



**ENKAPSULASI MINYAK LEMON (*Citrus limon*)
MENGUNAKAN PENYALUT β -SIKLODEKSTRIN
TERASETILASI**

Skripsi
disusun sebagai salah satu syarat untuk
memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia


oleh
Okky Setyo Priambodo
4311411017

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2015**

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan dihadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Pembimbing I,



Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si

NIP. 196412051990021001

Semarang, September 2015

Pembimbing II,



Samuel Budi W. K., S.Si., M.Sc

NIP. 198204182006041002

PERNYATAAN

Saya menyatakan skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan perundang-undangan.

Semarang, September 2015



Okky Setyo Priambodo

4311411017

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Enkapsulasi Minyak Lemon (*Citrus limon*) Menggunakan Penyalut β -
Siklodekstrin Terasetilasi

disusun oleh

Okky Setyo Priambodo

4311411017

telah dipertahankan dihadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas
Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang pada
tanggal 14 September 2015.



Panitia Ujian:
Ketua

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
NIP. 196310121988031001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji

Prof. Dr. Supartono, M.S
NIP. 195412281983031003

Anggota Penguji/
Pembimbing I

Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si
NIP. 196412051990021001

Anggota Penguji/
Pembimbing II

Samuel Budi W. K., S.Si., M.Sc
NIP. 198204182006041002

MOTTO

Karena sesungguhnya bersama setiap kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama setiap kesulitan ada kemudahan (QS. Al-Insyirah: 5-6)

Tidak ada sebuah kesuksesan tanpa pengorbanan dan tidak ada kesuksesan tanpa kesulitan

Jangan pernah malu untuk maju, karena malu menjadikan kita takkan pernah mengetahui dan memahami segala sesuatu hal akan hidup ini

PERSEMBAHAN

Bapak Dedy Achadi dan Ibu S. Riyanti yang selalu memberikan semangat dan motivasi

Adikku Nabila Nur Astari

Almamaterku, Universitas Negeri Semarang

Nailir Rohmah, S.Si

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah menciptakan alam semesta dengan begitu banyak teka-teki, sehingga tidak akan pernah habis untuk dipelajari. Sholawat dan salam semoga selalu tercurah kepada Rasulullah SAW. Dengan rasa syukur dan semangat, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Enkapsulasi Minyak Lemon (*Citrus limon*) Menggunakan Penyalut β -Siklodekstrin Terasetilasi”

Penulis mengucapkan terimakasih dan penghargaan yang tulus atas bantuan, saran dan bimbingan bimbingan dari berbagai pihak, khususnya kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan izin kepada penulis dalam penyusunan skripsi
3. Ketua Program Studi kimia yang telah membantu dan membimbing dalam penyusunan skripsi
4. Segenap Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia atas ilmu yang diberikan selama studi
5. Bapak Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si sebagai Dosen Pembimbing I yang telah membagikan ilmu, memberikan bimbingan dan arahan dalam penulisan skripsi.

6. Bapak Samuel Budi Wardhana Kusuma, S.Si., M.Sc. sebagai Dosen Pembimbing II yang memberikan bimbingan dan arahan dalam penulisan skripsi.
7. Bapak Prof. Dr. Supartono, M.S sebagai Dosen Penguji yang memberikan saran, evaluasi dan arahan dalam penulisan skripsi.
8. Kepala Laboratorium Kimia FMIPA UNNES yang memberikan izin penelitian.
9. Teknisi dan laboran Laboratorium Kimia yang telah memberikan izin dan membantu penulis dalam pelaksanaan penelitian di Laboratorium Kimia
10. Teman seperjuangan Kimia 2011 yang telah banyak memberikan semangat dan membantu penulis selama penyusunan skripsi.
11. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan memberikan kontribusi positif bagi khazanah perkembangan ilmu pengetahuan

Semarang, September 2015

Penulis

ABSTRAK

Setyo Priambodo, Okky. 2015. *Enkapsulasi Minyak Lemon (Citrus lemon) menggunakan Penyalut β -Siklodekstrin Terasetilasi*. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama: Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si, Pembimbing Pendamping : Samuel Budi W.K., S.Si, M.Sc.

Kata kunci : minyak lemon, enkapsulasi, asetilasi β -siklodekstrin, *controlled release*

Minyak lemon (*Citrus limon*) merupakan minyak atsiri yang bermanfaat dalam bidang aromaterapi. Minyak lemon bermanfaat untuk mengurangi stres dan menyegarkan pikiran dengan menghirup uapnya. Minyak atsiri umumnya rentan terhadap suhu tinggi, oksidasi, sinar *UV*, dan kelembaban sehingga menyebabkan kerusakan oksidatif. Enkapsulasi dapat memberikan solusi atas permasalahan tersebut. β -Siklodekstrin adalah penyalut yang baik dalam enkapsulasi minyak atsiri. Pada penelitian ini akan dilakukan enkapsulasi minyak lemon menggunakan β -siklodekstrin terasetilasi. Katalis yang digunakan untuk reaksi asetilasi β -siklodekstrin adalah zeolit beta yang dimodifikasi dengan logam Zr^{4+} melalui metode pertukaran ion. Hasil yang didapat adalah sebanyak 6,40% logam Zr yang teremban dalam zeolit beta. Analisis β -siklodekstrin terasetilasi dilakukan menggunakan FT-IR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi. Hasil FT-IR menunjukkan berkurangnya gugus -OH pada bilangan gelombang $3336,93\text{ cm}^{-1}$ pada β -siklodekstrin terasetilasi mengalami penurunan, sedangkan gugus C=O pada bilangan gelombang $1738,45\text{ cm}^{-1}$ mengalami peningkatan. Tidak semua gugus fungsi -OH habis, yang menandakan asetilasi tidak sempurna. β -siklodekstrin terasetilasi selanjutnya digunakan untuk enkapsulasi minyak lemon menggunakan metode *freeze drying*. Minyak lemon yang digunakan mengandung limonena sebesar 93,29%. Dalam mikrokapsul minyak lemon, *controlled release* limonena terbaik pada mikrokapsul dengan variasi (2 gram β -siklodekstrin terasetilasi : 2 gram minyak lemon) yang selanjutnya dianalisis morfologinya menggunakan SEM. Hasil mikrograf SEM menunjukkan bahwa morfologi mikrokapsul minyak lemon berupa kristal dengan bentuk menyerupai balok dan nampak lebih gelap bila dibandingkan dengan β -siklodekstrin terasetilasi, karena masuknya minyak lemon dalam β -siklodekstrin terasetilasi. Ukuran rata-rata mikrokapsul yang dihasilkan sebesar $< 2\mu\text{m}$.

ABSTRACT

Setyo Priambodo, Okky. 2015. *Encapsulation of Lemon Oil (Citrus lemon) using Acetylated β -Cyclodextrin*. Undergraduate Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Primary Supervisor: Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si, Supervising Companion: Samuel Budi W.K., S.Si, M.Sc

Keyword : lemon oil, encapsulation, acetylation of β -cyclodextrin, controlled release

Lemon oil (*Citrus limon*) is an essential oil have benefits in aromatherapy. Lemon oil use to reduce stress and refresh the mind by inhaling the vapor. Essential oils are generally susceptible to high temperature, oxidation, UV light, and moisture causing oxidative damage. Encapsulation provides a solution to these problems. β -cyclodextrin is a good coating material to encapsulation of essential oil. In this research is conducted to encapsulation lemon oil using acetylated β -cyclodextrins. The catalyst used for the acetylation reaction of β -cyclodextrin are zeolite beta modified with metal Zr^{4+} with ion exchange method and as many as 6,40% Zr metal enter in zeolite beta. Acetylated β -cyclodextrin analysis was performed using FT-IR to determine changes in functional groups. The intensity of the -OH functional groups that appear at wavenumbers 3336.93 cm^{-1} on β -cyclodextrin acylated decreased, while group C=O at wavenumbers 1738.45 cm^{-1} increased. Not all functional groups -OH depleted, indicating acetylation is not perfect. Acetylated β -cyclodextrin was used to encapsulation of lemon oil using freeze drying method. Lemon oil containing a limonene 93,29%. Lemon oil in the microcapsules controlled release limonene best on the variation (2 gram acetylated β -cyclodextrin : 2 gram lemon oil) was analyzed using SEM. SEM micrograph showed that morphology of lemon oil microcapsule are crystal with bar shaped and turn to be darker earlier than acetylated β -cyclodextrin, because the lemon oil has enter in acetylated β -cyclodextrin. The average size of lemon oil microcapsule $< 2\mu\text{m}$.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iii
PENGESAHAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Manfaat	5
2. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Minyak Lemon	7
2.1.1 Karakteristik Minyak Lemon	10
2.1.2 Manfaat Minyak Lemon	10
2.2 Bahan Penyalut untuk Enkapsulasi	11
2.2.1 Karbohidrat	12
2.2.2 Natrium Kaseinat	13
2.2.3 Gum Arab	14
2.2.4 Dekstrin	15
2.2.4.1 Maltodekstrin	15
2.2.4.2 Siklodekstrin	15
2.3 Asetilasi β -Siklodekstrin dengan Katalis Zr^{4+} -zeolit beta	18
2.3.1 Modifikasi Zeolit Beta sebagai Katalis dalam Reaksi	18
2.3.2 Reaksi Asetilasi β -Siklodekstrin	22
2.4 Enkapsulasi dengan Metode <i>Freeze Drying</i>	24
2.5 Pelepasan Terkendali (<i>Controlled Release</i>).....	25
3. METODE PENELITIAN	27
3.1 Variabel Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.3 Prosedur Penelitian	28

4. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Preparasi dan Karakterisasi Katalis Zr ⁴⁺ -zeolit beta	32
4.1.1 Karakterisasi H-zeolit beta dan Zr ⁴⁺ -zeolit beta menggunakan SEM-EDS.....	33
4.1.2 Karakterisasi Katalis Zr ⁴⁺ -zeolit beta menggunakan XRF	36
4.2 Reaksi Asetilasi β-Siklodekstrin.....	36
4.2.1 Analisis Gugus Fungsi β-Siklodekstrin dan β-Siklodekstrin Terasetilasi dengan FT-IR	37
4.2.2 Analisis Morfologi β-Siklodekstrin dan β-Siklodekstrin Terasetilasi dengan SEM	39
4.3 Enkapsulasi Minyak Lemon	40
4.4 Pengukuran <i>Controlled Release</i> Mikrokapsul Minyak Lemon	44
4.4.1 Karakterisasi Mikrokapsul Minyak Lemon dengan SEM	46
5. PENUTUP	48
5.1 Simpulan	48
5.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	53

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Kandungan senyawa dalam minyak lemon	9
2.2 Jenis bahan penyalut untuk enkapsulasi	12
2.3 Karakteristik molekul siklodekstrin.....	16
4.1 Komposisi unsur dalam H-zeolit beta dan Zr^{4+} -zeolit beta	35
4.2 Data XRF (<i>X-Ray Fluorescence</i>) logam Zr dalam H-zeolit beta dan Zr^{4+} -zeolit beta	36
4.3 Interpretasi spektra FT-IR β -siklodekstrin	38
4.4 Interpretasi spektra FT-IR β -siklodekstrin terasetilasi	38
4.5 Interpretasi kromatogram GC-MS minyak lemon.....	41
4.6 Variasi suspensi β -siklodekstrin terasetilasi, minyak lemon dan etanol 70%	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Tanaman lemon	7
2.2 Struktur senyawa limonena	8
2.3 Struktur α -siklodekstrin, β -siklodekstrin dan γ -siklodekstrin (a) dan Skema ilustrasi dari interaksi siklodekstrin dengan gugus hidroksil (b).....	15
2.4 Struktur molekul untuk satu unit α -D-glukopiranososa yang siap untuk membentuk struktur siklodekstrin	16
2.5 Bentuk berongga yang disebabkan oleh penyusunan gugus hidroksil dalam molekul (a) dan Dimensi ukuran dalam rongga dan ukuran luar rongga serta ketinggian dari molekul β -siklodekstrin (b)	17
2.6 Pembentukan kompleks inklusi antara tamu dan tuan rumah.	18
2.7 Struktur pori zeolit beta.	20
2.8 Situs asam lewis dan bronsted dalam zeolit beta.....	21
2.9 Reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan asetil klorida.	23
2.10 Skema ilustratif terjadinya pengeringan beku.	24
4.1 H-zeolit beta (a) dan Zr^{4+} -zeolit beta (b)	33
4.2 Mikrograf SEM perbesaran 15000x. (a) H-zeolit beta <i>Tosoh</i> dan (b) Zr^{4+} -zeolit beta hasil sintesis	34
4.3 Mikrograf SEM Zr^{4+} -zeolit beta menurut referensi	34
4.4 Spektra EDS (a) H-zeolit beta dan (b) Zr^{4+} -zeolit beta.	35
4.5 Spektra FT-IR (a) β -siklodekstrin dan (b) β -siklodekstrin terasetilasi.	37
4.6 Mikrograf SEM perbesaran 5000x. (a) β -siklodekstrin dan (b) β -siklodekstrin terasetilasi.....	40
4.7 Kromatogram GC-MS minyak lemon.....	41
4.8 Spektrum massa senyawa limonena	42
4.9 Pola fragmentasi senyawa limonena.....	42
4.10 Hasil mikrokapsul minyak lemon dengan berbagai variasi perbandingan (β -siklodekstrin terasetilasi : minyak lemon) (A1) 2 gram : 1,5 gram (A2) 2 gram : 2 gram dan (A3) 2 gram : 2,5 gram	43
4.11 Grafik kadar relatif limonena dalam mikrokapsul minyak lemon selama pengukuran penguapan	45
4.12 Mikrograf SEM perbesaran 5000x. (a) β -siklodekstrin terasetilasi dan (b) mikrokapsul minyak lemon dengan perbandingan (2 gram β -siklodekstrin terasetilasi : 2 gram minyak lemon).....	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja Penelitian	53
2. Dokumentasi Penelitian	57
3. Hasil SEM-EDS H-zeolit beta dan Zr ⁴⁺ -zeolit beta	59
4. Spektra XRF H-zeolit beta dan Zr ⁴⁺ -zeolit beta	61
5. Hasil Spektra FT-IR β-siklodekstrin dan β-siklodekstrin terasetilasi	63
6. Perhitungan Derajat Asetilasi	67
7. Hasil GC-MS Minyak Lemon.....	68
8. Hasil GC Ekstrak Minyak Lemon.....	72

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Minyak atsiri merupakan komponen aroma yang bersifat volatil dan berbentuk cair yang biasanya didapatkan dari tanaman (Supriyadi, 2013). Bahan baku minyak ini diperoleh dari berbagai bagian tanaman seperti daun, bunga, buah, biji, kulit biji, batang dan akar (Effendi, 2014).

Kegunaan minyak atsiri sangat banyak, tergantung dari jenis tumbuhan yang diambil hasil sulingnya. Minyak atsiri ini digunakan sebagai bahan baku minyak wangi, komestik dan obat-obatan. Minyak atsiri juga digunakan sebagai kandungan dalam bumbu maupun pewangi (*flavour and fragrance ingredients*). Industri makanan menggunakan minyak atsiri sebagai penyedap atau penambah cita rasa. Industri farmasi menggunakannya sebagai obat anti nyeri, anti infeksi dan anti bakteri. Fungsi minyak atsiri sebagai wewangian juga digunakan untuk menutupi bau tak sedap bahan-bahan lain seperti obat pembasmi serangga yang diperlukan oleh industri bahan pengawet dan bahan insektisida. Minyak atsiri juga digunakan untuk keperluan aromaterapi, yakni salah satu jenis pengobatan alternatif yang menyatakan bahwa aroma tertentu yang berasal dari tanaman memiliki efek penyembuhan (Nugraha, 2008).

Salah satu minyak atsiri yang berfungsi dalam bidang aromaterapi adalah minyak lemon. Minyak atsiri lemon bermanfaat sebagai anti stres, karena minyak

atsiri lemon mampu menenangkan, sehingga dapat membantu dalam menghilangkan kelelahan mental, pusing, gelisah, gugup, dan ketegangan saraf. Minyak atsiri lemon memiliki kemampuan untuk menyegarkan pikiran, yaitu dengan menciptakan pikiran dalam bingkai positif dan menghapus emosi negatif. Menghirup minyak atsiri lemon dapat membantu dalam meningkatkan konsentrasi dan kewaspadaan (Anonim, 2013). Banyaknya manfaat tersebut akan terbangun bila minyak lemon mudah menguap dan mudah habis, untuk itu diperlukan cara untuk melindungi bahan aktif dalam minyak lemon agar tidak cepat menguap.

Enkapsulasi dapat memberikan solusi atas permasalahan tersebut. Enkapsulasi merupakan teknik untuk melindungi bahan inti (*core*) yang semula berbentuk cair menjadi bentuk padatan sehingga mudah dalam penanganannya serta dapat melindungi bahan inti dari kehilangan *flavour*. Dalam proses enkapsulasi, hal yang perlu diperhatikan adalah jenis penyalut yang digunakan (Cevallos *et al.*, 2010).

Enkapsulasi senyawa rasa telah menjadi populer dalam beberapa dekade terakhir dalam makanan dan industri kosmetik. Kebanyakan senyawa rasa relatif sangat volatil dan komponen kimia labil akibat oksidasi, interaksi kimia atau penguapan. Untuk alasan ini, enkapsulasi senyawa rasa sangat penting untuk menjebak sebuah zat yang mudah menguap dalam kapsul atau matriks. Berbagai teknik yang digunakan untuk membentuk *carrier* untuk zat-zat volatil, diantaranya adalah penyemprotan kering, penyemprotan dingin, pengeringan beku, *fluidized bed coating*, ekstrusi dan inklusi molekul (Ju Seo *et al.*, 2010).

Metode yang relevan yang telah dikembangkan untuk enkapsulasi adalah pemanfaatan siklodekstrin sebagai penyalut. Siklodekstrin adalah oligosakarida siklik, terdiri dari unit glukosa dihubungkan oleh ikatan α -1,4 glikosida yang berasal dari degradasi enzimatis pati oleh bakteri tertentu seperti *Bacillus macerans*. Banyak digunakan α -, β - dan γ - siklodekstrin alami yang terdiri dari enam, tujuh, dan delapan dari unit α -D-glukopiranos, yang masing-masing berbeda pada ukuran cincin dan kelarutannya. Pusat rongga siklodekstrin adalah hidrofobik, sementara pinggiran sekitar dinding adalah hidrofilik (Ju Seo *et al.*, 2010).

Dalam larutan berair, rongga β -siklodekstrin sedikit polar ditempati oleh molekul air, karena itu molekul air dapat dengan mudah diganti oleh molekul tamu yang kurang polar daripada air. Untuk membentuk kompleks, air harus bermigrasi dari interior rongga dan digantikan oleh ligan. Di sisi lain, setelah kompleks terbentuk, penambahan air dapat menyebabkan kerusakan sistem. Interaksi dengan air akan berpengaruh tidak hanya pada kemampuan dari β -siklodekstrin dalam pembentukan kompleks, tetapi juga berpengaruh terhadap stabilitasnya. β -siklodekstrin dapat memperpanjang durasi jebakan dan meningkatkan stabilitas senyawa volatil dari kondisi lingkungan seperti terpapar oksigen, panas atau cahaya (Cevallos *et al.*, 2004).

Untuk menurunkan kepolaran dari β -siklodekstrin dapat dilakukan dengan pemasukan gugus asetil. Pemasukan gugus asetil ini dilakukan dengan cara mereaksikan β -siklodekstrin dengan asetil klorida menggunakan pelarut piridin atau dimetilformamid (Sutyagin *et al.*, 2002). Dengan asetilasi, diharapkan gugus

asetil dapat menggantikan gugus -OH yang ada di luar dan di dalam rongga dari β -siklodekstrin. Setelah β -siklodekstrin diasetilasi, diharapkan molekul tamu (minyak atsiri) yang bersifat non polar akan lebih mudah masuk dan terjebak di dalam rongga pusat β -siklodekstrin yang bersifat non polar, sehingga pembentukan inklusi kompleks *host – guest* akan lebih baik.

Pemanfaatan β -siklodekstrin sebagai penyalut sudah dilakukan oleh (Bhandari *et al.*, 1999) dalam enkapsulasi minyak lemon. Dalam penelitiannya ini, diperoleh rasio terbaik dalam pembentukan kompleks β -siklodekstrin : minyak lemon yaitu 88 : 12 (b/b) dengan waktu pencampuran optimum selama 15 menit. Pada waktu tersebut, diperoleh enkapsulat minyak lemon maksimum (97 mg/g pada β -siklodekstrin) yang dihasilkan dalam kompleks serbuk.

Teknik *freeze drying* atau pengeringan beku yang mencakup liopilisasi merupakan salah satu proses yang berguna untuk mengeringkan bahan yang sensitif terhadap panas dan tidak stabil dalam larutan air (Martin *et al.*, 2010). Enkapsulasi menggunakan teknologi ini telah dilakukan oleh Ju Seo *et al.*, (2010) yang memanfaatkan β -siklodekstrin sebagai penyalut dalam enkapsulasi eugenol dengan metode pengeringan beku. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa laju pelepasan eugenol dalam mikrokapsul semakin cepat karena meningkatnya kelembaban relatif (RH) dan temperatur penyimpanan.

Penelitian ini bertujuan untuk menurunkan kepolaran dari β -siklodekstrin, yaitu dengan diasetilasi. Hasilnya berupa β -siklodekstrin terasetilasi yang akan digunakan sebagai penyalut dalam enkapsulasi minyak lemon. Minyak lemon

murni laju penguapannya cepat dan tidak terkontrol. Diharapkan setelah minyak lemon dienkapsulasi, laju penguapan minyak lemon dapat dikendalikan.

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dapat dibuat rumusan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi jumlah minyak lemon yang disalutkan dalam β -siklodekstrin terasetilasi terhadap *controlled release* mikrokapsul minyak lemon?
2. Bagaimana karakteristik mikrokapsul minyak lemon yang dihasilkan?

