1587	0.95	-
7.	n-decanoic acid	1358	0.21	-	20	caryophyllene oxide	1601	2.04	5.64
8	1-Nonene	1374	-	2.02	21	cubenol	1640	0.08	-
9.	beta-elemene	1401	0.64	-	22	eupatoriochrome ne	1664	21.7 1	20.9 4
10	dodecanal	1417	19.96	18.72	23	drimenol	1790	4.74	4.34
11	beta- caryophyllene	1441	11.07	11.40	24	Hexahydro farnesyl acetone	1842	-	0.60

Starkenmann et al, (2008) mentioned the major compounds of this plant are, decanal and caryophyllene.

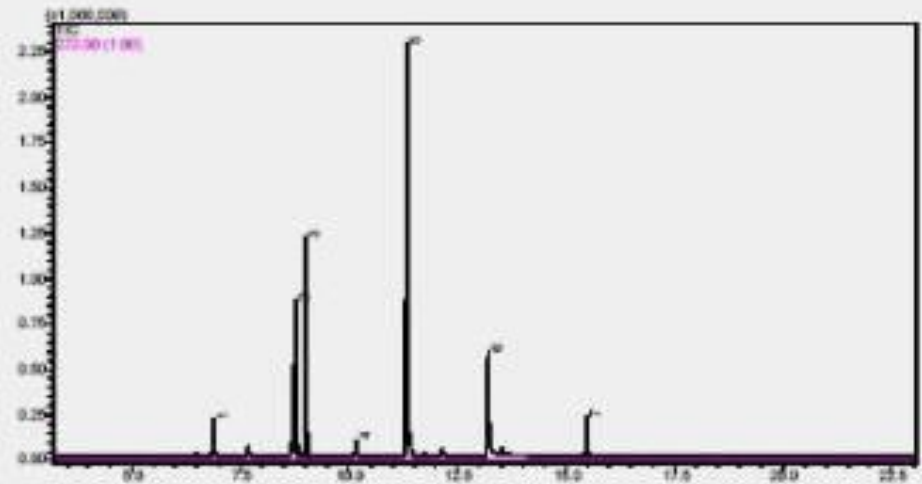
Volatile compound analysis

Plant extract

No.	Volatile compound	RI ^a	% of Composition					
			Petroleum ether		Acetone		Ethanol	
			1 st	2 nd	1 st	2 nd	1 st	2 nd
1.	beta-pinene	981	-	-	8.06	16.55	13.10	-
2.	beta-cis-ocimene	1025	-	-	-	-	1.61	-
3.	3-carene	1037	-	-	-	2.08	-	-
4.	ocimene	1050	-	-	17.90	36.46	26.44	-
5.	decanal	1208	18.43	12.09	7.73	4.64	4.42	-
6.	methyl hydrocinnamate	1278	-	-	-	-	2.57	-
7.	ethyl dihydrocinnamate	1351	-	-	1.77	4.24	2.71	-
8.	copaene	1388	-	-	-	8.52	6.00	-
9.	dodecanal	1409	53.12	38.36	27.14	8.06	7.21	11.35
10.	caryophyllene	1435	5.42	8.07	6.26	6.49	7.07	11.01
11.	cyclododecane	1471	6.13	6.47	-	-	-	-
12.	1,1-diethoxydecane	1472	-	-	8.10	-	-	19.03
13.	germacrene d.	1495	-	-	2.40	3.06	-	-
14.	3,5-di-tert-butylphenol	1505	-	-	5.78	4.81	9.16	10.70
15.	dehydro-cyclolongifolene oxide	1657	8.21	16.48	-	-	-	-
16.	eupatoriochromene	1657	-	-	5.52	-	8.00	19.49
17.	neophytadiene	1834	2.88	5.30	4.71	5.09	6.08	-
18.	ethyl hexadecanoate	1989	5.80	13.24	4.62	-	5.61	28.43



Gambar 1. Kromatogram hasil analisis GCSM minyak atsiri temu kunci Kerjo (Karanganyar)



Gambar 2. Kromatogram hasil analisis GCSM minyak atsiri temu kunci Jumapolo (Karanganyar)