



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN

UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN

Jalan Prof. Dr. Bunyamin No. 708 Kotak Pos 115 – Purwokerto 53122

Telepon (0281) 635292, 635293, 638795 - Fax. (0281) 631737, 631802

Laman : www.unsoed.ac.id

KEPUTUSAN REKTOR UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN NOMOR 1067/UN23/HK.02/2021

TENTANG

PELAKSANA PENELITIAN SKEMA RISET TERAPAN UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN TAHUN ANGGARAN 2021

REKTOR UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN,

- Menimbang** : a. bahwa perguruan tinggi mempunyai tugas menyelenggarakan pendidikan, penelitian, dan pengabdian kepada masyarakat;
b. bahwa untuk memenuhi kualitas dan kuantitas penelitian di Universitas Jenderal Soedirman, maka perlu dilakukan penelitian secara kompetitif dan memenuhi standar mutu;
c. bahwa untuk itu perlu diangkat pelaksana Penelitian Skema Riset Terapan dengan Keputusan Rektor Universitas Jenderal Soedirman;
- Mengingat** : 1. Undang-undang RI Nomor 5 Tahun 2014 tentang Aparatur Sipil Negara;
2. Undang-undang RI Nomor 20 Tahun 2003 tentang Sistem Pendidikan Nasional;
3. Undang-undang RI Nomor 12 Tahun 2012 tentang Pendidikan Tinggi;
4. Peraturan Pemerintah RI Nomor 4 Tahun 2014 tentang Penyelenggaraan Pendidikan Tinggi dan Pengelolaan Perguruan Tinggi;
5. Keputusan Presiden Republik Indonesia Nomor 195 Tahun 1963 jo Kept. Menteri PTIP No. 153 Tahun 1963 tentang Pendirian Unsoed;
6. Peraturan Menteri Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Nomor 28 Tahun 2017 tanggal 10 April 2017 tentang Statuta Universitas Jenderal Soedirman;
7. Peraturan Menteri Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi RI Nomor 10 Tahun 2016 jo Nomor 23 Tahun 2017 tentang Organisasi dan Tata Kerja Unsoed;
8. Peraturan Menteri Keuangan RI Nomor 112/PMK.02/2020 tentang Standar Biaya Keluaran (SBK) Tahun Anggaran 2021;
9. Keputusan Menteri Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi RI Nomor 222/M/KPT.KP/2018 tanggal 30 April 2018 tentang Pemberhentian dan Pengangkatan Rektor Universitas Jenderal Soedirman Periode Tahun 2018 – 2022 ;

MEMUTUSKAN :

- Menetapkan : KEPUTUSAN REKTOR UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN TENTANG PELAKSANA PENELITIAN SKEMA RISET TERAPAN UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN TAHUN ANGGARAN 2021.
- KESATU : Menugaskan kepada dosen yang namanya tercantum dalam lampiran keputusan ini untuk melaksanakan penelitian yang judul, biaya, waktu dan tugas dalam penelitian masing-masing termaktub dalam keputusan ini selanjutnya disebut "Peneliti"
- KEDUA : Dalam melaksanakan tugasnya "Peneliti" membuat laporan dan bertanggung jawab kepada Rektor Universitas Jenderal Soedirman.
- KETIGA : Penelitian dilakukan selama 9 (Sembilan) bulan mulai 15 Maret 2021 sampai dengan 30 November 2021.
- KEEMPAT : Biaya pelaksanaan penelitian dibebankan kepada DIPA BLU LPPM Unsoed.
- KELIMA : Keputusan ini mulai berlaku pada tanggal ditetapkan.

Ditetapkan di Purwokerto
Pada Tanggal, 5 Mei 2021





KEMENTERIAN PENDIDIKAN, KEBUDAYAAN
RISET, DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN
UNIT PELAKSANA TEKNIS PERPUSTAKAAN

Jalan Prof.Dr.HR.Boenjamin 708 Kotak Pos 115 Grendeng Purwokerto 53122
Telepon (0281) 635292 (hunting), Ext, 218,228,229 Faksimile 630845
Surel : perpus@unsoed.ac.id Laman : <http://perpus.unsoed.ac.id>

SURAT KETERANGAN

Nomor : 28/UN23.24/PT.01.08/2022

Yang bertanda tangan di bawah ini, Kepala UPT Perpustakaan Universitas Jenderal Soedirman menyatakan bahwa telah menerima hasil karya tulis ilmiah berupa Laporan Penelitian Penerapan IPTEK.