2.3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan dari pertanyaan-pertanyaan pada rumusan masalah maka dapat dipaparkan tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh variasi jumlah minyak lemon yang disalutkan dalam β -siklodekstrin terasetilasi terhadap *controlled release* mikrokapsul minyak lemon
2. Mengetahui karakteristik mikrokapsul minyak lemon yang dihasilkan

2.4. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah

1. Memberikan informasi mengenai pengaruh variasi jumlah minyak lemon yang disalutkan dalam β -siklodekstrin terasetilasi terhadap *controlled release* mikrokapsul minyak lemon

2. Memberikan informasi mengenai karakteristik mikrokapsul minyak lemon yang dihasilkan
3. Dapat digunakan sebagai acuan dalam penelitian lebih lanjut mengenai enkapsulasi minyak atsiri

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak Lemon

2.1.1. Karakteristik Minyak Lemon

Lemon adalah salah satu dari 16 spesies yang berbeda dalam genus *Citrus* dari keluarga tanaman Rutaceae. *Citrus limon* adalah spesies jeruk ketiga yang paling penting setelah orange dan mandarin, dengan produksi total lebih dari 4,4 juta ton selama musim 2001/2002 (Janati *et al.*, 2012). Pohon berukuran sedang ini (dapat mencapai 6 meter) tumbuh di daerah beriklim tropis dan sub-tropis serta tidak tahan terhadap cuaca dingin. Lemon dibudidayakan di Spanyol, Portugal, Argentina, Brasil, Amerika Serikat dan negara-negara lainnya di sekitar Laut Tengah. Tumbuhan ini cocok untuk daerah beriklim kering dengan musim dingin yang relatif hangat (Anonim, 2014).



Gambar 2.1 Tanaman lemon (Anonim, 2013)

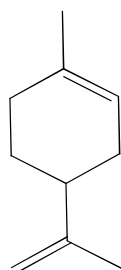
Klasifikasi tanaman lemon (Najib, 2012)

Kingdom	: Plantae (Tumbuhan)
Subkingdom	: Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi	: Spermatophyta (Menghasilkan biji)
Divisi	: Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)
Kelas	: Magnoliopsida (berkeping dua / dikotil)
Sub Kelas	: Rosidae
Ordo	: Sapindales
Famili	: Rutaceae (suku jeruk-jerukan)
Genus	: Citrus
Spesies	: <i>Citrus limon</i>

Sifat fisika dan kimia minyak lemon (Anonim, 2013)

Bentuk	: cairan kental
Warna	: kuning pucat
Bau	: jeruk lemon
Titik didih	: 100,2°C
Tekanan uap apda 25°C	: 23,4 mmHg
pH	: 1,5-4
Kelarutan	: tidak larut dalam air

Minyak lemon merupakan minyak atsiri yang diekstrak dari kulit jeruk lemon. Minyak ini berbentuk cair, berwarna kuning pucat, segar, ringan dan berbau jeruk tajam seperti buah segar yang baru saja dikupas. Tabel 1 menunjukkan kandungan yang ada dalam minyak lemon. Komponen kimia utamanya adalah limonena (55-80%). Monoterpen lain yang hadir adalah β -pinene (10-17%), α -pinena (2,0-2,5%) dan γ -terpinena (3-10%). Juga ditemukan dalam jumlah yang lebih kecil adalah linalol alkohol (0,1-0,9%), geraniol (0,9-1,7%) dan neral (0,5-1%). Struktur senyawa limonena ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur senyawa limonena (Gutierrez, 2013)

Tabel 2.1. Kandungan senyawa dalam minyak lemon

Senyawa	Jumlah (%)
α -Pinena + α -Thujena	1.81
Kamfena	0.04
β -Pinena	8.57
Sabinena	1.62
Mirsena	1.62
α -Phelandren	0.04
α -Terpinena	0.17
Limonena	70.58
β -Phelandren	0.32
cis- β -Osiemna	0.07
γ -Terpinena	8.52
<i>p</i> -Simena	0.35
Terpinolen	0.38
Oktanal	0.05
Nonanal	0.12
Sitronellal	0.07
Dekanal	0.04
Linalol	0.12
Linalil asetat	0.05
α -Bergamoten	0.34
Terpinena-4-ol & β -Kariopilena	0.24
Neral	1.01
α -Terpineol	0.37
Neril asetat	0.32
β -Bisbolen	0.58
Geranial	1.65
Geranil asetat	0.17
Nerol	0.13
Geraniol	0.06

Sumber : (Clarke, 2009)

2.1.2. Manfaat Minyak Lemon

Minyak lemon untuk tubuh bermanfaat untuk mengatasi masalah pencernaan, untuk meredakan sakit dan nyeri pada persendian dan diterapkan untuk kondisi seperti rematik dan asam urat, untuk menurunkan tekanan darah dan membantu untuk meredakan sakit kepala. Hal ini diyakini untuk memperkuat sistem kekebalan tubuh dan menjadi pewangi yang baik untuk tubuh. Dalam perawatan kulit, minyak atsiri lemon sangat cocok untuk kulit berminyak. Namun, harus hati-hati dalam hal penggunaan bila dipakai pada kulit yang sensitif (Clarke, 2009). Dengan kandungan limonena yang banyak dibandingkan senyawa lainnya, membuat minyak lemon dapat berfungsi sebagai aromaterapi.

Aromaterapi adalah salah satu teknik pengobatan atau perawatan menggunakan bau-bauan yang menggunakan minyak esensial aromaterapi (Dewi, 2013). Mekanisme kerja aromaterapi pada tubuh melalui inhalasi (dihirup). Komponen aroma dari minyak atsiri setelah dihirup akan cepat berinteraksi dengan sistem syaraf pusat dan langsung merangsang pada sistem *olfactory*, kemudian sistem ini akan menstimulasi syaraf-syaraf pada otak dibawah kesetimbangan korteks serebral.

Senyawa-senyawa berbau harum atau *fragrance* dari minyak atsiri suatu bahan tumbuhan telah terbukti pula dapat mempengaruhi aktivitas lokomotor. Aktivitas lokomotor merupakan aktivitas gerak sebagai akibat adanya perubahan aktivitas listrik yang disebabkan oleh perubahan permeabilitas membran pasca sinaptik dan oleh adanya pelepasan transmitter oleh neuron prasinaptik pada sistem syaraf pusat (Muchtaridi, 2008).

Hal ini didukung oleh (Bansod *et al.*, 2012) dalam penelitiannya tentang pengaruh dari senyawa limonena untuk mengurangi rasa anti cemas, anti depresi dan anti stres pada tikus. Hasil penelitiannya adalah bahwa dosis optimum limonena (25 mg) menghasilkan efek anti cemas, anti stres dan anti depresi yang yang paling baik. Selain itu, minyak atsiri lemon dalam bidang aromaterapi juga berfungsi untuk mengangkat dan memfokuskan pikiran.

2.2. Bahan Penyalut Untuk Enkapsulasi

Bahan penyalut adalah bahan-bahan yang berfungsi sebagai penyalut bahan inti (bahan aktif) dalam proses enkapsulasi (Desmawarni, 2007). Bahan penyalut mempunyai peran penting dalam enkapsulasi minyak atsiri, karena bertanggung jawab untuk melindungi minyak dan mengontrol pelepasan senyawa aktif dalam minyak tersebut. Bahan yang dipilih harus tergantung pada sifat minyak yang akan dilapisi dan karakteristik mikrokapsul akhir yang diinginkan. Idealnya, bahan penyalut harus larut dalam air, *biodegradable*, membentuk larutan dengan viskositas rendah, menghasilkan serbuk dengan sifat tertentu (tidak bersifat higroskopis, tidak berpori, mudah larut, stabil, dan lain-lain), murah, mudah dikeringkan dan tidak reaktif (Martin *et al.*, 2010).

Bahan penyalut yang biasa digunakan dalam enkapsulasi, diantaranya adalah Gum, pati-patian, Natrium Kaseinat dan polimer-polimer (Martin *et al.*, 2010). Beberapa bahan penyalut yang biasa digunakan dalam proses mikroenkapsulasi disajikan pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Jenis bahan penyalut untuk enkapsulasi

Kelas	Jenis
Gum	Gum arab, agar, natrium alginat, karagenan
Karbohidrat	Pati, dekstrin, sukrosa, sirup jagung, CMC (<i>Carboymethylcellulose</i>), ethyl selulosa, metil selulosa, nitro selulosa, asetil selulosa, asetat butilat phitat selulosa.
Lemak	Lilin, paraffin, tristearin, asam stearat, monogliserida, lilin tawon
Bahan anorganik	Kalsium fosfat, silikat
Protein	Gluten, kasein, gelatin, albumin

Sumber : (Desmawarni, 2007)

2.2.1. Karbohidrat

Karbohidrat digunakan sebagai bahan dinding atau penyalut dalam proses enkapsulasi bahan makanan menggunakan metode semprot kering. Kemampuan karbohidrat seperti pati, maltodekstrin, tepung jagung, gom arab untuk mengikat rasa dalam bahan makanan lebih disukai kerana keragaman mereka, biaya rendah dan telah digunakan secara luas dalam enkapsulasi. Selain itu, bahan-bahan ini memiliki keunggulan yaitu memiliki viskositas yang rendah pada padatan isi tinggi dan kelarutan yang baik (Medene *et al.*, 2006).

Pati dan bahan berbasis pati (pati termodifikasi, maltodekstrin dan β -siklodekstrin) telah banyak digunakan dalam industri makanan dan minyak atsiri untuk mempertahankan dan melindungi senyawa volatil. Mereka dapat bertindak sebagai pengendali dalam enkapsulasi aroma, pengganti lemak, dan juga stabilisator emulsi. Banyak peneliti telah menciptakan bahan pati mikroporus baru dengan tujuan untuk meningkatkan retensi aroma. Butiran beberapa jenis pati alami umumnya mempunyai pori-pori permukaan dengan diameter 1-3 μm (Medene *et al.*, 2006).

2.2.2. Natrium Kaseinat

Natrium kaseinat (Na-Kas) salah satu contoh senyawa protein susu yang merupakan bahan penyalut yang potensial. Natrium kaseinat dilaporkan mempunyai stabilitas panas yang cukup baik ($\sim 140^{\circ}\text{C}$), bersifat tidak (sulit) larut dalam air dan aman untuk digunakan sebagai produk pangan. Ruis (2007) menyatakan, kemampuan fungsional natrium kaseinat atau juga dikenal sebagai sodium kaseinat ini mencakup beberapa fungsi seperti emulsifikasi, *water-fat binding*, agen peneras, dan pengental (*gelation*). Sebagai penstabil emulsi, natrium kaseinat dapat menurunkan tegangan permukaan antara dua fase disebabkan adanya karakter ampifilik yang kuat dari komponen utama kasein yakni α -kasein dan β -kasein. Kasein tipe α -kasein lebih bersifat hidrofilik sehingga dapat mengikat komponen polar, sedangkan tipe β -kasein lebih bersifat hidrofobik yang dapat mengikat komponen non-polar (Desmawarni, 2007).

2.2.3. Gum Arab

Gum arab (gum *Acacia*) merupakan gum alami yang paling dikenal. Gum arab berasal dari getah yang dihasilkan dari berbagai spesies pohon-pohon *Acacia*. Dari banyak spesies *Acacia* yang ditemukan, hanya tiga jenis yang dimanfaatkan secara komersial yaitu, *Acacia senegal*, *Acacia seyal*, dan *Acacia laeta*. Secara fisik, gum arab merupakan molekul bercabang banyak dan kompleks. Bentuk struktur yang demikian menyebabkan gum arab memiliki kekentalan yang rendah. Komponen penyusun gum arab antara lain adalah gula-gula sederhana seperti D-galaktosa, L-arabinosa, L-rhamnosa, dan unit asam glukoronat (Desmawarni, 2007).

Selain kelarutannya yang tinggi, karakteristik utama gum arab adalah bersifat pembentuk tekstur, pembentuk film, pengikat dan juga pengemulsi yang baik dengan adanya komponen protein di dalam gum arab. Gum arab dapat mempertahankan *flavor* dari makanan yang dikeringkan dengan metode *spray drying* karena gum ini dapat membentuk lapisan yang dapat melindungi dari proses perubahan destruktif. Meski begitu gum arab memiliki kelemahan yakni harganya yang cukup mahal dan ketersediaannya terbatas serta ketahanan oksidasinya rendah. Untuk itu biasanya penggunaan gum arab dicampur dengan dekstrin seperti maltodekstrin (Desmawarni, 2007).

2.2.4. Dekstrin

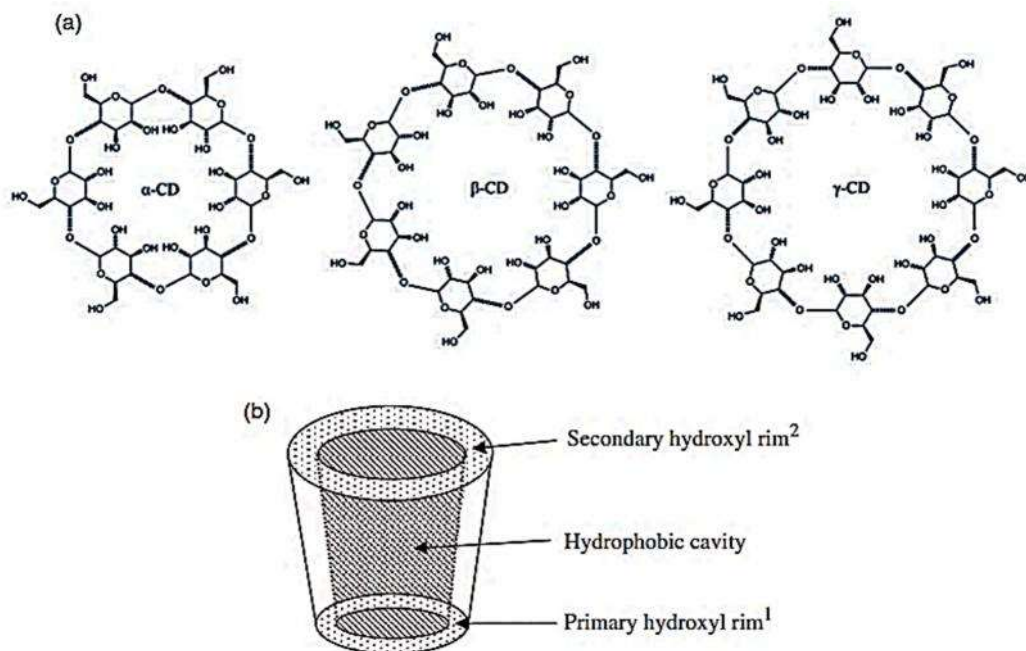
2.2.4.1. Maltodekstrin

Maltodekstrin ($C_6H_{12}O_5$). nH_2O didefinisikan sebagai produk hidrolisat pati (polimer sakarida tidak manis) dengan panjang rantai rata-rata 5-10 unit/molekul glukosa. Maltodekstrin secara teori diproduksi dengan menggunakan hidrolisis terkontrol melalui enzim (α -amilase) atau asam (Desmawarni, 2007). Maltodekstrin tidak memiliki kemampuan sebenarnya dalam emulsifikasi (lipofil atau hidrofil). Maltodekstrin tersusun dari unit glukosa, dan tidak efektif untuk menstabilkan minyak atau *flavor* dalam larutan berviskositas. Untuk itu biasanya maltodekstrin dikombinasi dengan bahan seperti gum arab atau pati termodifikasi lainnya untuk keperluan stabilitas emulsi. Maltodekstrin atau pati termodifikasi dengan DE (*dekstrosa equivalen*) yang rendah (kurang dari 20) efektif untuk mikroenkapsulasi *flavor*.

Maltodekstrin adalah senyawa yang *non-hygroscopic*. Maltodekstrin dapat larut dalam air dingin dengan sempurna sehingga dapat melepaskan *flavor* secara cepat dalam penggunaannya pada aplikasi tertentu. *Flavor* dan rasa manis pada maltodekstrin sangat rendah sehingga dapat cepat hilang dalam penggunaannya. Maltodekstrin juga terjangkau dari segi biaya dan mudah diperoleh (Desmawarni, 2007).

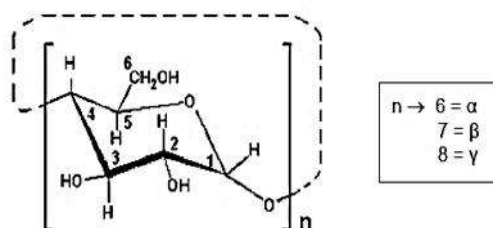
2.2.4.2. Siklodekstrin

Siklodekstrin merupakan oligosakarida berbentuk siklis yang tersusun atas beberapa unit glukosa dengan ikatan α -1,4 glikosida. Senyawa tersebut dapat dihasilkan dari degradasi pati secara enzimatik dengan menggunakan siklodekstrin glikosil-transferase (CGTase). Berdasarkan jumlah unit glukosanya, siklodekstrin dibagi menjadi tiga bentuk yaitu α -siklodekstrin yang terdiri dari 6 unit glukosa, β -siklodekstrin 7 unit glukosa dan γ -siklodekstrin 8 unit glukosa (Tankova, 1998).



Gambar 2.3 Struktur α -siklodekstrin, β -siklodekstrin dan γ -siklodekstrin (a) dan. Skema ilustrasi dari interaksi siklodekstrin dengan gugus hidroksil (b)

Struktur molekul bahan ini ada dalam bentuk cincin makro yang terdiri dari unit-unit α -D-glukopiranos. Gambar 2.4. menunjukkan struktur molekul untuk satu unit α -D-glukopiranos yaitu $C_6H_{10}O_5$ yang siap membentuk struktur siklodekstrin. Unit-unit α -D-glukopiranos ini dengan jumlah jumlah berbeda terikat antara satu sama lain melalui ikatan glikosidik- α -(1 \rightarrow 4), selanjutnya memproduksi siklodekstrin. Sehubungan itu, penamaan siklodekstrin dengan menggunakan simbol Yunani yang berbeda dipraktikkan untuk membedakan ukuran-ukuran siklodekstrin tersebut (Chen *et al.*, 2005).



Gambar 2.4 Struktur molekul untuk satu unit α -D-glukopiranos yang siap untuk membentuk struktur siklodekstrin (Chen *et al.*, 2005)

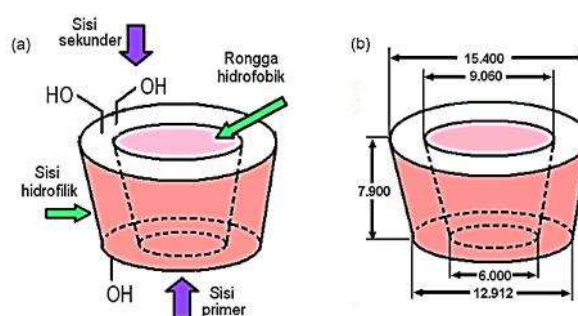
Tabel 2.3 Karakteristik molekul siklodekstrin

	α -Siklodekstrin	β -Siklodekstrin	γ -Siklodekstrin
Jumlah unit glukosa	6	7	8
Formula molekul	$C_{36}H_{60}O_{30}$	$C_{42}H_{70}O_{35}$	$C_{48}H_{80}O_{40}$
Berat molekul ($g\ mol^{-1}$)	972	1135	1297
Kelarutan dalam air pada $25^{\circ}C$ (%b/v)	14,5	1,85	23.2
Diamater dalam rongga (nm)	0,5-0,6	0,6-0,8	0,8-0,10
Diameter luar rongga (nm)	1,4-1,5	1,5-1,6	1,7-1,8
Tinggi torus (nm)	0,8	0,8	0,8

Sumber : (Marques, 2010)

Seperti yang telah dilaporkan sebelumnya, cincin siklodekstrin adalah silinder atau yang lebih tepat silinder berbentuk kerucut yang dipotong. Bentuk siklodekstrin ini diilustrasikan seperti pada Gambar 2.5. Selanjutnya menghasilkan permukaan dalam rongga yang hidrofobik sedangkan permukaan luar rongga

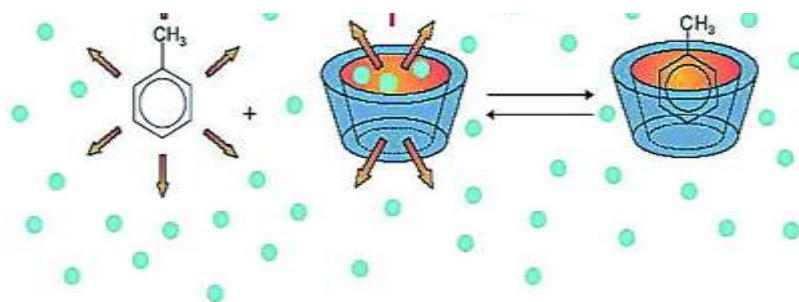
adalah hidrofilik. Susunan inilah yang memungkinkan siklodekstrin bertindak sebagai host atau tuan rumah untuk menjebak bahan kimia lain apakah secara penuh atau sebagian saja tetapi tidak melibatkan pembentukan ikatan-ikatan kovalen. Pada satu unit α -D-glukopiranososa dalam struktur siklodekstrin tersebut, ada dua jenis gugus hidroksil (OH) yaitu OH sekunder dan OH primer seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.5 (a). Gugus OH sekunder berada pada sisi sekunder atau sisi yang lebih luas. Sedangkan kelompok OH primer berada pada sisi primer atau sisi yang lebih kecil. Gambar 2.5 (b) menunjukkan dimensi ukuran dalam rongga dan ukuran luar rongga serta ketinggian dari molekul β -siklodekstrin. Diameter rongga β -siklodekstrin dibentuk oleh oksigen glikosida (atom titian) dan atom hidrogen yang berada di dalam rongga.



Gambar 2.5 (a). Bentuk berongga yang disebabkan oleh penyusunan gugus hidroksil dalam molekul. (b). Dimensi ukuran dalam rongga dan ukuran luar rongga serta ketinggian dari molekul β -siklodekstrin.

Dari ketiga molekul siklodekstrin, β -siklodekstrin telah banyak digunakan dalam enkapsulasi minyak atsiri dengan memberikan hasil enkapsulasi yang tinggi, membentuk kompleks inklusi molekul antara minyak dengan rongga β -siklodekstrin yang polar. Kompleks inklusi tersebut melindungi efisiensi minyak selama masa penyimpanan dengan stabilitas thermal yang rendah (Martin *et al.*,

2010). Selain itu, β -siklodekstrin juga secara luas digunakan sebagai bahan dinding karena kemampuan mereka untuk mengemas molekul hidrofobik dengan ukuran yang cocok dalam rongga mereka untuk membentuk inklusi kompleks. Interaksi dalam pembentukan kompleks inklusi antara tuan rumah dan molekul tamu ditunjukkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.6 Pembentukan kompleks inklusi antara molrkul tamu dan siklodekstrin (Marques, 2010)

2.3. Asetilasi β -siklodekstrin dengan Katalis Zr^{4+} -zeolit beta

2.3.1. Modifikasi Zeolit Beta sebagai Katalis dalam Reaksi

Katalis merupakan sejumlah kecil materi yang ditambahkan kepada suatu reaksi kimia yang berjalan sangat lambat dengan tujuan agar reaksi tersebut dapat berjalan lebih cepat. Katalis menurunkan energi aktivasi yang menyebabkan laju reaksi semakin cepat. Katalis yang digunakan pada penelitian ini merupakan katalis heterogen dan berbentuk *powder*. Penggunaan katalis heterogen dikarenakan katalis heterogen memiliki beberapa macam kelebihan, antara lain mudah dipisahkan dari produk, proses preparasi dan kontrol katalis yang mudah, dan kualitas produk yang dihasilkan pun baik (Triyono, 2002).

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat dengan rumus struktur $M_{x/n}(AlO_2)_x(SiO_2)_y$, dimana n adalah valensi kation M , $x+y$ jumlah total dari tetrahedral per unit *cell*, dan y/x adalah rasio atom Si/Al yang bervariasi mulai dari minimum 1 hingga tak terbatas. Zeolit merupakan material yang memiliki *lattice* yang besar dan oksigen sebagai pembawa muatan negatif. Silika alumina terasosiasi dengan muatan positif pada struktur antar lapis, seperti ion natrium. Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis.

1. Zeolit alam

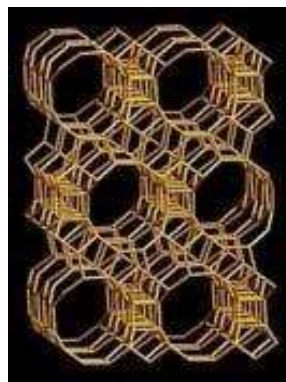
Merupakan suatu kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Mineral ini biasanya dijumpai mengisi celah-celah maupun rekahan dari batuan tersebut. Selain itu zeolit juga merupakan endapan dari aktifitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika (Saputra, 2006). Pada umumnya, zeolit dibentuk oleh reaksi dari air pori dengan berbagai mineral seperti gelas, lempung yang mengandung sedikit kristal, plagioklas, ataupun silika. Bentuk zeolit mengandung perbandingan yang besar dari M^{2+} dan H^+ pada Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} . Pembentukan zeolit alam ini tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperature, tekanan parsial dari air, pH dan aktifitas dari ion-ion tertentu.

2. Zeolit sintetis

Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintetis. Mineral zeolit sintetis yang dibuat tidak dapat sama persis dengan mineral zeolit alam, walaupun zeolit sintetis mempunyai sifat fisik yang jauh lebih baik.

Beberapa penamaan zeolit sintetis sama dengan nama zeolit alam dengan menambahkan kata sintetis dibelakangnya sehingga dalam dunia perdagangan muncul nama zeolit sintetis seperti zeolit A, zeolit K-C, dll (Saputra, 2006).

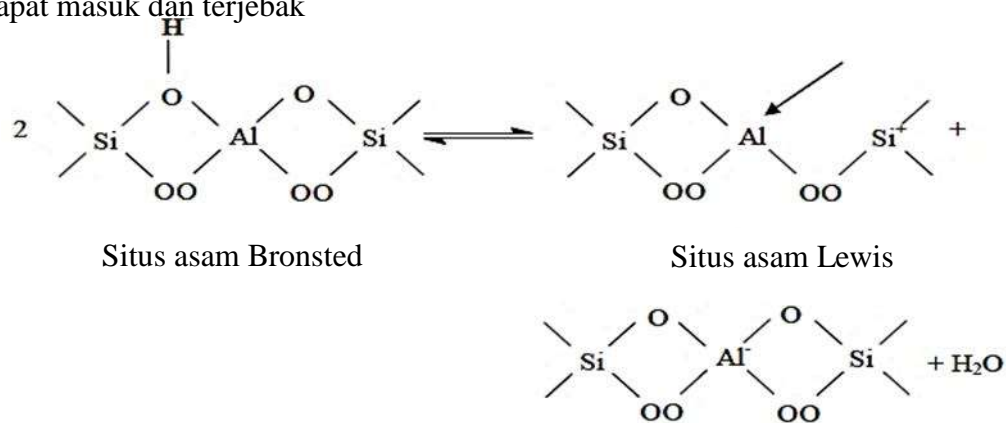
Salah satu contoh zeolit sintetis adalah zeolit beta. Struktur dari zeolit beta baru ditentukan akhir-akhir ini karena strukturnya yang sangat kompleks. Beta zeolit terdiri dari 2 struktur yang tumbuh berbeda disebut dengan polimorf A dan B. Polimorf tersebut tumbuh sebagai lapisan 2 dimensi dan lapisan tersebut berubah secara acak antara keduanya. Kedua polimorf tersebut mempunyai jaringan 3 dimensi dari poros 12 cincin. Pertumbuhan dari polimorf tidak berpengaruh besar terhadap pori-pori struktur 2 dimensinya, tapi pada arah tertentu, porosnya menjadi berliku-liku, tapi bukan terintangi (Kamimura, 2011).



Gambar 2.7 Struktur Pori Zeolit Beta (Anshori, 2009)

Kemampuan zeolit sebagai katalis berkaitan dengan tersedianya pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit. Pusat-pusat aktif tersebut terbentuk karena adanya gugus fungsi asam tipe Bronsted maupun Lewis. Perbandingan kedua jenis asam ini tergantung pada proses aktivasi zeolit dan kondisi reaksi. Pusat-pusat aktif yang bersifat asam ini selanjutnya dapat mengikat molekul-molekul basa secara kimiawi. Sedangkan sifat zeolit sebagai penukar ion karena adanya kation logam alkali dan

alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama. Akibat struktur zeolit berongga, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak



Gambar 2.8 Situs asam Lewis dan Bronsted dalam Zeolit Beta (Witanto *et al.*, 2010)

Logam-logam transisi banyak digunakan sebagai katalis (Gates, 1992). Zirkonium dengan nomor atom 40 merupakan golongan IVB dan mempunyai orbital 4d yang belum penuh. Zirkonium dapat dijadikan sebagai katalis. Hal ini berhubungan dengan belum penuhnya pengisian elektron pada orbital d. Zirkonium banyak digunakan dalam proses katalitik pada katalis sebagai pendukung, dan juga sebagai promotor. Jari-jari zirkonium relatif besar sehingga sifatnya lebih tahan terhadap reduksi. Zirkonium mempunyai titik leleh yang tinggi (2700°C) sehingga membuatnya lebih stabil terhadap panas tinggi (Sugiyarto, 2010).

Muthiah (2014) telah meneliti penggunaan katalis Zr^{4+} -zeolit beta dalam reaksi asetilasi senyawa 2-metoksinaftalena. Dalam hal ini, parameter yang diteliti adalah aktivitas dan selektivitas dari katalis tersebut. Hasil penelitiannya adalah

bahwa katalis Zr^{4+} -zeolit beta memiliki aktivitas yang kurang baik, tetapi memiliki selektivitas yang tinggi terhadap pembentukan produk hasil reaksi asetilasi 2-metoksinaftalena.

2.3.2. Reaksi Asetilasi β -siklodekstrin

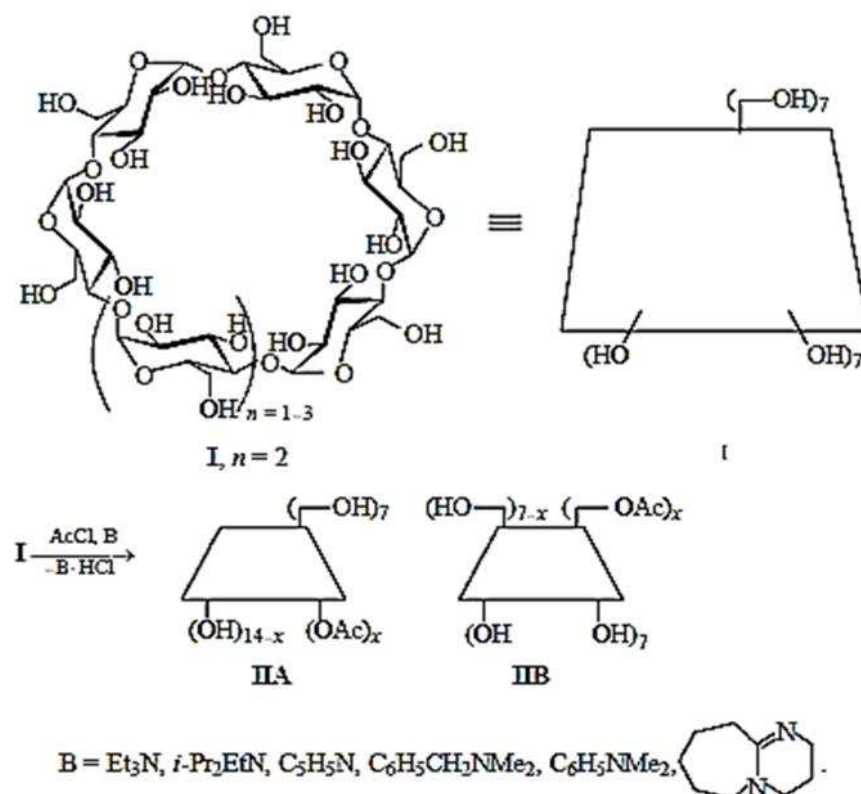
Reaksi asetilasi adalah salah satu contoh reaksi yang banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik, reaksi ini banyak digunakan baik dalam industri maupun laboratorium. Reaksi yang melibatkan penggantian atom hidrogen dengan radikal atau kation asetil. Agen asetilasi yang umum digunakan untuk industri adalah anhidrida asetat karena lebih murah, tidak mudah dihidrolisis, dan reaksinya tidak berbahaya. Untuk sintesis reaksi kimia asetilasi digunakan untuk pembuatan siklik poliamida, enol asetat, dan anhidrida dengan rantai yang lebih panjang (Kinantiningsih, 2012).

Siklodekstrin alami dan turunannya telah digunakan secara luas dalam bidang sintesis senyawa organik, untuk beberapa aplikasi inklusif yang praktis, karena siklodekstrin memiliki rongga internal yang kiral, memiliki kemampuan yang unik untuk membentuk berbagai senyawa inklusi *host-guest* dengan molekul tamu yang hidrofobik.

Asetilasi β -siklodekstrin merupakan reaksi untuk memasukkan gugus asetil dengan cara mereaksikan anhidrida asam asetat dengan β -siklodekstrin. Setyaningrum (2014) telah melakukan reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan agen pengasilasi yaitu anhidrida asam asetat menggunakan pelarut dimetilformamid dengan katalis Zr^{4+} -zeolit beta selama 36 jam. Hasilnya adalah setelah dilakukan analisis gugus fungsi dari β -siklodekstrin dan β -siklodekstrin terasetilasi

menggunakan FT-IR menunjukkan bahwa gugus $-OH$ pada β -siklodekstrin terasetilasi telah berkurang, sedangkan gugus $C=O$ bertambah. Hal ini menunjukkan bahwa gugus $-OH$ telah digantikan oleh gugus asetil yakni $C=O$ karbonil yang berasal dari keton, tetapi pada β -siklodekstrin yang terasetilasi masih ada gugus $-OH$ dan tidak semuanya digantikan oleh gugus asetil dari anhidrida asam asetat. Hal ini yang menurunkan kelarutannya di dalam air, dengan kata lain lebih menjadi non polar (Sutyagin *et al.*, 2002).

Satu lagi metode modifikasi β -siklodekstrin adalah dengan memanfaatkan asetil klorida sebagai agen asetilasi dalam pelarut DMF atau piridin saja (Sutyagin *et al.*, 2002).

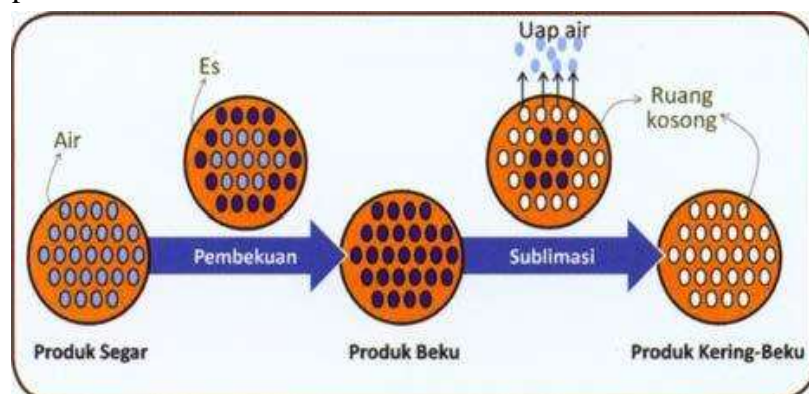


Gambar 2.9 Reaksi asetilasi β -siklodekstrin dengan asetil klorida (Sutyagin *et al.*, 2002)

2.4. Enkapsulasi dengan Metode *Freeze Drying*

Enkapsulasi adalah teknologi yang mencakup beberapa proses untuk melindungi bahan aktif menggunakan bahan dinding pelindung (Martins *et al.*, 2009). Beberapa teknik telah digunakan untuk menyiapkan minyak atsiri yang dibuat menjadi mikrokapsul, diantaranya: pengeringan semprot, penyemprotan dingin, pengeringan beku dan koaservasi. Tetapi, yang paling baik untuk enkapsulasi minyak atsiri adalah *freeze drying* atau pengeringan beku (Martin *et al.*, 2010). Metode freeze drying telah diteliti sebagai suatu metode yang baik untuk meningkatkan kestabilan kimia untuk nanopartikel koloid (Abdelwahed *et al.*, 2006). Teknik pengeringan beku yang mencakup liopilisasi merupakan salah satu proses yang berguna untuk mengeringkan bahan yang sensitif terhadap panas dan tidak stabil dalam larutan air.

Sebagaimana tersirat dari namanya, prinsip teknologi pengeringan beku ini dimulai dengan proses pembekuan bahan, dan dilanjutkan dengan pengeringan, yaitu mengeluarkan/memisahkan hampir sebagian besar air dalam bahan yang terjadi melalui mekanisme sublimasi. Secara ilustratif, proses pengeringan beku ini disajikan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Skema ilustratif mekanisme terjadinya pengeringan beku (Hariyadi, 2013)

Buffo dan Reineccius (2001), membandingkan pengeringan semprot, pengeringan dalam nampan, pengeringan dalam drum, dan pengeringan beku untuk mengenkapsulasi minyak lemon dengan bahan penyalut gom arab dan pati termodifikasi. Mereka menyimpulkan bahwa pengeringan beku dalam prosesnya memberikan sifat yang paling baik dalam pembentukan serbuk kering.

Minemoto *et al.*, (1997) membandingkan oksidasi dari mentil linoleat ketika dienkapsulasi dengan baik menggunakan gum arab dengan pengeringan udara panas dan pengeringan beku. Para peneliti ini menunjukkan bahwa pengeringan beku lebih baik daripada pengeringan panas. Faktanya, mentil linoleat yang dienkapsulasi menggunakan metode pengeringan beku lebih lambat teroksidasi dan tidak berubah selama masa penyimpanan (Medene *et al.*, 2006).

2.5. Pelepasan Terkendali (*Controlled Release*)

Pelepasan terkendali didefinisikan sebagai modifikasi waktu dan tempat dimana bahan yang aktif akan dilepaskan. Modifikasi dapat dilakukan menggunakan bahan dengan sifat spesifik sebagai penghalang untuk memanipulasi pelepasan bahan aktif dan untuk menyediakan sensor unik dan manfaat fungsional. Terdapat dua prinsip dalam pelepasan terkendali, yakni pelepasan tertunda dan pelepasan berkelanjutan.

(a) Pelepasan yang ditunda

Pelepasan yang ditunda adalah mekanisme dimana pelepasan zat aktif tertunda sampai ke titik dimana pelepasan tidak lagi terhalang.

(b) Pelepasan Berkelanjutan

Pelepasan berkelanjutan adalah mekanisme yang dirancang untuk mempertahankan konsentrasi konstan dari bahan aktif yang akan dipertahankan.

Faktor yang mempengaruhi pelepasan bahan aktif dari suatu matriks adalah bahan penyalut, kelembaban relatif, dan temperatur. Sedangkan mekanisme pelepasan untuk kapsul mungkin dipengaruhi oleh pelarut, meliputi: titik didih pelarut, sifat difusi pelarut, dan degradasi pelarut. Keuntungan dari pelepasan terkontrol adalah bahan aktif yang akan dirilis dapat dikendalikan selama periode waktu yang berkepanjangan (Lakkis, 2007:11).

Verma *et al.*, (2005) dalam penelitiannya, menggunakan *Gas Chromatography* untuk mengukur laju penguapan mikrokapsul minyak mawar yang disimpan dalam variasi temperatur, yaitu temperatur kamar (27°C) dan temperatur dingin (4°C) selama 90 hari. Dalam hal ini yang diukur adalah intensitas dari senyawa volatil yang terdapat dalam minyak mawar yakni 2-feniletanol, nerol dan sitronelol. Hasil yang didapat adalah intensitas dari 2-feniletanol, nerol dan sitronelol mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya hari dan kenaikan temperatur.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Variabel Penelitian

3.1.1. Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang mempengaruhi reaksi. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jumlah minyak lemon yang disalutkan pada β siklodekstrin terasetilasi yaitu 1,5 gram, 2 gram dan 2,5 gram.

3.1.2. Variabel Terikat

Variabel terikat yaitu variabel akibat atau variabel tergantung. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah *controlled release* mikrokapsul minyak lemon dan morfologinya.

3.1.3. Variabel Terkendali

Variabel yang dibuat tetap sehingga tidak menyebabkan terjadinya perubahan variabel terikat. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah temperatur dan waktu reaksi asetilasi β siklodekstrin, kecepatan pengadukan, jumlah β -siklodekstrin terasetilasi untuk enkapsulasi, dan pengukuran *controlled release* mikrokapsul minyak lemon

3.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : seperangkat alat refluks, *hotplate magnetic stirrer*, alat-alat gelas (Pyrex), pengaduk, spatula, cawan

porselin, desikator, oven (Mettler), *furnace* (Barnstead Thermolyne), pompa vakum, corong Buchner, *vortex* Julabo PARAMIX 3, neraca analitik (*Tipe AB104* merek *Mettler Toledo*), *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) Perkin Elmer, *Gas Chromatography* (GC) Agilent 6820 Version A.01.03, *Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GC-MS) QP2010S Shimadzu, *X-Ray Diffraction* (XRF), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) JSM-6510.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : minyak lemon super (Lansida Group), zeolit beta (*Tosoh, zeolite 940 NHA*), $ZrCl_4$ (E-Merck), $AgNO_3$, β -siklodekstrin (Sigma Aldrich) konsentrasi $\geq 97\%$, dimetilformamid (DMF) konsentrasi $\geq 99,8\%$, gas N_2 , aseton (E-Merck) konsentrasi 98,8%, anhidrida asam asetat (E-Merck) konsentrasi $\geq 98,5\%$, etanol 70%, n-heksana (E-Merck), silika gel, kertas saring dan aquademin,

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Preparasi Katalis Zr^{4+} -zeolit beta

10 gram H-zeolit beta dioven pada temperatur $150^\circ C$ selama 3 jam sehingga terbentuk H-zeolit beta aktif yang dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS dan XRF. H-zeolit beta aktif direndam dalam 25 ml $ZrCl_4$ 0,1N dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Kemudian, campuran disaring dan dicuci dengan aquademin. Setelah itu, filtrat dideteksi dengan larutan $AgNO_3$ hingga bebas ion Cl^- . Residu dikalsinasi pada temperatur $600^\circ C$ selama 3 jam. Hasilnya berupa Zr^{4+} -zeolit beta yang dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS dan XRF.

3.3.2. Reaksi Asetilasi β -Siklodekstrin

Reaksi asetilasi β -siklodekstrin mengacu pada prosedur yang dilakukan oleh (Sutyagin *et al.*, 2002) yang dimodifikasi. Dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin dan pengaduk magnet, dimasukkan 1 gram katalis Zr^{4+} -zeolit beta ditambah 30 mL anhidrida asetat, kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit. Selanjutnya, 20 gram β -siklodekstrin yang dilarutkan dalam 60 mL DMF, dimasukkan perlahan sedikit demi sedikit sampai habis dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 36 jam pada temperatur ruang dengan dialiri gas N_2 . Hasilnya akan terbentuk siklodekstrin yang sudah terasetilasi. Setelah itu disaring, diambil filtrat dan diuapkan sampai setengah volume dari yang dihasilkan. Filtrat yang sudah diuapkan selanjutnya ditambah aseton untuk menghasilkan endapan putih β -siklodekstrin terasetilasi. Residu dari reaksi asetilasi β -siklodekstrin dicuci lagi menggunakan DMF untuk memisahkan katalis. Filtrat hasil pencucian kemudian dikeringkan hingga terbentuk endapan β -siklodekstrin terasetilasi. Endapan β -siklodekstrin terasetilasi di analisis menggunakan FT-IR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi dan SEM untuk mengetahui morfologinya.

3.3.3. Enkapsulasi Minyak Lemon

Enkapsulasi minyak lemon menggunakan penyalut β -siklodekstrin terasetilasi mengacu pada prosedur (Cevallos *et al.*, 2010) dan (Zavala *et al.*, 2008) yang dimodifikasi. Sebanyak 2 gram β -siklodekstrin terasetilasi ditambahkan 12 mL etanol 70% sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit pada

temperatur $\pm 55^{\circ}\text{C}$ dengan kecepatan pengadukan 500 rpm. Selanjutnya 1,5 gram minyak lemon ditambahkan secara perlahan dalam larutan β -siklodekstrin terasetilasi dalam etanol 70%. Setelah penambahan selesai, distirer lagi selama 4 jam dengan kecepatan 500 rpm tanpa pemanasan. Suspensi minyak lemon, etanol 70% dan β -siklodekstrin terasetilasi disimpan di dalam *freezer* pada temperatur -80°C selama 4 jam. Setelah itu, dimasukkan dalam alat *freeze dryer* selama 48 jam untuk proses enkapsulasi sampai menjadi serbuk kering. Serbuk mikrokapsul ditempatkan dalam botol kaca 20 mL dan disimpan di dalam desikator yang dibawahnya diberi silika gel. Mikrokapsul minyak lemon dianalisis morfologinya menggunakan SEM. Reaksi diulang dengan menggunakan 2 dan 2,5 gram minyak lemon.

3.3.4. Pengukuran *Controlled Release*

Pengukuran *controlled release* senyawa volatil dalam mikrokapsul minyak lemon menggunakan prosedur (Zavala *et al.*, 2008) yang dimodifikasi. Pengukuran dilakukan pada rentang 8 hari, yakni setiap 2 hari sekali (hari ke 0, 2, 4, 6 dan 8). Sebanyak 0,2 gram mikrokapsul minyak lemon dicuplik dan dilarutkan dengan 2,5 ml n-heksana, kemudian *divortex* selama 5 menit. Hasil larutannya diinjeksikan ke dalam GC. Pengukuran *controlled release* senyawa volatile dalam minyak lemon menggunakan *Gas Chromatography* Agilent 6820 Version A.01.03, detector FID (*Flame Ionization Detector*), kolom kapiler AGILENT HP 5MS, gas pembawa helium, program temperatur 50°C (4 menit) dan temperatur penginjeksian 300°C . Konsentrasi kualitatif senyawa volatil dalam mikrokapsul dinyatakan dengan

persen relatif, diperoleh dengan membandingkan luas area senyawa volatil dengan luas area pelarut. Hasil yang terbaik terletak pada mikrokapsul yang mempunyai nilai *controlled release* atau laju penguapannya paling lambat. Mikrokapsul minyak lemon terbaik, yaitu dengan laju penguapannya paling lambat dianalisis morfologinya menggunakan SEM.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Dari penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan dapat disimpulkan bahwa:

1. *Controlled release* senyawa limonena terbaik pada mikrokapsul dengan 2 gram minyak lemon yang disalutkan dalam β -siklodekstrin terasetilasi, yaitu pada perbandingan (2 gram β -siklodekstrin terasetilasi : 2 gram minyak lemon)
2. Karakteristik mikrokapsul minyak lemon adalah serbuk putih dengan bau lemon. Morfologinya adalah kristal berbentuk menyerupai balok dan nampak lebih gelap dari β -siklodekstrin terasetilasi. Ukuran mikrokapsul yang dihasilkan rata-rata sebesar $< 2\mu\text{m}$.

5.2 Saran

1. Penyalut dan pelarut yang digunakan harus sesuai dengan sifat komponen yang akan dienkapsulasi
2. Sebaiknya untuk enkapsulasi minyak lemon digunakan penyalut yang bersifat non polar, diantaranya: kitosan, natrium kaseinat, dan sebagainya.
3. Untuk mendapatkan hasil pengukuran yang baik, pada saat penyimpanan mikrokapsul di dalam desikator, temperatur dan kelembaban yang ada dalam desikator perlu dijaga.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelwahed, W., G. Degobert., S. Stainmesse., H. Fessi. 2006. *Freeze-drying of nanoparticles: Formulation, Process and Storage Considerations*. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 58: 1688–1692.
- Anonim. 2013. *Material Safety Data Sheet*. Brasil : Assessa Nndústria, Comércio e Exportação Ltda.
- Anonim. 2013. *Lemon Oil (Minyak Jeruk Lemon)*. <http://www.minyak-atsiri.com/> (diakses 20 Desember 2014).
- Anshori, J., 2009. *Siklisasi Intermolekuler Sitronelal Dikatalis Zeolit dan Bahan Mesoporus*. *Karya Tulis Ilmiah*. Bandung: Universitas Padjajaran
- Ayala-Zavala, J., Fernando., Herlinda Soto-Valdez Æ Alberto Gonzalez-Leon, Emilio Alvarez-Parrilla, Olga Marti n-Belloso, Gustavo A. Gonzalez-Aguilar. 2008. *Microencapsulation of cinnamon leaf (Cinnamomum zeylanicum) and garlic (Allium sativum) oils in β -cyclodextrin*. Mexico : J Incl Phenom Macrocycl Chem.
- Bansod, K.U., Sadafale S, Jain NS, Dixit PV, Bhutada PS, Umathe SN. 2012. *Limonen attenuates anxiogenic- and depression-like effects of corticotropin-releasing factor in mice*. Vol 1/Issue 6/Nov-December 2012
- Bhandari, B.R. 1999. *Encapsulation of Lemon Oil by Paste Method Using B-Cyclodextrin : Encapsulation Efficiency and Profile of Volatile Oil*. Australia : Journal Food Science dan Technology.
- Buffo, R.A. dan Reineccius, G.A. (2001). *Comparison among assorted drying processes for the encapsulation of flavors*. *Perfumer and Flavorist*, 26, 58–67.
- Cevallos, P., Peggy A., Maria P. Buera, Beatriz E. Elizalde. 2010. *Encapsulation of cinnamon and thyme essential oils components (cinnamaldehyde and thymol) in β -cyclodextrin: Effect of interactions with water on complex stability*. Argentina : Journal of Food Engineering.
- Chen, C.Y., Hsing Lin, C. & Jiunn-Huei Yang. 2005. *Use of Chemically Bonded-Cyclodextrin Silica Stationary Phase for Liquid Chromatographic Separation of Structural Isomer*. *Journal of the Chinese Chemical Society*. 52, 753-758.
- Clarke, S. 2009. *Essential Chemistry for Aromatherapy*. *Fundamentals Of Chemistry*: 163-165.

- Del Toro-Sanchez, C.L. dan J. F. Ayala-Zavala. 2010. *Controlled release of antifungal volatiles of thyme essential oil from β -cyclodextrin capsules*. Mexico : J Incl Phenom Macrocycl Chem 67:431–441.
- Desmawarni. 2007. *Pengaruh Komposisi Bahan Penyalut dan Kondisi Spray Drying Terhadap Karakteristik Mikrokapsul Oleoresin Jahe*. Skripsi. Bogor : IPB.
- Dewi, I.P. 2013. *Aromaterapi Lavender Sebagai Media relaksasi*. Bali : Fakultas Farmasi Universitas Udayana.
- Effendi, Violetta Prisca dan Simon Bambang Widjanarko. 2014. *Distilasi Dan Karakterisasi Minyak Atsiri Rimpang Jeringau (Acorus Calamus) Dengan Kajian Lama Waktu Distilasi Dan Rasio Bahan : Pelarut*. Malang : Jurusan Teknologi Hasil Pertanian.
- Fessenden, J. R. and Fessenden, S. J.,1990, *Kimia Organik, a.b. Aloysius Handayana Pudjaatmaka, Ph.D*, Jilid 1, edisi 3, Erlangga, Jakarta, hlm. 315-318,455-457, 471-472, 474, 499
- Gates. B. C. 1992. *Catalytic Chemistry*. John Willey and Sons Inc, Singapore. pp. 259-276.
- Gibbs, B.F., Selim Kermasha, Intezaz Alli dan Catherine N. Mulligan. 1999. *Encapsulation in the food industry: a review*. Canada : International Journal of Food Sciences and Nutrition (1999) 50, 213±224.
- Gutierrez, J.A., Rossana Chan, Tanveer S. Batth. 2013. *Metabolic engineering of Escherichia coli for limonene and perillyl alcohol production*. Department of Chemical & Biomolecular Engineering, University of California, Berkeley, CA 94720, USA.
- Hariyadi, P. 2013. *Freeze Drying Technology: for Better Quality & Flavor of Dried Products*. FOODREVIEW INDONESIA Vol. VIII/No.2
- Kamimura, Y. 2011. *Crystallization Behavior of Zeolit Beta in OSDA-free, Seed-Assisted Synthesis*. *J. Phys. Chem. C*, Vol. 115, 744-750
- Kinantiningsih, A. 2012. *Reaksi Siklisasi-Asetilasi Sitronelal Menjadi Isopulegil Asetat Dengan Katalis Zr^{4+} -Zeolit Beta*. Skripsi S-1. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Lestari, A. 2014. *Uji Bioaktivitas Minyak Atsiri Kulit Buah Jeruk Pontianak (Citrus nobilis lour) Terhadap Rayap Tanah (Coptotermes curvignathus sp)*. Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura, Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi.

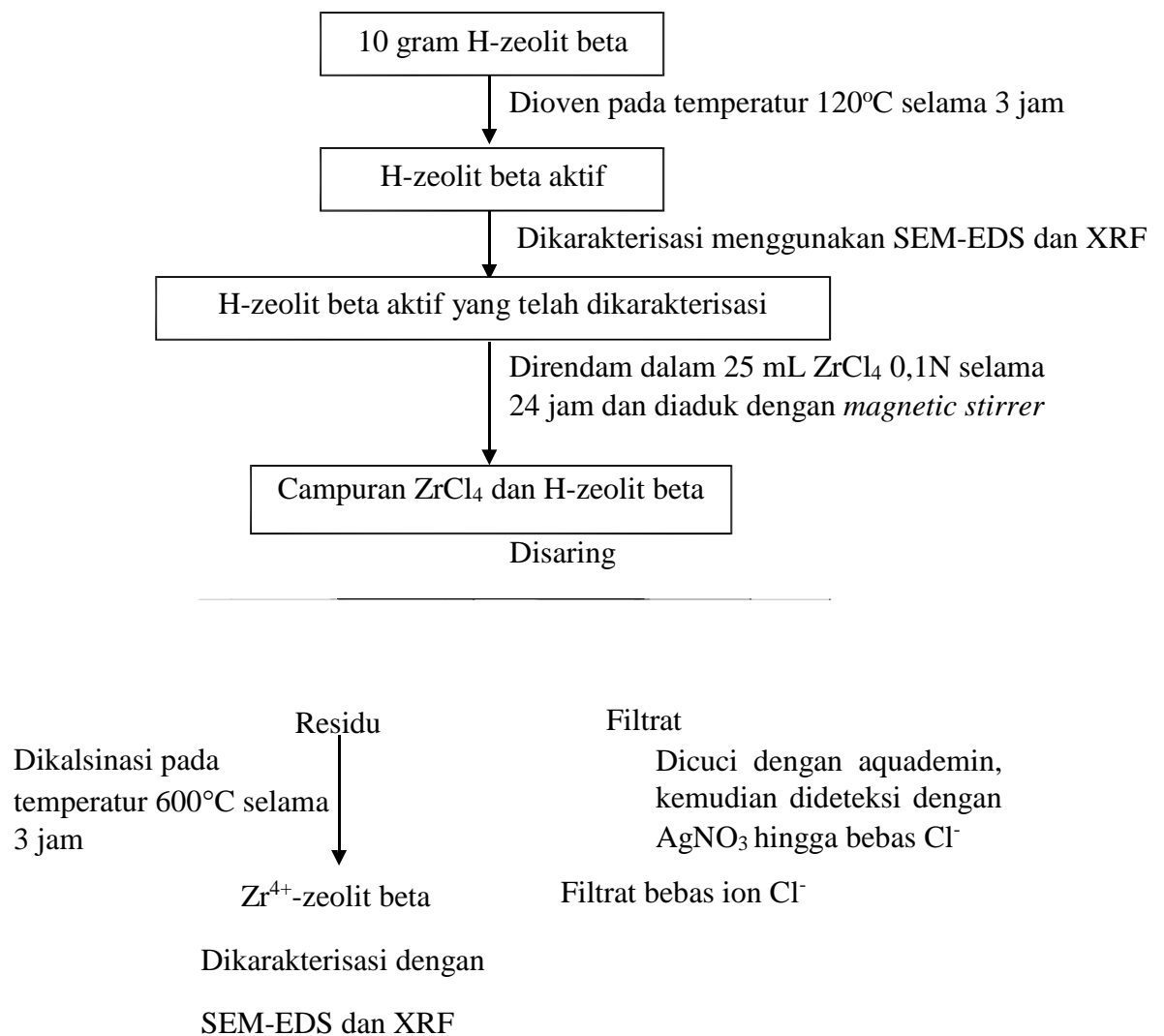
- Madene, A., Muriel Jacquot, Joel Scher & Stephane Desobry. 2006. *Flavour encapsulation and controlled release – a review*. France : International Journal of Food Science and Technology 2006, 41, 1–21.
- Martín, A., Salima Varona, Alexander Navarrete and María José Cocero. 2010. *Encapsulation and Co-Precipitation Processes with Supercritical Fluids : Applications with Essential Oils*. Spain : *The Open Chemical Engineering Journal*, 2010, 4, 31-41 31.
- Marques, C dan Helena, M. 2010. *A review on cyclodextrin encapsulation of essential oils and volatiles*. *Flavour and Fragrance Journal*.
- Minemoto, Y., Adachi, S. & Matsuno, R. (1997). *Comparison of oxidation of menthyl linoleate encapsulated with gum arabic by hot-air-drying and freeze drying*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 4530–4534.
- Muchtaridi. 2008. *Penelitian Pengembangan Minyak Atsiri Sebagai Aromaterapi dan Potensinya Sebagai Produk Sediaan Farmasi*. Bandung : Fakultas Farmasi UNPAD.
- Muthiah, S. 2014. *Aktivitas dan Selektivitas Katalis Zr^{4+} -Zeolit Beta Dalam Reaksi Asetilasi 2-Metoksinaftalena Dengan Anhidrida Asam Asetat*. Skripsi. Semarang : Universitas Negeri Semarang.
- Najib, A. *Citrus limon (L) Burm f. : Obat Asli Indonesia*. Bahan Ajar. Makassar : Fakultas Farmasi Universitas Muslim Indonesia.
- Rosika, K., Fatmiah, S., & Arif, N. 2006. *Pengembangan Analisis Menggunakan XRF untuk Penentuan Unsur Pb, Fe, dan Ti dalam Larutan dengan Metode Tetes*. *Risalah Seminar Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi: 5762*
- Ruis, H.G.M. 2007. *Structure rheology relations in sodium caseinate in containing systems*. Tesis. Wengenigen University, Netherland.
- Saputra, Rodhi. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*. Yogyakarta : Universitas Gadjah Mada..
- Seo, E., Sang-Gi Min and Mi-Jung Chou. 2010. *Release characteristics of freeze-dried eugenol encapsulated with β -cyclodextrin by molecular inclusion method*. Korea : *Journal of Microencapsulation*; 27(6): 496–505.
- Setyaningrum, M. 2014. *Pemisahan Senyawa Kiral Dengan Menggunakan Kromatografi Kolom Dengan Fasa Diam Siklodekstrin Terasetilasi*. Skripsi. Semarang : Universitas Negeri Semarang.

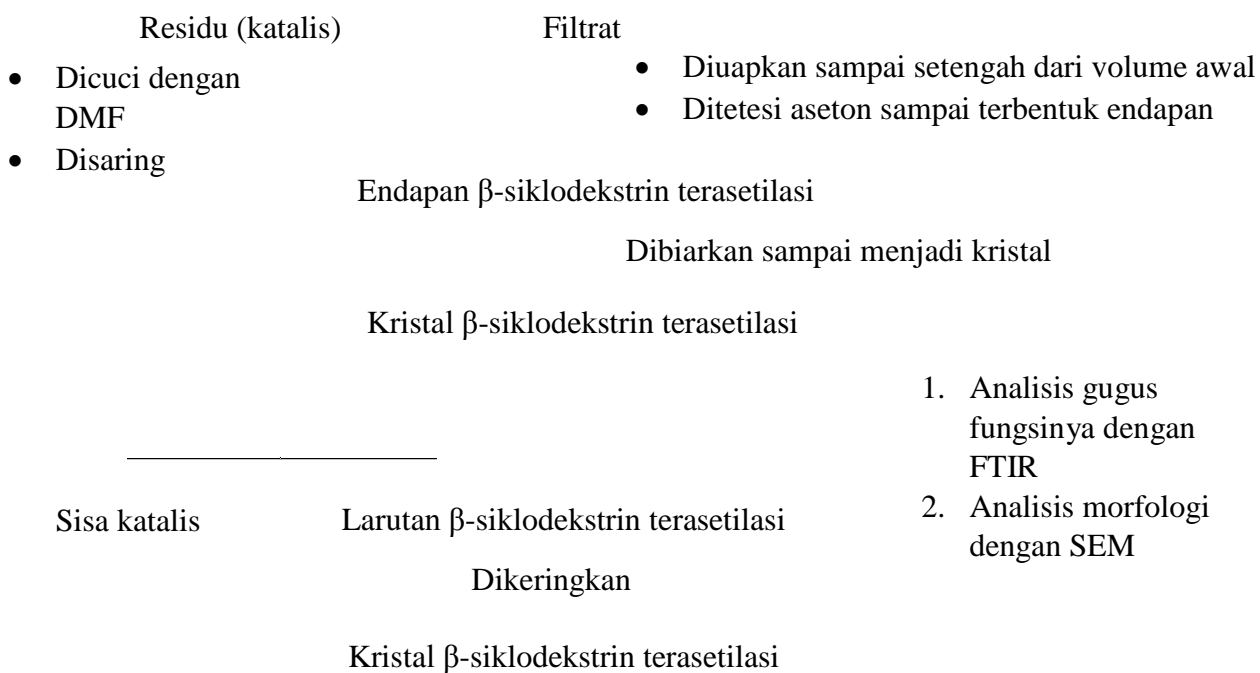
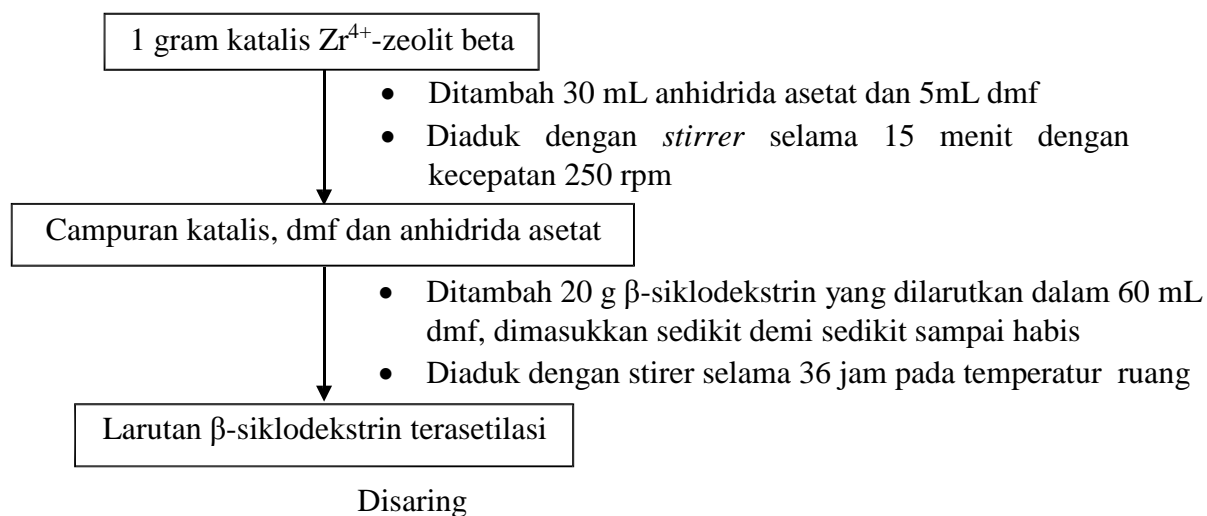
- Sjetli, J. 1988. *Cyclodextrin Tecnology*. Kluwer Academic Publishers. Drodrecht.
- Sugiyarto, K.H. dan Suyanti, R.D. 2010. *Kimia Organik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Supriyadi dan A. Sakha Rujita. 2013. *Karakteristik Mikrokapsul Minyak Atsiri Lengkuas Dengan Maltodekstrin Sebagai Enkapsulan*. Yogyakarta: Jurnal Teknologi dan Industri Pangan.
- Sutyagin, A.A., A. E. Glazyrin, G. I. Kurochkina, M. K. Grachev, and E. E. Nifant'ev. 2002. *Regioselective Acetylation of β -Cyclodextrin*. Russian Journal of General Chemistry Vol. 72, No. 1, pp. 147-150.
- Tankova, A. 1998. *Bacterial Cyoclodextrin Glucanotrasferase*. Journal Enzim and Microbial Techno., 22:678-686.
- Triyono. 2002. *Kimia Katalis*. Yogyakarta: FMIPA UGM
- Verma, M.B., B. Borse, G. Sulochanamma and B. Raghavan. 2005. *Retention of benchmark flavour impact components in encapsulated rose oil*. Flavour and Frgarance Journal.
- Wikipedia. 2014. *Sitrun*. <http://www.id.wikipedia.org/wiki/> (diakses 19 Desember 2014).
- Witanto, E., Trisunaryanti, & Triyono. 2010. *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeoli Alam Aktif*. SDM Teknologi Nuklir. ISSN 1978-0176
- Yongzhong, Z., Nie Yuntong, Stephan Jaenicke, Gaik-Khuan Chuah. 2005. *Cyclisation of citronellal over zirconium zeolite beta-a highly diastereoselective catalyst to (\pm)-isopulegol*. Department of Chemistry, National University of Singapore, 3 Science Drive 3, Singapore 117543

LAMPIRAN

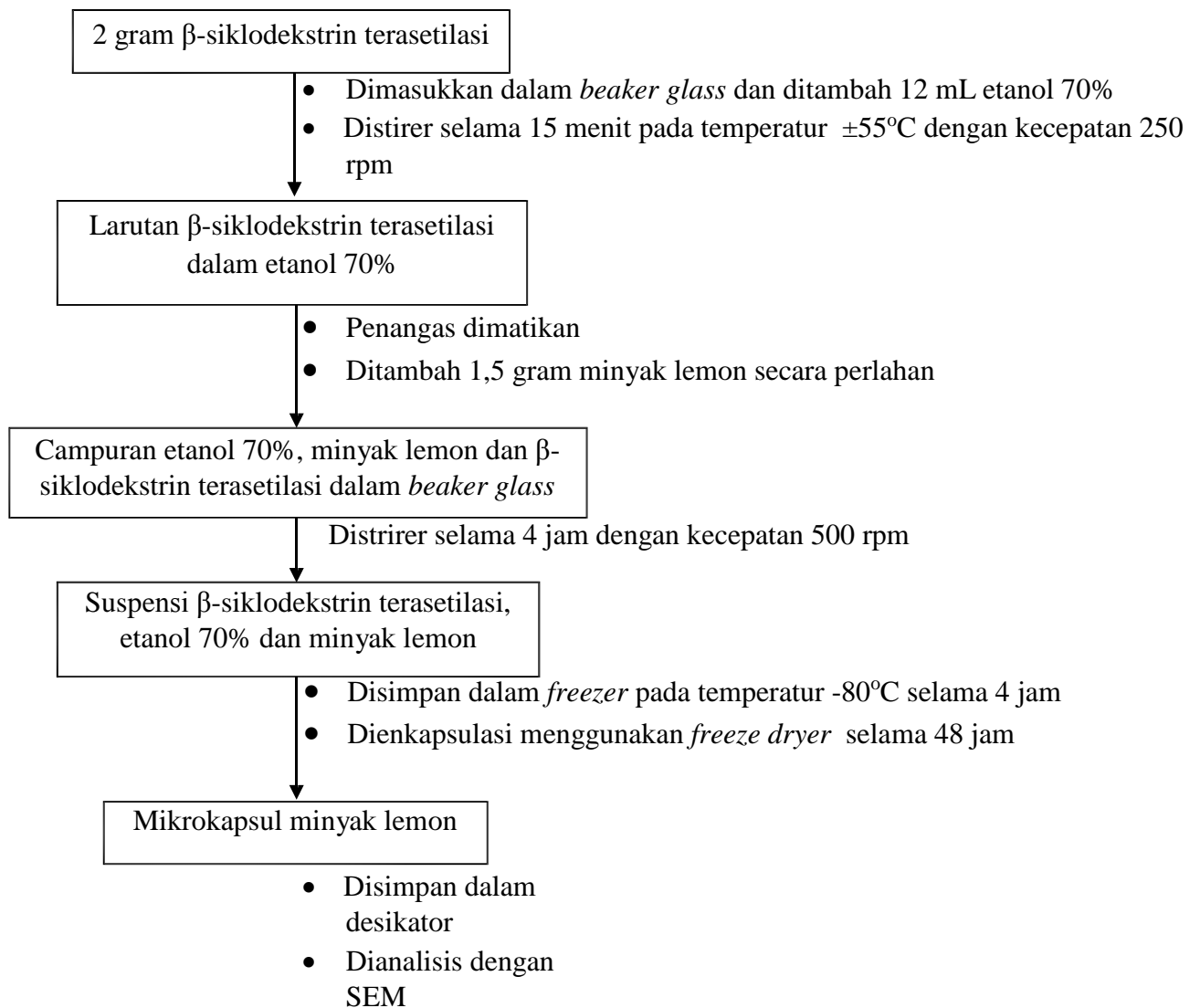
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

1. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Zr^{4+} -zeolit beta



2. Reaksi Asetilasi β -Siklodekstrin

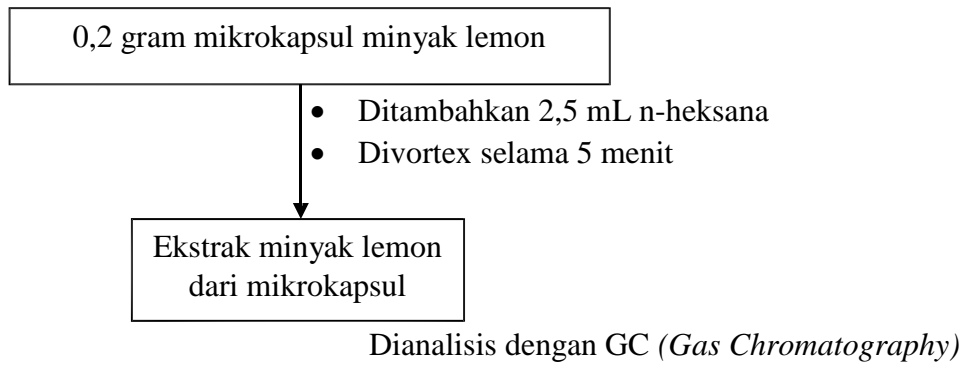
3. Enkapsulasi Minyak Lemon



*) Reaksi diulangi dengan 2 dan 2,5 gram minyak lemon

4. Pengukuran *Controlled Release* Mikrokapsul Minyak Lemon Selama 8 hari

(Hari ke 0, 2, 4, 6 dan 8)



Lampiran 2. Dokumentasi Penelitian



Pencucian Zr^{4+} -Zeolit Beta dengan aquademin sampai bebas ion Cl^-



Reaksi asetilasi β -siklodekstrin



Kristal β -siklodekstrin terasetilasi



Pencampuran β -siklodekstrin terasetilasi dengan etanol 70%



Larutan kompleks minyak lemon, etanol 70% dan β -siklodekstrin terasetilasi



Penyimpanan sampel dalam freezer sebelum dienkapsulasi



Enkapsulasi minyak lemon dengan *freeze dryer*



Mikrokapsul minyak lemon



Ekstraksi minyak lemon dari mikrokapsul



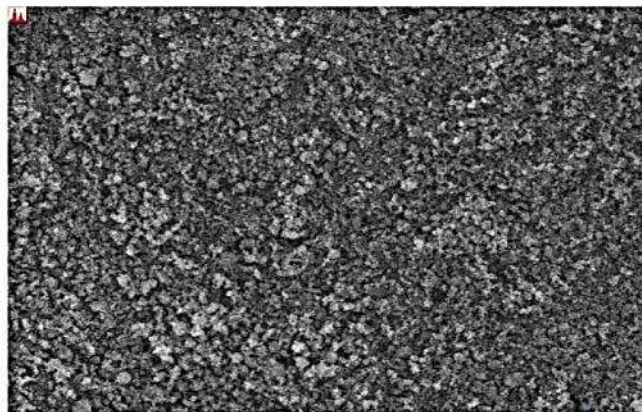
Pengukuran *Controlled Release* Mikrokapsul Minyak Lemon

Lampiran 3. Hasil SEM-EDS H-zeolit beta dan Zr⁴⁺-zeolit beta

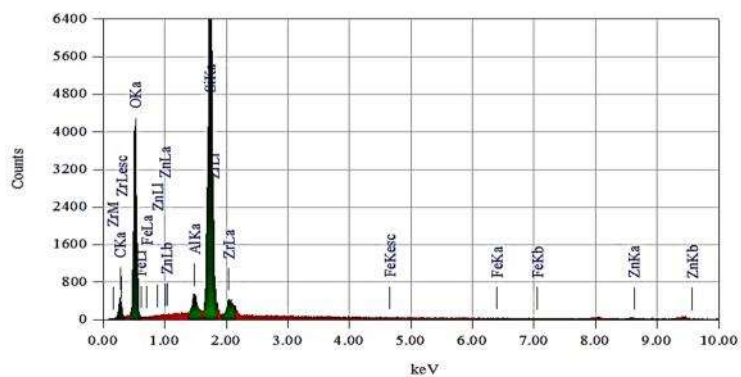
- SEM-EDS H-Zeolit Beta

EDS-3 H-2B

JEOL 1/1



Title : IMG1
 Instrument : 6510(LA)
 Volt : 20.00 kV
 Mag. : x 1,000
 Date : 2015/07/09
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
 Instrument : 6510(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 51.45 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 2 %
 Counting Rate: 3102 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

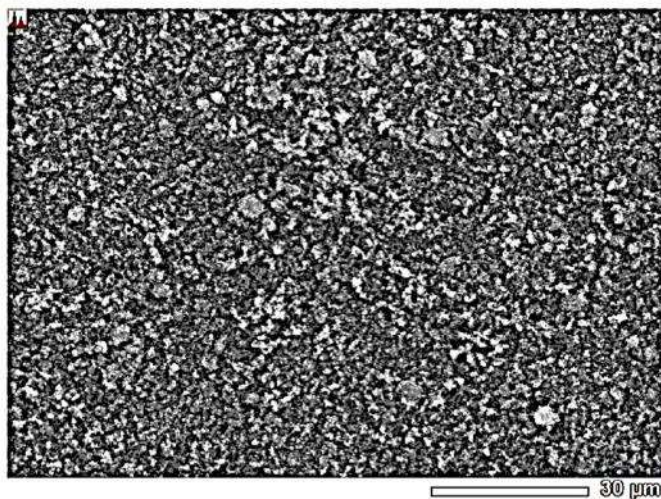
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)
 Fitting Coefficient : 0.0762
 Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	34.80	0.33	74.03	C	34.80	0.00	14.28
O		32.78						
Al K	1.486	1.27	0.07	0.60	Al2O3	2.39	0.55	3.03
Si K	1.739	26.35	0.30	23.97	SiO2	56.36	10.99	72.56
Fe K*								
Zn K	8.630	0.46	0.07	0.18	ZnO	0.57	0.08	1.21
Zr L*	2.042	4.35	0.15	1.22	ZrO2	5.88	0.56	8.89
Total		100.00		100.00		100.00	12.18	

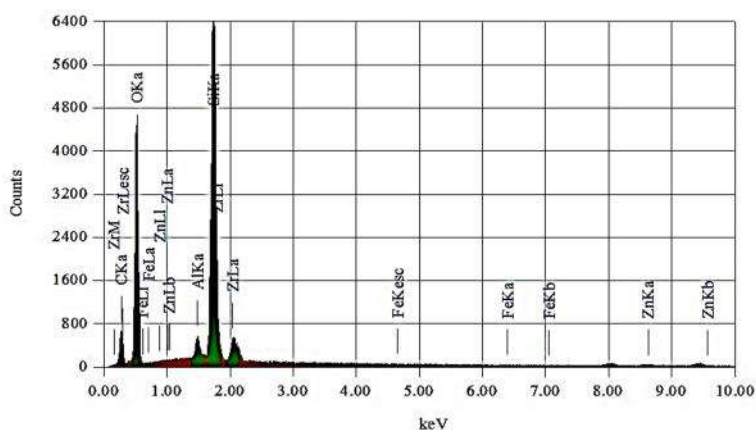
- SEM-EDS Zr⁴⁺ -Zeolit Beta

EDS-3 Zr-ZB

JEOL 1/1



Title : IMG1
 Instrument : 6510(LA)
 Volt : 20.00 kV
 Mag. : x 1,000
 Date : 2015/07/09
 Pixel : 512 x 384



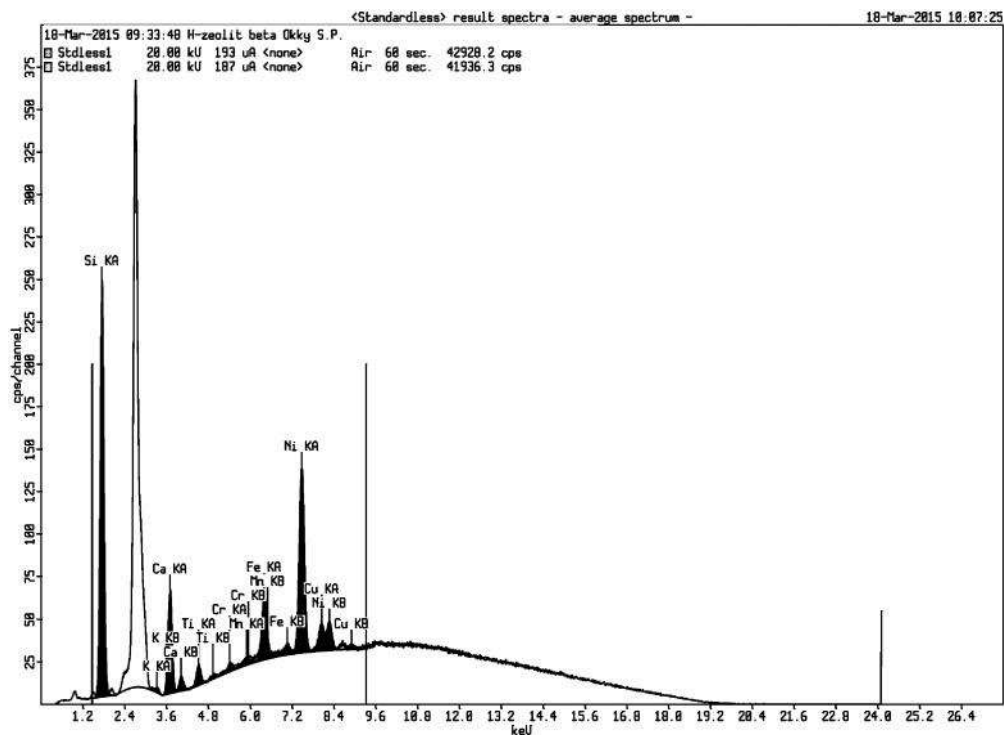
Acquisition Parameter
 Instrument : 6510(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 51.54 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 2 %
 Counting Rate: 3287 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)
 Fitting Coefficient : 0.0785
 Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	42.59	0.33	80.08	C	42.59	0.00	20.59
O		28.42						
Al K	1.486	1.14	0.07	0.48	Al2O3	2.16	0.57	2.85
Si K	1.739	22.44	0.27	18.04	SiO2	48.01	10.80	64.29
Fe K*	6.398	0.02	0.03	0.01	FeO	0.03	0.01	0.06
Zn K*	8.630	0.57	0.08	0.20	ZnO	0.71	0.12	1.55
Zr L*	2.042	4.82	0.14	1.19	ZrO2	6.50	0.71	10.63
Total		100.00		100.00		100.00	12.20	

Lampiran 4. Spektra XRF H-zeolit beta dan Zr⁴⁺-zeolit beta

- H-zeolit beta



18-Mar-2015 10:06:59

Sample results - Averages

Page 1

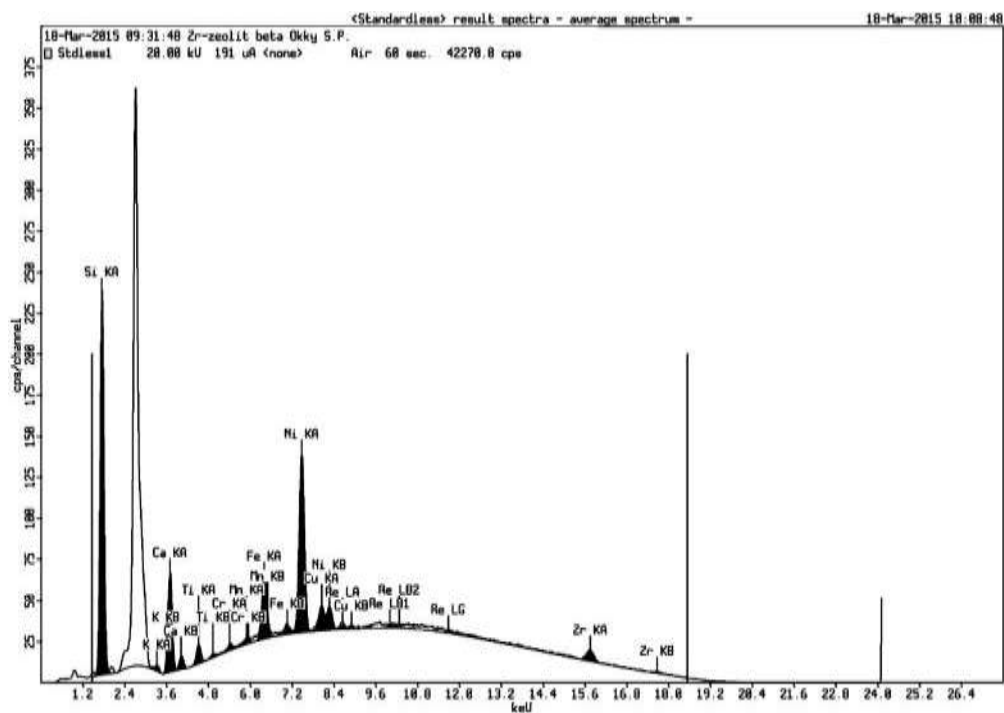
Sample ident
H-zeolit beta Okky S.P.

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	18-Mar-2015 08:50:57
Measurement period - end	18-Mar-2015 09:33:48
Position	2

Compound	Si	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Mn
Conc	88.0 +/- 0.08	0.40 +/- 0.006	6.00 +/- 0.03	0.72 +/- 0.002	0.18 +/- 0.01	1.18 +/- 0.02	0.16 +/- 0.02
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Ni	Cu
Conc	2.99 +/- 0.01	0.43 +/- 0.005
Unit	%	%

- Zr⁴⁺-zeolit beta



18-Mar-2015 10:08:26

Sample results - Averages

Page 1

Sample ident
Zr-zeolit beta Okky S.P.

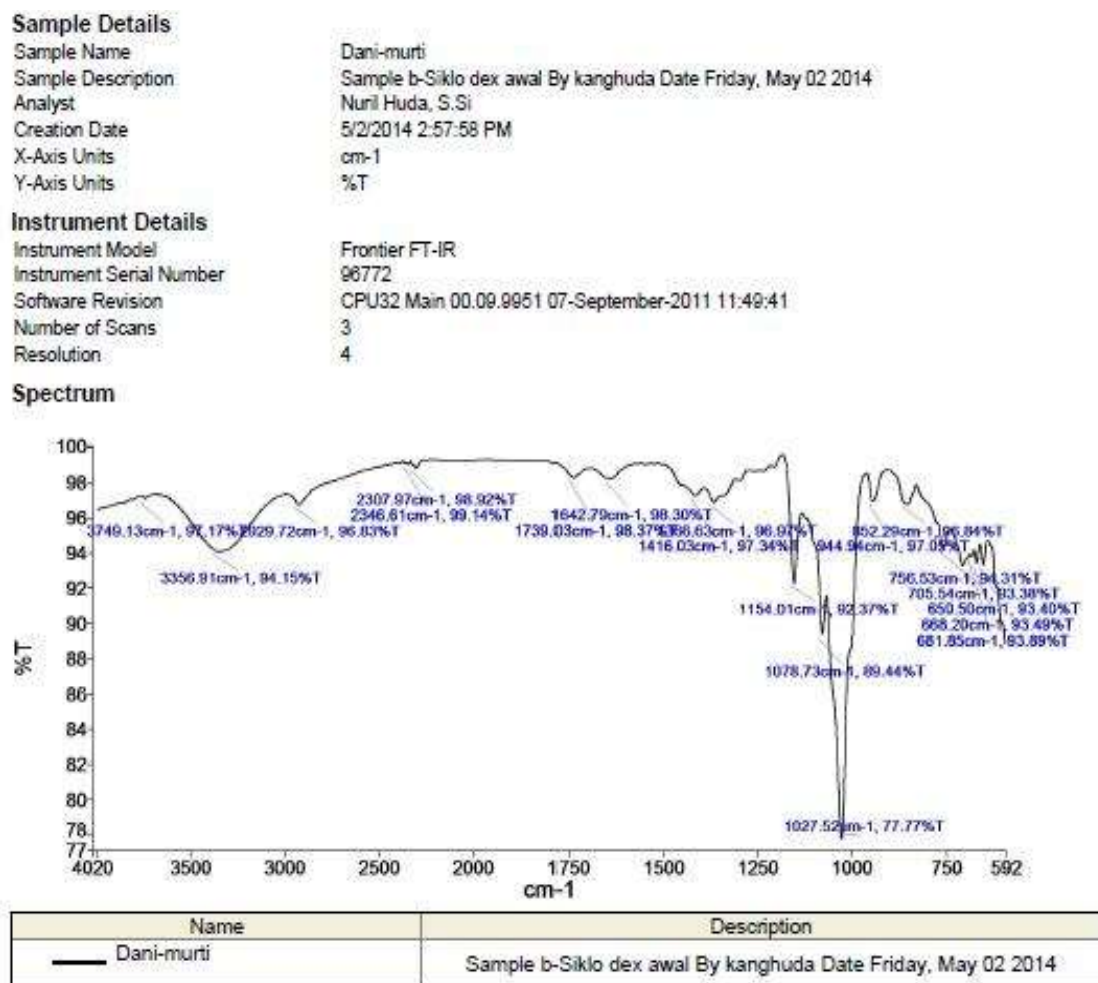
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	18-Mar-2015 08:48:53
Measurement period - end	18-Mar-2015 09:31:48
Position	1

Compound	Si	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe
Conc	81.3 +/- 0.4	0.46 +/- 0.02	5.90 +/- 0.06	0.69 +/- 0.01	0.15 +/- 0.01	0.14 +/- 0.007	1.15 +/- 0.003
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Ni	Cu	Zr	Re
Conc	2.92 +/- 0.03	0.42 +/- 0.004	6.4 +/- 0.1	0.62 +/- 0.03
Unit	%	%	%	%

Lampiran 5. Hasil Spektra FT-IR β -Siklodekstrin dan β -Siklodekstrin terasetilasi

- Spektra FT-IR β -siklodekstrin



Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3749.13	97.17	-3	3760.98	3688.27	3760.98	3688.27
2	3356.91	94.15	-1075.13	3688.27	2999.36	3688.27	2999.36
3	2929.72	96.83	-46.61	2999.36	2377.68	2999.36	2377.68
4	2346.61	99.14	-3.72	2377.68	2336.74	2377.68	2336.74
5	2307.97	98.92	-9.38	2336.74	1969.2	2336.74	1969.2
6	1739.03	98.37	-4.19	1969.2	1694.99	1969.2	1694.99
7	1642.79	98.3	-39.92	1694.99	1561.4	1694.99	1561.4

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, May 02, 2014 3:12 PM

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1416.03	97.34	-1.29	1561.4	1394.61	1561.4	1394.61
9	1366.63	96.97	-90.74	1394.61	1185.55	1394.61	1185.55
10	1154.01	92.37	-101.01	1185.55	1133.61	1185.55	1133.61
11	1078.73	89.44	-8.09	1133.61	1068.24	1133.61	1068.24
12	1027.52	77.77	-664.7	1068.24	961.39	1068.24	961.39
13	944.94	97.05	-37.3	961.39	901.5	961.39	901.5
14	852.29	96.84	-46.52	901.5	829.18	901.5	829.18
15	756.53	94.31	-49.5	829.18	736.95	829.18	736.95
16	705.54	93.38	-25.68	736.95	686.88	736.95	686.88
17	681.85	93.89	-1.4	686.88	675.24	686.88	675.24
18	668.2	93.49	-6.54	675.24	660.49	675.24	660.49
19	650.5	93.4	-11.13	660.49	637.36	660.49	637.36
20	591.85	88.9	-579.04	637.36	578.09	637.36	578.09
21	568.65	41.28	-1718.37	578.09	553.67	578.09	553.67
22	544.64	18.35	-577.52	553.67	540.73	553.67	540.73
23	536.43	16	-498.85	540.73	528.96	540.73	528.96
24	520.76	10.17	-36770	528.96	508.6	528.96	508.6
25	492.53	148.01	-38827.86	508.6	483.97	508.6	483.97
26	476.91	141.6	-436.44	483.97	474.53	483.97	474.53
27	464.41	9.57	-4616.03	474.53	455.62	474.53	455.62
28	447.92	50.87	-3726.96	455.62	437.59	455.62	437.59
29	419.37	2.98	-2000.95	437.59	409.4	437.59	409.4

- Spektra FT-IR β -Siklodekstrin Terasetilasi

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Tuesday, May 05, 2015 3:09 PM

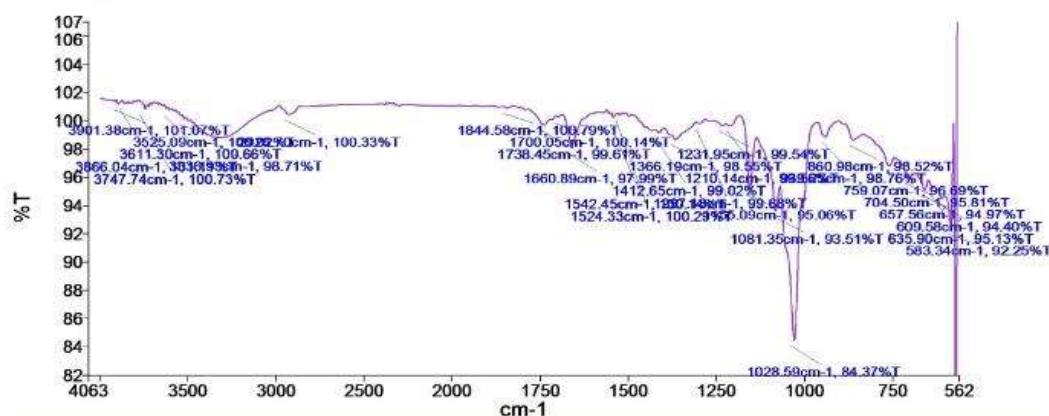
Sample Details

Sample Name oki_1
Sample Description siklodex terasetilasi Zr-zeolit b By labkim Date Tuesday, May 05 2015
Analyst labkim
Creation Date 5/5/2015 2:59:51 PM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Instrument Details

Instrument Model Frontier FT-IR
Instrument Serial Number 96772
Software Revision CPU32 Main 00.09.9951 07-September-2011 11:49:41
Number of Scans 3
Resolution 4

Spectrum



Name	Description
oki_1	siklodex terasetilasi Zr-zeolit b By labkim Date Tuesday, May 05 2015

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Height (%T)	Start	End	Base1	Base2
1	3901.38	101.07	-10.1	-0.29	4000	3877.1	4000	3877.1
2	3866.04	101.11	-11.5	-0.23	3877.1	3780.39	3877.1	3780.39
3	3747.74	100.73	-16.95	-0.56	3780.39	3700.85	3780.39	3700.85
4	3611.3	100.66	0.4	-0.14	3700.85	3603.71	3700.85	3603.71
5	3525.09	100.02	-0.76	-0.17	3603.71	3516.9	3603.71	3516.9
6	3336.93	98.71	-512.54	-1.71	3516.9	2988.47	3516.9	2988.47
7	2926.7	100.33	-90.5	-0.67	2988.47	2375.98	2988.47	2375.98

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Tuesday, May 05, 2015 3:09 PM

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Height (%T)	Start	End	Base1	Base2
8	1844.58	100.79	-52.12	-0.16	2375.98	1827.92	2375.98	1827.92
9	1738.45	99.61	-31.17	-0.83	1827.92	1707.21	1827.92	1707.21
10	1700.05	100.14	-1.16	-0.15	1707.21	1687.39	1707.21	1687.39
11	1660.89	97.99	-81.59	-2.42	1687.39	1560.67	1687.39	1560.67
12	1542.45	100.14	-4.9	-0.38	1560.67	1531.28	1560.67	1531.28
13	1524.33	100.29	-1.13	-0.14	1531.28	1507.04	1531.28	1507.04
14	1412.65	99.02	-28.91	-0.5	1507.04	1398.76	1507.04	1398.76
15	1366.19	98.55	-45.22	-0.98	1398.76	1307.04	1398.76	1307.04
16	1297.18	99.68	-2.27	-0.18	1307.04	1281.83	1307.04	1281.83
17	1231.95	99.54	-2.89	-0.2	1281.83	1222.52	1281.83	1222.52
18	1210.14	99.56	-6.11	-0.32	1222.52	1184.08	1222.52	1184.08
19	1155.09	95.06	-69.77	-4.27	1184.08	1135.55	1184.08	1135.55
20	1081.35	93.51	-34.24	-2.37	1135.55	1069.57	1135.55	1069.57
21	1028.59	84.37	-454.14	-12.61	1069.57	962.11	1069.57	962.11
22	939.25	98.76	-26.01	-1.04	962.11	902.68	962.11	902.68
23	860.98	98.52	-18.61	-0.78	902.68	832.31	902.68	832.31
24	759.07	96.69	-15.33	-0.88	832.31	743.76	832.31	743.76
25	704.5	95.81	-14.69	-0.76	743.76	684.12	743.76	684.12
26	657.56	94.97	-13.49	-0.87	684.12	647.83	684.12	647.83
27	635.9	95.13	-2.52	-0.3	647.83	630.45	647.83	630.45
28	609.58	94.4	-3.7	-0.38	630.45	602.58	630.45	602.58
29	583.34	92.25	-75.47	-6.06	602.58	575.89	602.58	575.89
30	569.65	77.82	-295.68	-40.48	575.89	562.58	575.89	562.58

Lampiran 6. Perhitungan Derajat Asetilasi

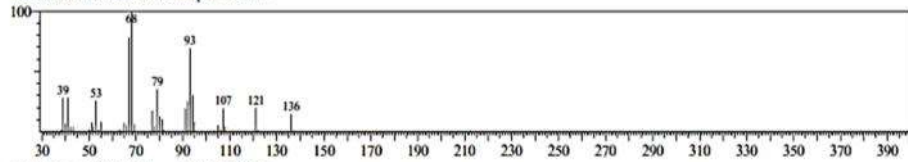
$$\begin{aligned}\text{Derajat Asetilasi} &= \text{—————} \times 115 \\ &= \frac{1,4937368}{2,70972776} \times 115 \\ &= 63,40\%\end{aligned}$$

Lampiran 7. Hasil GC-MS Minyak Lemon

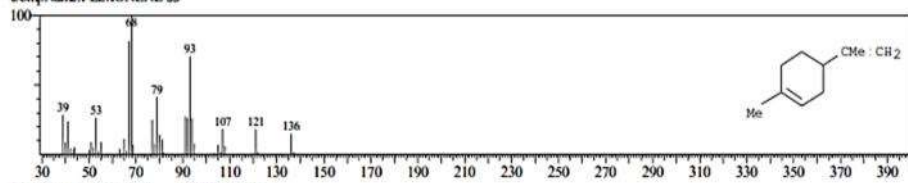
Library

<< Target >>

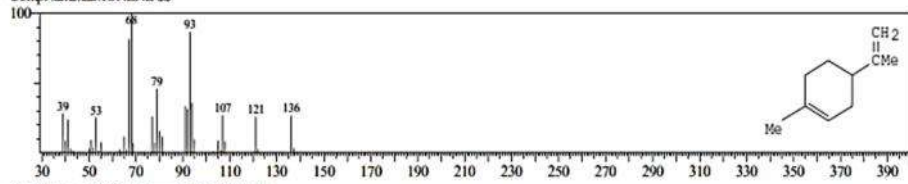
Line#:1 R. Time:18.408(Scan#:1994) MassPeaks:39
RawMode:Averaged 18.400-18.417(1993-1995) BasePeak:68.05(422125)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



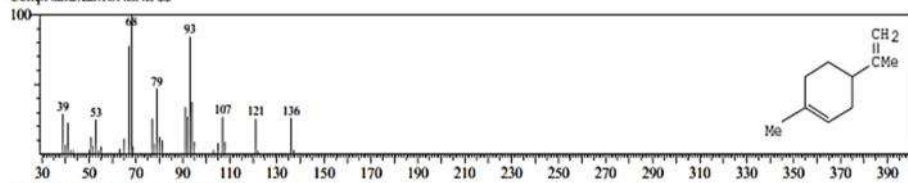
Hit#:1 Entry:19686 Library:WILEY229.LIB
SI:97 Formula:C10H16 CAS:5989-54-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:1-LIMONENE SS



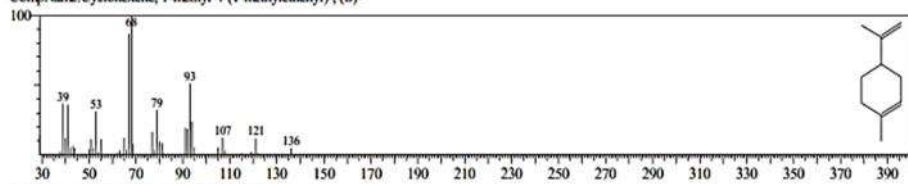
Hit#:2 Entry:19682 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10H16 CAS:138-86-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:LIMONENE SS



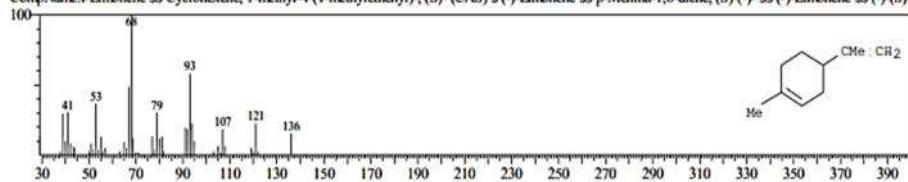
Hit#:3 Entry:19681 Library:WILEY229.LIB
SI:95 Formula:C10H16 CAS:138-86-3 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:LIMONENE SS



Hit#:4 Entry:3571 Library:NIST12.LIB
SI:94 Formula:C10H16 CAS:5989-54-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl), (S)-

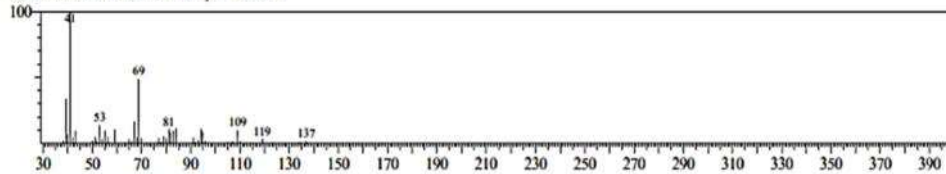


Hit#:5 Entry:19431 Library:WILEY229.LIB
SI:93 Formula:C10H16 CAS:5989-54-8 MolWeight:136 RetIndex:0
CompName:1-Limonene SS Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethenyl), (S)- (CAS) S (-)-Limonene SS p-Mentha-1,8-diene, (S)-(-) SS (-)-Limonene SS (-)-Limonene SS (S)-Limonene SS beta-Limonene S



<< Target >>

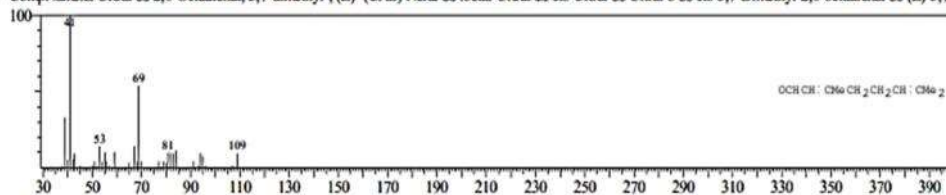
Line#2 R.Time:27.075(Scan#:3034) MassPeaks:45
 RawMode:Averaged 27.067-27.083(3033-3035) BasePeak:41.10(61496)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:29307 Library:WILEY229.LIB

SI:95 Formula:C10H16O CAS:106-26-3 MolWeight:152 RetIndex:0

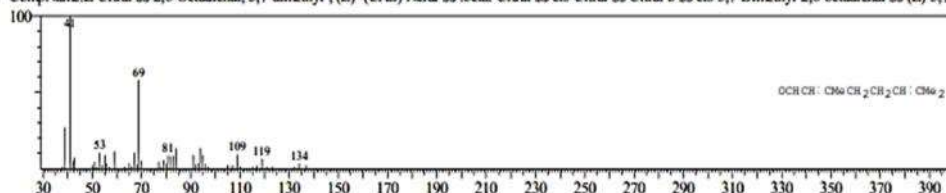
CompName:Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS .beta.-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS citral-b SS



Hit#:2 Entry:29301 Library:WILEY229.LIB

SI:95 Formula:C10H16O CAS:106-26-3 MolWeight:152 RetIndex:0

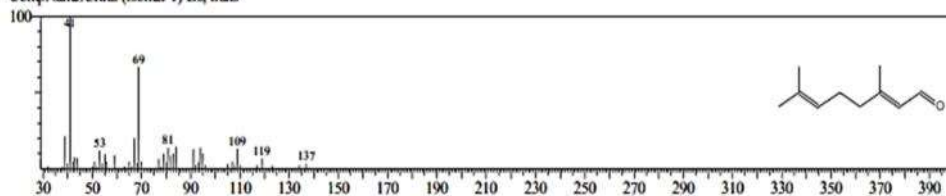
CompName:Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS .beta.-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS citral-b SS



Hit#:3 Entry:10285 Library:NIST62.LIB

SI:93 Formula:C10H16O CAS:0-00-0 MolWeight:152 RetIndex:0

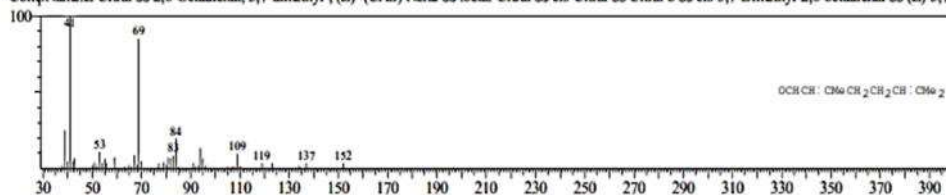
CompName:Citral (isomer 1) cis, trans-



Hit#:4 Entry:29298 Library:WILEY229.LIB

SI:92 Formula:C10H16O CAS:106-26-3 MolWeight:152 RetIndex:0

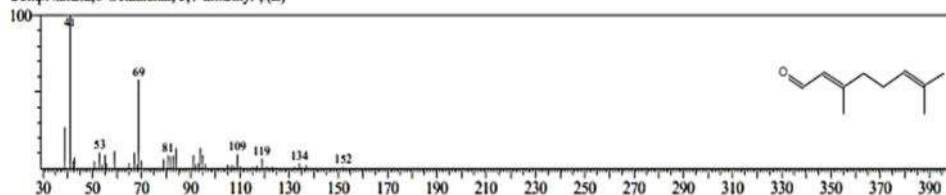
CompName:Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS .beta.-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS citral-b SS



Hit#:5 Entry:4716 Library:NIST12.LIB

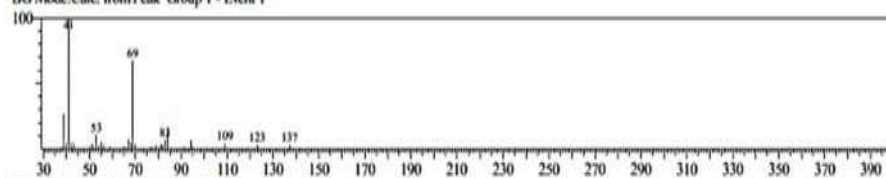
SI:91 Formula:C10H16O CAS:106-26-3 MolWeight:152 RetIndex:0

CompName:2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)-

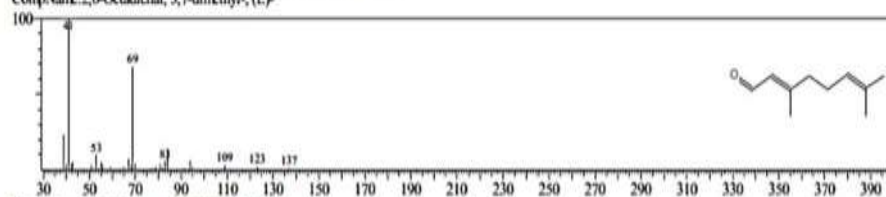


<< Target >>

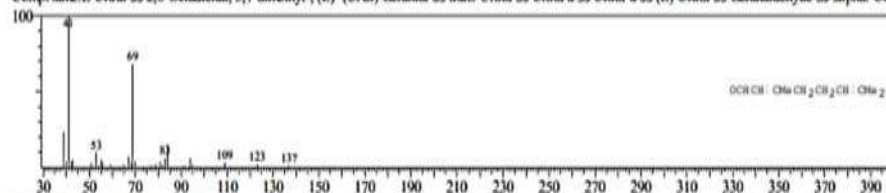
Line#3 R_Time:28.250(Scan#:3175) MassPeaks:35
 RawMode:Averaged 28.242-28.258(3174-3176) BasePeak:41.10(97452)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



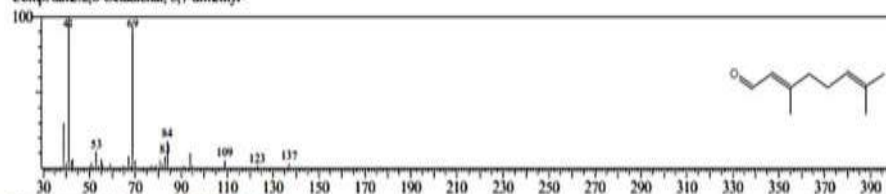
Hit#1 Entry:4753 Library:NIST12.LIB
 SI97 Formula:C10H16O CAS:141-27-5 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)-



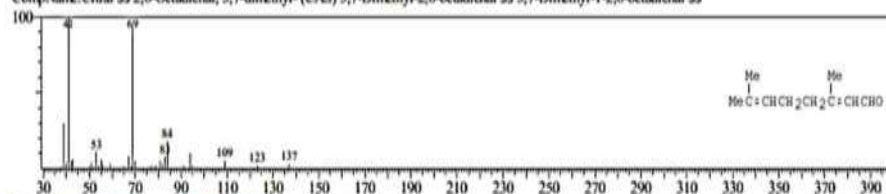
Hit#2 Entry:29293 Library:WILEY229.LIB
 SI97 Formula:C10H16O CAS:141-27-5 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:E-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)- (CAS) Geranial SS trans-Citral SS Citral a SS Citral-a SS (E)-Citral SS Geranaldehyde SS alpha-Citral SS trans-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (E)-3



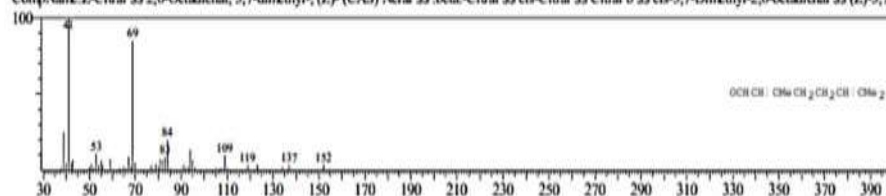
Hit#3 Entry:4711 Library:NIST12.LIB
 SI96 Formula:C10H16O CAS:5392-40-5 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-



Hit#4 Entry:29309 Library:WILEY229.LIB
 SI96 Formula:C10H16O CAS:5392-40-5 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl- (CAS) 3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS 3,7-Dimethyl-1-2,6-octadienal SS



Hit#5 Entry:29298 Library:WILEY229.LIB
 SI93 Formula:C10H16O CAS:106-26-3 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS citral-b SS



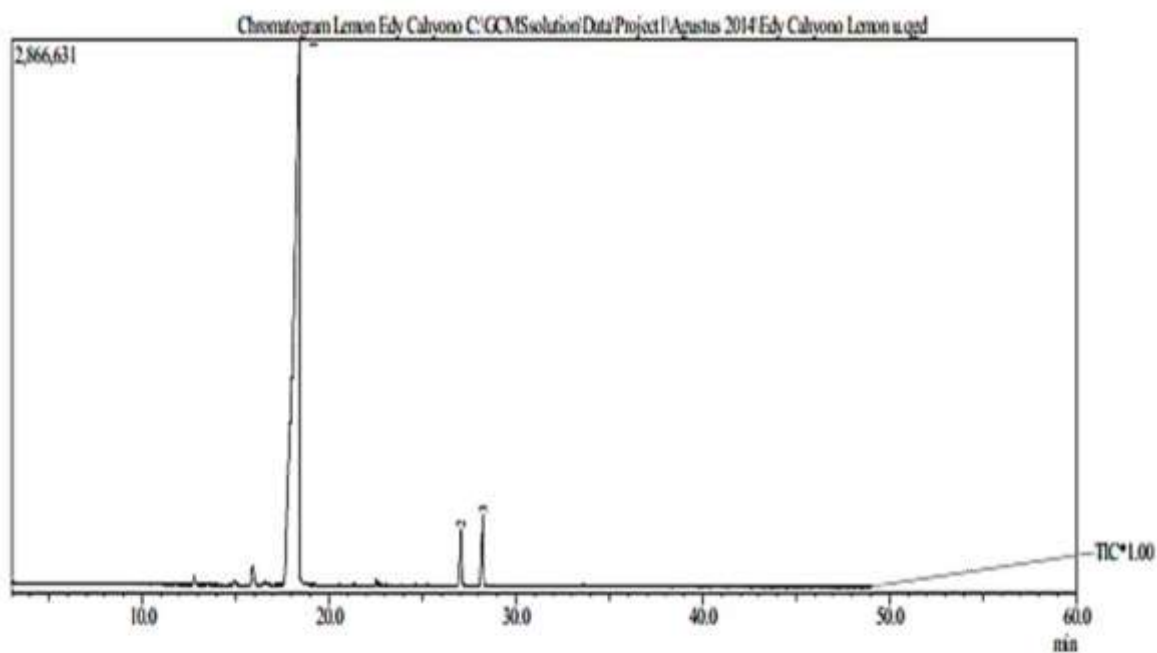
C:\GCMSolution\Data\Project1\Agustus 2014\Edy Cahyono Lemon u.qgd



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Adria
 Sample Name : Lemon Edy Cahyono
 Sample ID : 5.15.36.2
 Data File : C:\GCMSolution\Data\Project1\Agustus 2014\Edy Cahyono Lemon u.qgd
 Method File : C:\GCMSolution\Data\Project1\Agustus 2014\Atsiri lp5.qgm
 Tuning File : C:\GCMSolution\System1\Tune1\MEI 2015.qgt



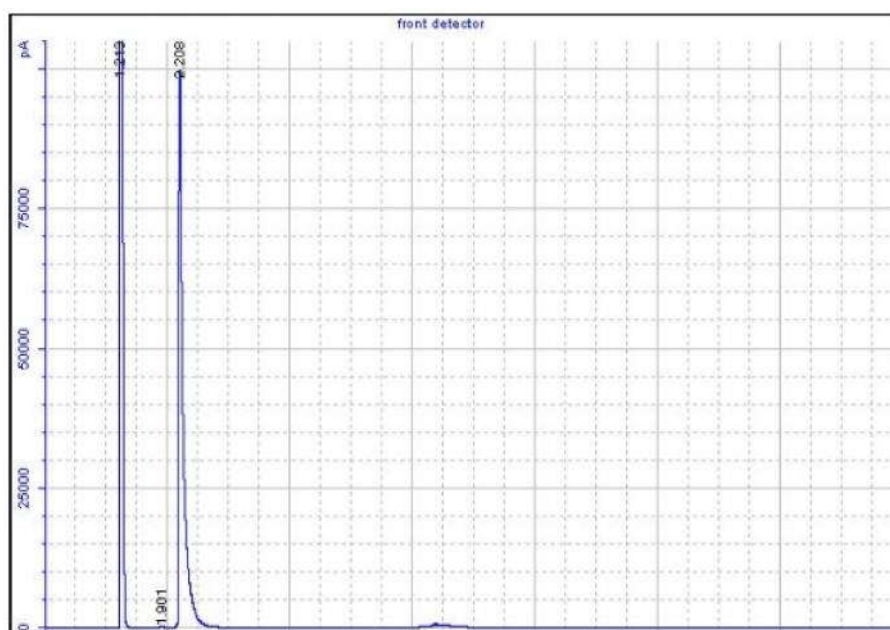
Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Peak Report TIC		
				Area	Area%	Height Name
1	18.408	17.600	18.458	59712808	93.29	2798426
2	27.071	26.900	27.142	1690715	2.64	281707
3	28.246	28.033	28.317	2603306	4.07	360331
				64006829	100.00	3440464

Lampiran 8. Hasil GC Ekstrak Minyak Lemon

Variasi A1. Hari ke-0 sampai Hari ke-8

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 39
Sample note:	oki A1 h0
Submission time:	Thursday, August 06, 2015 2:32:45 PM
Operator:	
Injection date:	Thursday, August 06, 2015 2:46:00 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:25:22 AM



Area Percent Report

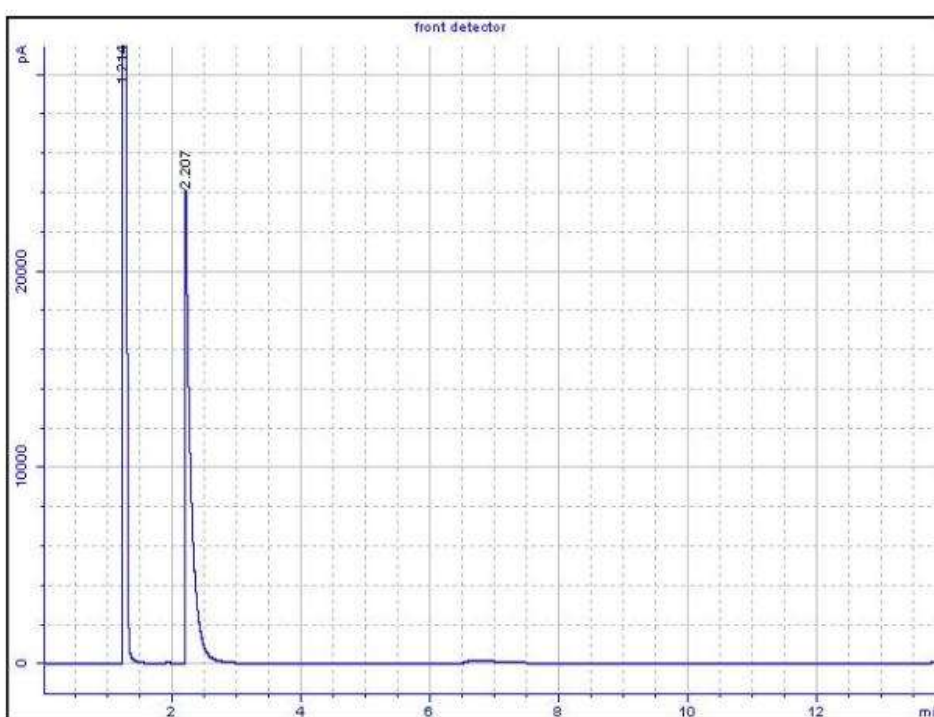
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.213	PB S	0.027	1475609.33876	75.10319
1	1.901	BB	0.055	1279.27981	0.06511
1	2.208	BB S	0.065	487887.10893	24.83169

Total Area = 1964775.728

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 44
Sample note:	oki A1 h2
Submission time:	Friday, August 07, 2015 8:09:39 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 07, 2015 8:09:59 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:28:19 AM



Area Percent Report

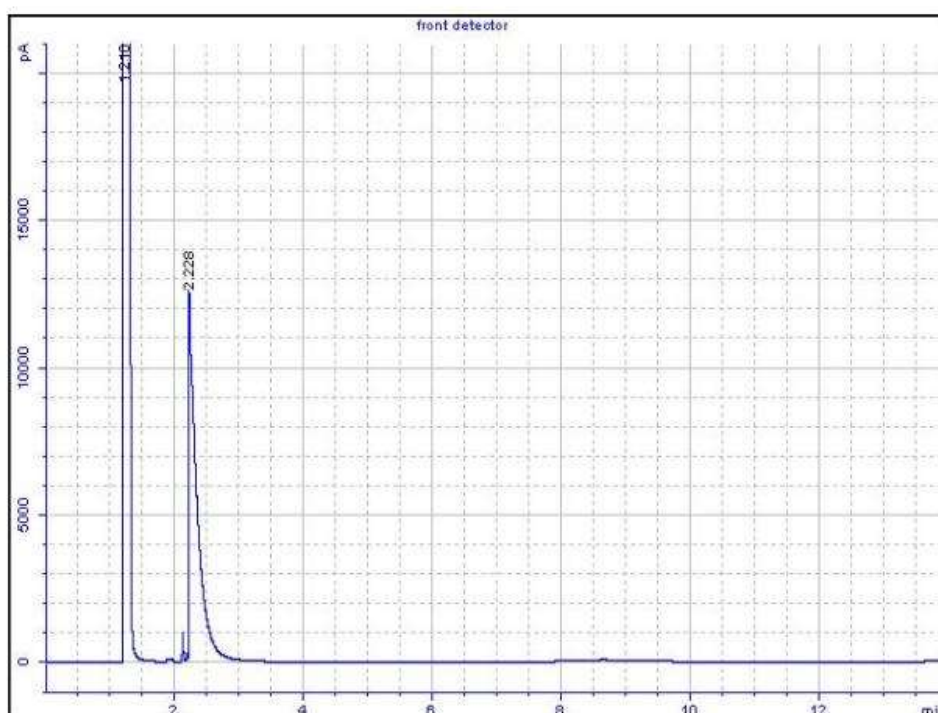
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.214	PB S	0.025	1341745.59213	91.20096
1	2.207	BB S	0.066	129451.13341	8.79904

Total Area = 1471196.726

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 48
Sample note:	oki ekstrak lemon h4 a1
Submission time:	Friday, August 14, 2015 8:26:30 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 14, 2015 10:01:36 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:30:36 AM



Area Percent Report

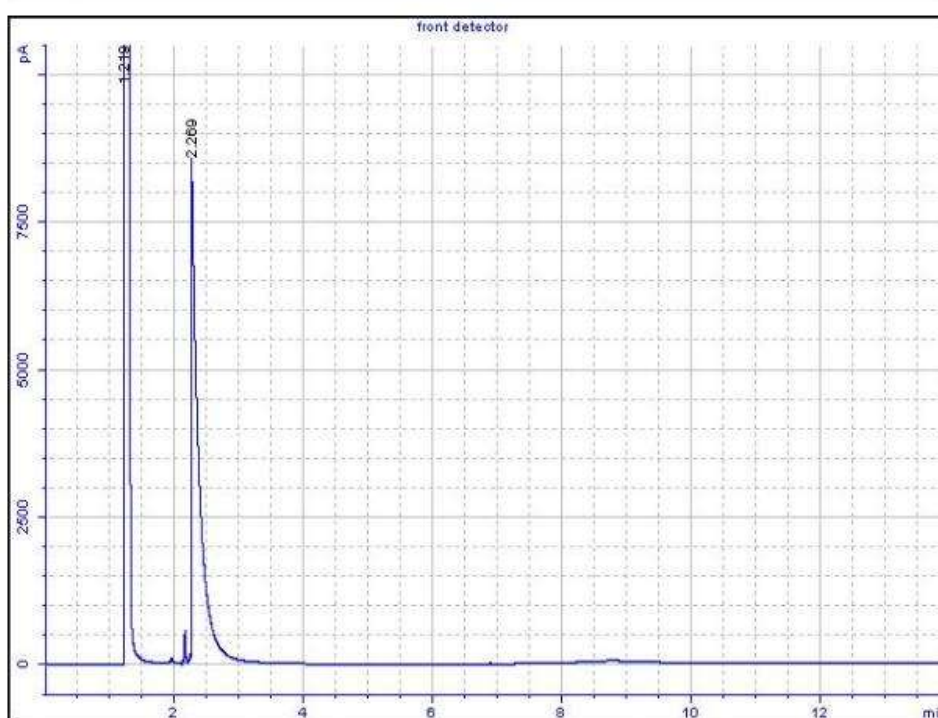
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.210	BV S	0.023	1235767.35793	92.26025
1	2.228	VB S	0.102	103669.04764	7.73975

Total Area = 1339436.406

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 55
Sample note:	oki ekstrak A1 h6
Submission time:	Tuesday, August 25, 2015 9:48:59 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 25, 2015 12:33:39 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:36:35 AM



Area Percent Report

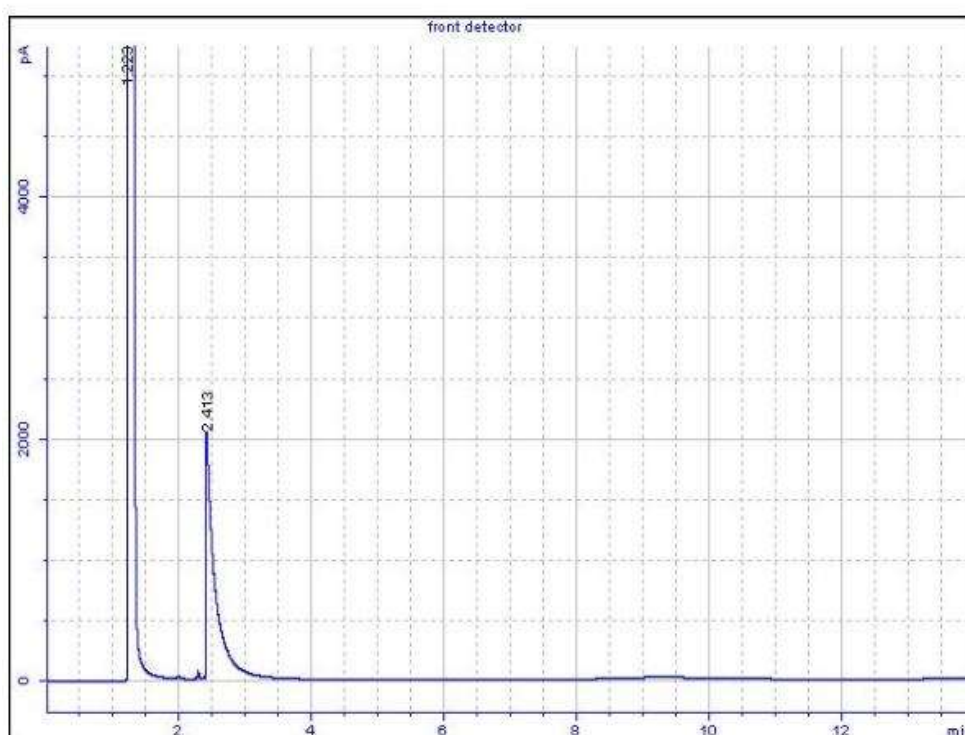
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.219	PB S	0.021	1538522.57113	96.15023
1	2.269	VB S	0.088	61601.10048	3.84977

Total Area = 1600123.672

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 54
Sample note:	oki ekstrak A1 h8
Submission time:	Tuesday, August 25, 2015 9:06:07 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 25, 2015 10:14:44 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:36:09 AM



Area Percent Report

Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

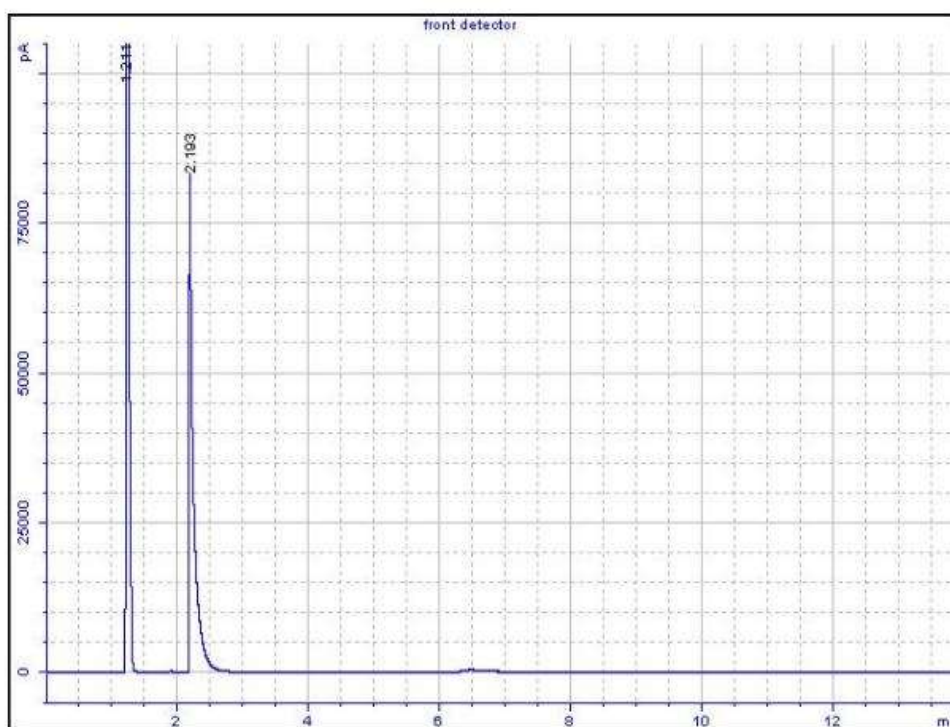
Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.223	BB S	0.022	1345470.04625	98.91772
1	2.413	PB S	0.089	14721.04703	1.08228

Total Area = 1360191.093

Variasi A2. Hari ke-0 sampai Hari ke-8

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: --SAMPLE 40
 Sample note: oki A2 h0
 Submission time: Thursday, August 06, 2015 2:32:46 PM
 Operator:
 Injection date: Thursday, August 06, 2015 3:03:16 PM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Atsiri / minyak terbang
 Method last saved: Tuesday, September 01, 2015 10:25:59 AM



Area Percent Report

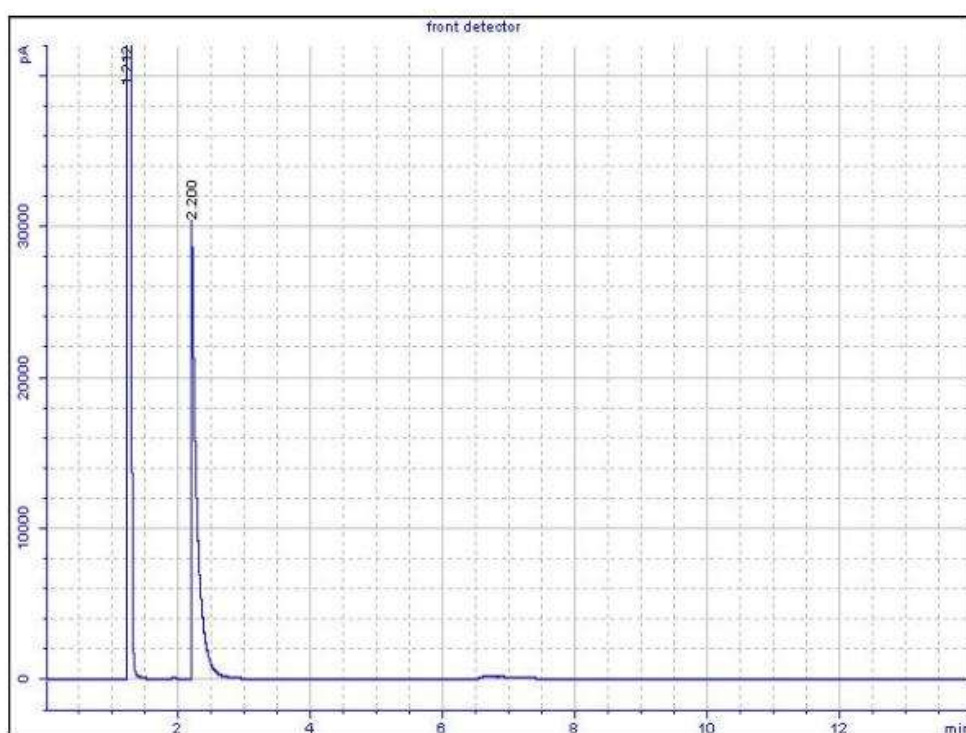
Calibration last saved: Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
 Multiplier: 1.0000
 Dilution: 1.0000
 Sample amount: 0.0000 μ L
 Sample type: Sample
 Sampling source: Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.211	BB S	0.027	1331111.44286	78.91206
1	2.193	BB S	0.054	355717.40190	21.08794

Total Area = 1686828.845

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: --SAMPLE 45
 Sample note: oki A2 h2
 Submission time: Friday, August 07, 2015 8:09:41 AM
 Operator:
 Injection date: Friday, August 07, 2015 8:28:44 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Atsiri / minyak terbang
 Method last saved: Tuesday, September 01, 2015 10:28:46 AM



Area Percent Report

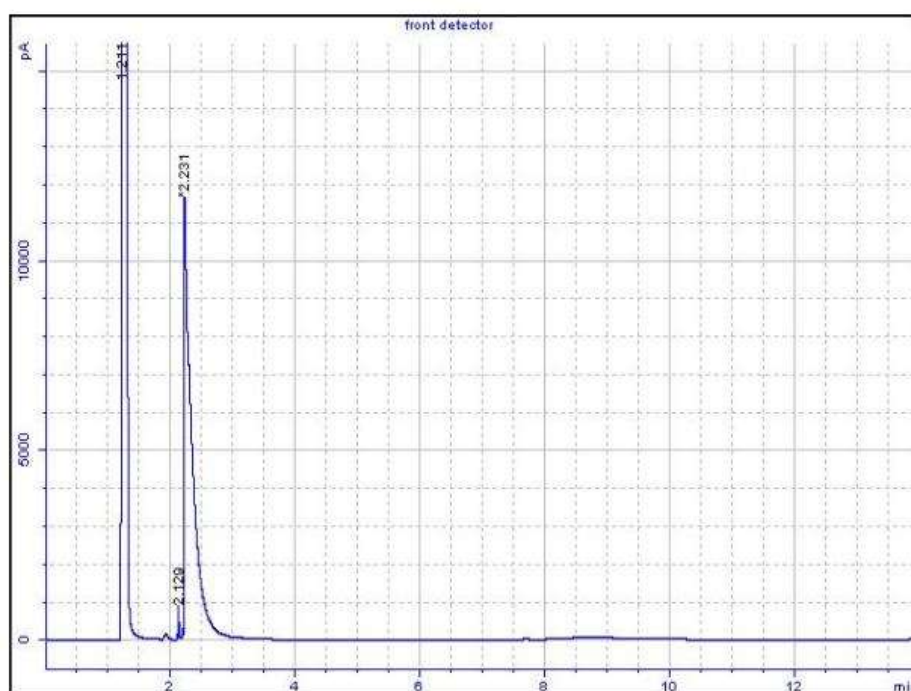
Calibration last saved: Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
 Multiplier: 1.0000
 Dilution: 1.0000
 Sample amount: 0.0000 μ L
 Sample type: Sample
 Sampling source: Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.212	PB S	0.026	1368691.04329	89.51216
1	2.200	BB S	0.065	160364.91424	10.48784

Total Area = 1529055.958

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 49
Sample note:	oki ekstrak lemon h4 a2
Submission time:	Friday, August 14, 2015 8:26:31 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 14, 2015 10:21:59 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:32:21 AM



Area Percent Report

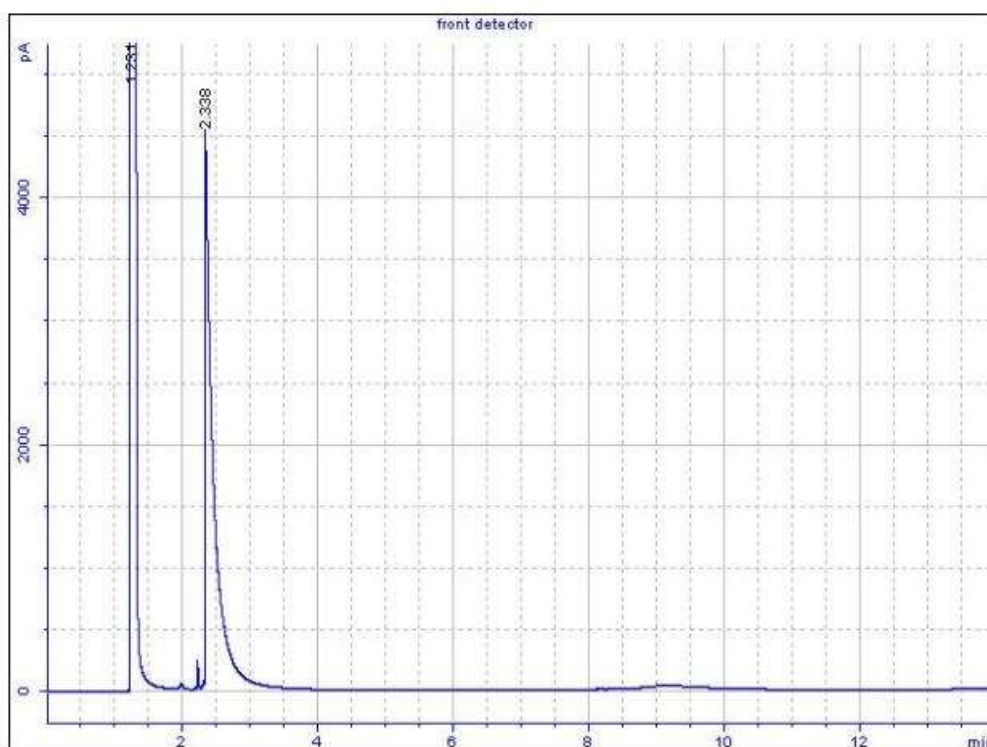
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.211	VV S	0.021	1272660.12588	92.70655
1	2.129	VV	0.018	1070.58975	0.07799
1	2.231	MM m	0.142	99052.75242	7.21547

Total Area = 1372783.468

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: --SAMPLE 52
 Sample note: oki ekstrak A2 h6
 Submission time: Tuesday, August 25, 2015 8:32:20 AM
 Operator:
 Injection date: Tuesday, August 25, 2015 9:29:28 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Atsiri / minyak terbang
 Method last saved: Tuesday, September 01, 2015 10:35:14 AM



Area Percent Report

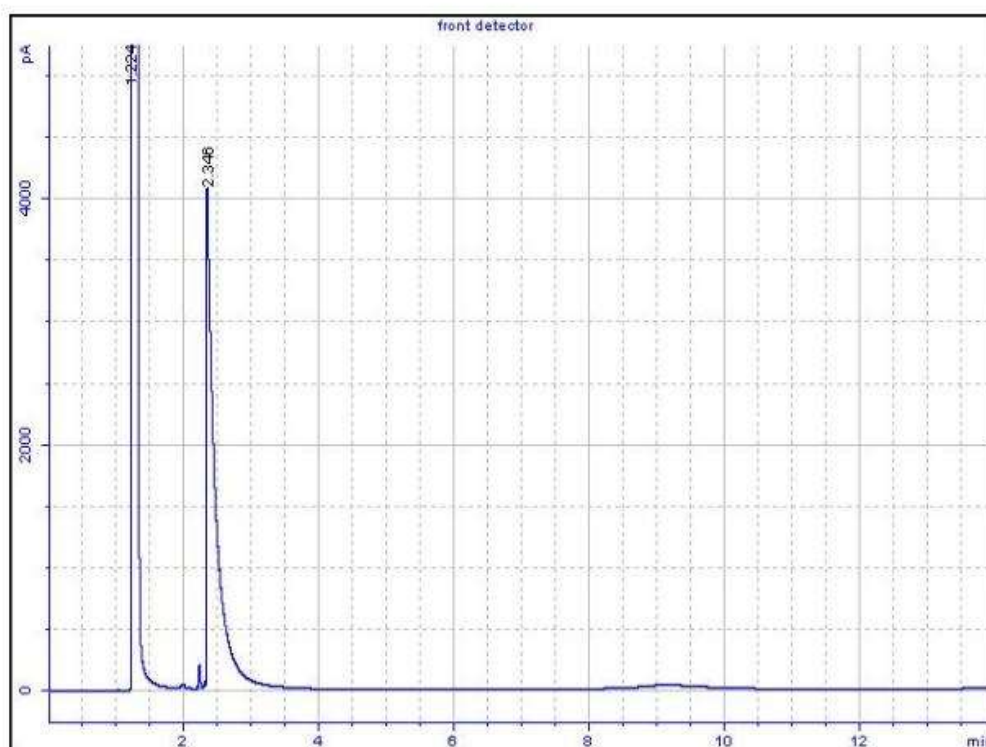
Calibration last saved: Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
 Multiplier: 1.0000
 Dilution: 1.0000
 Sample amount: 0.0000 μ L
 Sample type: Sample
 Sampling source: Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.231	BB S	0.019	1056507.98800	97.03317
1	2.338	VB S	0.089	32303.12433	2.96683

Total Area = 1088811.112

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 57
Sample note:	oki ekstrak A2 h8
Submission time:	Tuesday, August 25, 2015 9:49:01 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 25, 2015 1:15:36 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:37:27 AM



Area Percent Report

Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

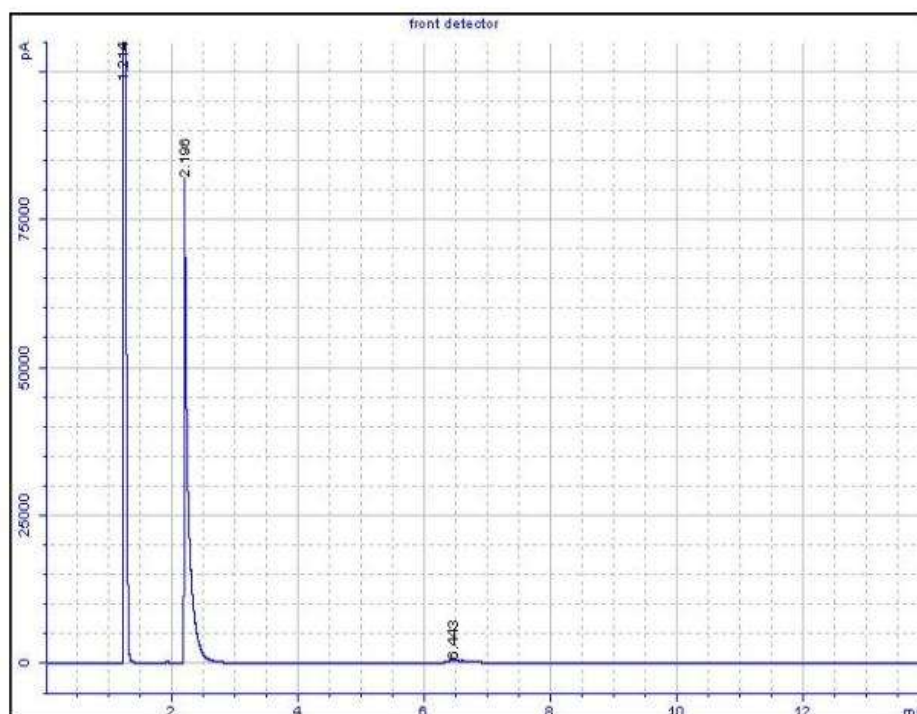
Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.224	BB S	0.022	1251089.55864	97.70359
1	2.346	VB S	0.088	29405.46408	2.29641

Total Area = 1280495.023

Variasi A3. Hari ke-0 sampai Hari ke-8

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 41
Sample note:	oki A3 h0
Submission time:	Thursday, August 06, 2015 2:32:52 PM
Operator:	
Injection date:	Thursday, August 06, 2015 3:20:37 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:26:27 AM



Area Percent Report

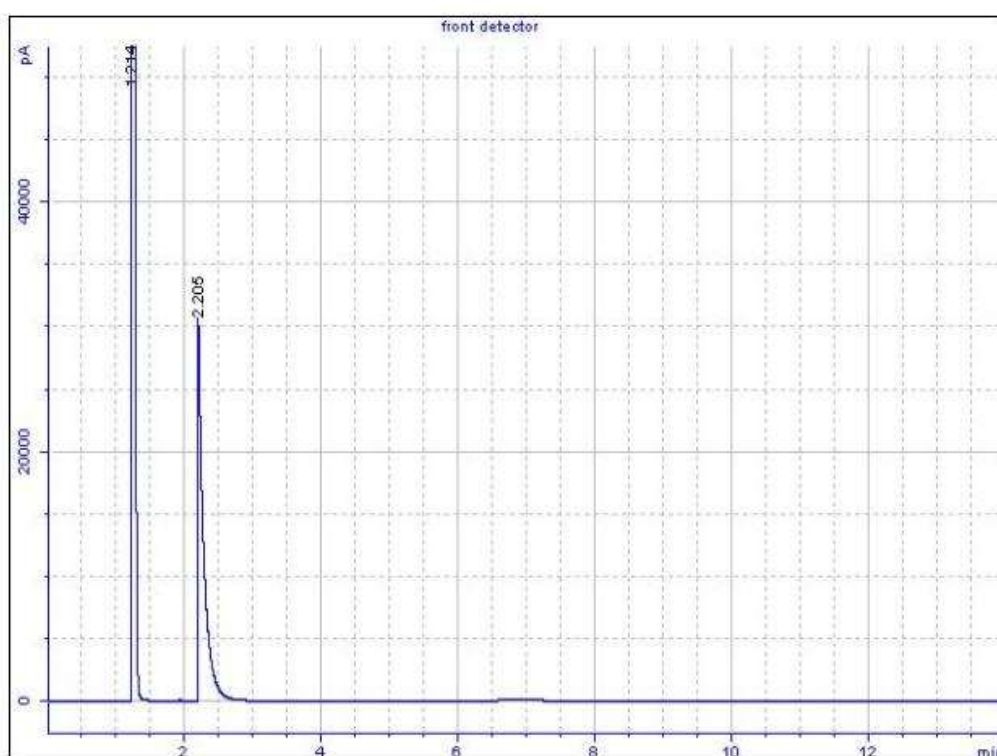
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.214	VB S	0.020	1430199.05109	80.10347
1	2.196	BB S	0.056	353665.32691	19.80831
1	6.443	BV	0.067	1575.22119	0.08823

Total Area = 1785439.599

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 46
Sample note:	oki A3 h2
Submission time:	Friday, August 07, 2015 8:09:42 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 07, 2015 8:46:20 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:29:13 AM



Area Percent Report

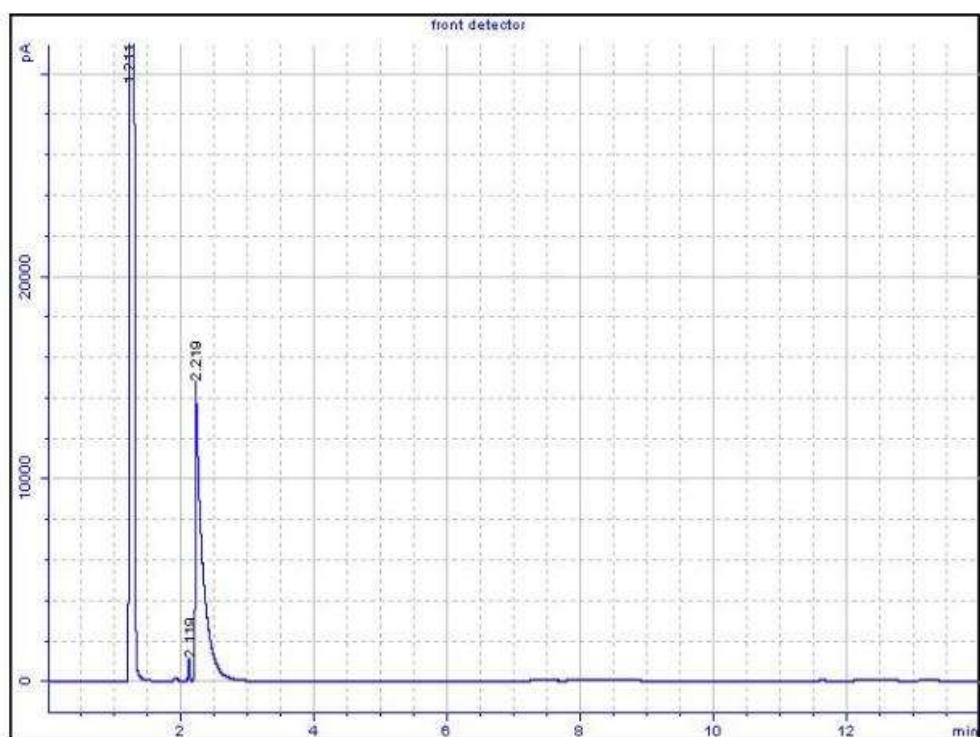
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.214	PB S	0.025	1309206.58405	89.02120
1	2.205	BB S	0.064	161461.73485	10.97880

Total Area = 1470668.319

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 47
Sample note:	oki ekstrak lemon h4 a3
Submission time:	Friday, August 14, 2015 8:26:26 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, August 14, 2015 9:43:31 AM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:29:46 AM



Area Percent Report

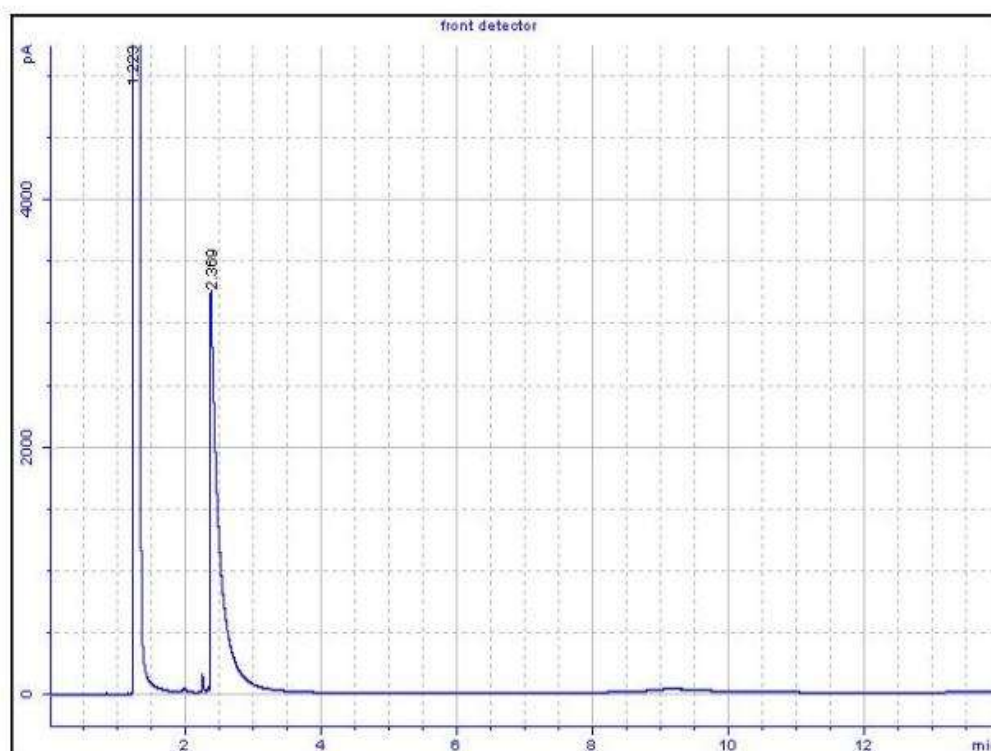
Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.211	BB S	0.027	1772034.19881	94.42960
1	2.119	VB S	0.016	1243.32642	0.06626
1	2.219	VB S	0.087	103289.01806	5.50415

Total Area = 1876566.543

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name: *Reprocessed: --SAMPLE 53
 Sample note: oki ekstrak A3 h6
 Submission time: Tuesday, August 25, 2015 8:32:30 AM
 Operator:
 Injection date: Tuesday, August 25, 2015 9:48:45 AM
 GC Description: GC1
 Signal description: FID1 A, front detector
 Method: Atsiri / minyak terbang
 Method last saved: Tuesday, September 01, 2015 10:35:42 AM



Area Percent Report

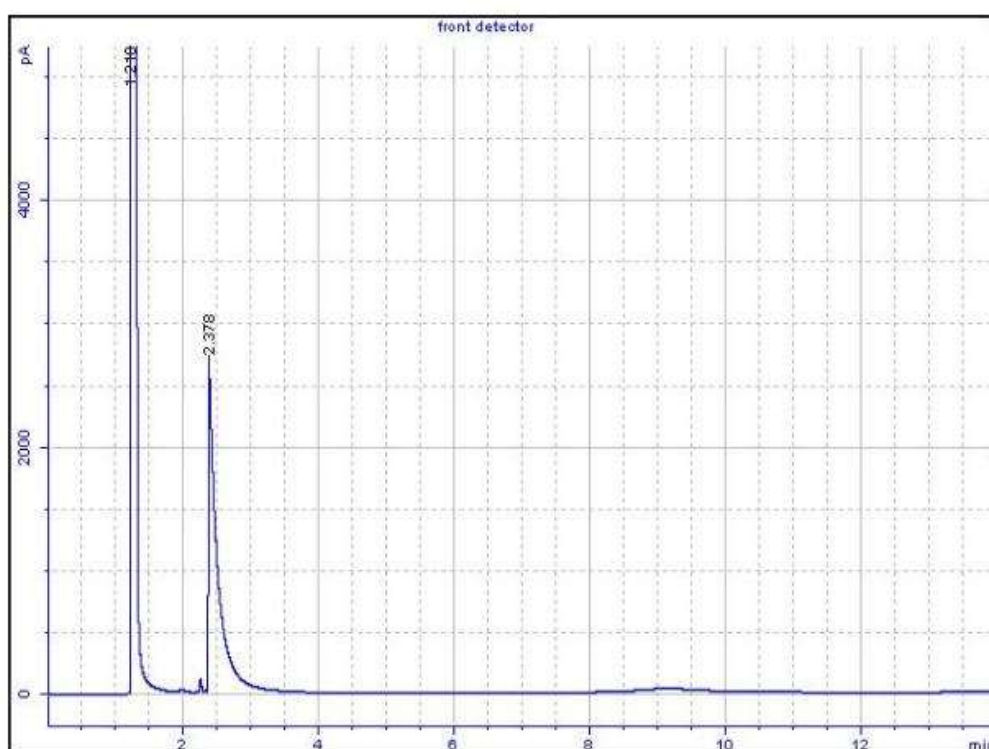
Calibration last saved: Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
 Multiplier: 1.0000
 Dilution: 1.0000
 Sample amount: 0.0000 μ L
 Sample type: Sample
 Sampling source: Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.223	PB S	0.021	1277363.49886	98.17322
1	2.369	VB S	0.090	23768.88872	1.82678

Total Area = 1301132.388

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE 56
Sample note:	oki ekstrak A3 h8
Submission time:	Tuesday, August 25, 2015 9:49:00 AM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, August 25, 2015 12:56:52 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Atsiri / minyak terbang
Method last saved:	Tuesday, September 01, 2015 10:37:03 AM



Area Percent Report

Calibration last saved:	Tuesday, April 28, 2015 2:06:02 PM
Multiplier:	1.0000
Dilution:	1.0000
Sample amount:	0.0000 μ L
Sample type:	Sample
Sampling source:	Manual

Signal	Retention Time [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %
1	1.218	PB S	0.022	1393935.28794	98.59933
1	2.378	BB S	0.091	19801.79635	1.40067

Total Area = 1413737.084