Judul : DETEKSI KEMURNIAN DAN ADULTERASI MINYAK NILAM BERBASIS SISTEM PENCUMAN ELEKTRONIK (E-NOSE)

Peneliti/Tim Peneliti : Arief Sudarmaji, S.T., M.T., Ph.D
Ir. Agus Margiwiyatno, M.S., Ph.D
Susanto Budi Sulistyo, S.TP., M.Si.
Dr. Ir. Suparso, M.P

Diterima Tanggal : 23 Februari 2022



Tema: Ilmu dasar dan rekayasa keteknikan (basic science and engineering)

LAPORAN AKHIR

RISET UNGGULAN UNSOED (TERAPAN) - LANJUTAN



Deteksi Kemurnian dan Adulterasi Minyak Nilam Berbasis Sistem Penciuman Elektronik (E-Nose)

OLEH

Arief Sudarmaji, S.T., M.T., Ph.D.

Ir. Agus Margiwiyatno, MS. Ph.D.

Susanto Budi Sulistyo, S.TP., M.Si., Ph.D.

Dr.Ir. Saparso, MP.

**LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT
UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN
PURWOKERTO
2021**

HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR

Riset Unggulan Unsoed (Terapan) - Lanjutan

Judul	:	Deteksi Kemurnian dan Adulterasi Minyak Nilam Berbasis Sistem Penciuman Elektronik (E-Nose)
Ketua		
Nama Lengkap dan Gelar	:	Arief Sudarmaji, S.T., M.T., Ph.D.
Jenis Kelamin	:	Laki-Laki
NIP	:	197705012006041002
Fakultas	:	FAKULTAS PERTANIAN
Anggota		
Jumlah Anggota	:	3 orang
Nama Anggota	:	1. Ir. Agus Margiwyatno, MS. Ph.D. 2. Susanto Budi Sulistyo, S.TP., M.Si., Ph.D. 3. Dr.Ir. Saparso, MP.
Lokasi Penelitian	:	FAKULTAS PERTANIAN
Lama Penelitian	:	8.00 bulan
Biaya yang Diajukan	:	45.000.000

Purwokerto, 03-12-2021

Mengetahui,
Pimpinan Unit



Dr.Ir. Anisur Rosyad MS.
NIP 195810271985111001

Mengetahui,
Ketua LPPM



Prof. Dr. Rifda Naufalin, MS
NIP 197011211995122001

Ketua



Arief Sudarmaji S.T., M.T.,
Ph.D.
NIP 197705012006041002

Deteksi Kemurnian dan Adulterasi Minyak Nilam Berbasis Sistem Penciuman Elektronik (*E-Nose*)

Ringkasan

Minyak Nilam merupakan komoditas potensial ekspor dan unggulan Kabupaten Banyumas yang memiliki nilai ekonomis tinggi. Sayangnya UKM pengepul seiring mengalami kerugian akibat adulterasi (pengoplosan). Pengepul kesulitan untuk mengetahui kualitas dan kemurnian Minyak Nilam yang diperoleh saat dijual ke industri besar. Ketersediaan piranti pengukur kadar kemurnian dan penduga pengoplosan pada Minyak Nilam untuk skala UKM menjadi penting. Penelitian ditujukan untuk merespon kebutuhan tersebut dengan memanfaatkan **beragam sensor gas** sebagai pengindera yang dikonstruksi dalam **Sistem Penciuman Elektronik (*e-Nose*)** untuk mengidentifikasi kemurnian dan keberadaan zat pengoplos pada Minyak Nilam.

Sistem e-Nose Minyak Nilam telah dikembangkan yang menggunakan deret **9 sensor gas MOS** yang beroperasi pada mode dinamis dengan teknik *Temperature Modulation-SDP*. Luaran deret sensor diakuisisi menggunakan piranti berbasis PSoC CY8C28445-24PVXI. Sistem diujikan untuk mengukur/membedakan aroma Minyak Nilam yang tercampur (5 macam). Hasil menunjukkan pengukuran optimum pada *Temperature Modulation-SDP* dengan frekuensi 0,25 Hz. Dengan analisa PCA, sistem mampu membedakan antara Minyak Nilam murni dengan Minyak Nilam yang tercampur. Namun masih ada kesalahan identifikasi untuk mengenali jenis pencampur dan kadarnya.

Pada Tahun 2 telah diujikan jenis Adulterasi minyak nilam dengan pencampur minyak kemiri dan metode pengenal ciri dengan mengimplementasikan sistem dan teknik yang telah dibangun. Diujikan pula jenis sensor gas lain, yaitu sensor *Micro-Electro-Mechanical Systems* (MEMS) dan *Non Dispersive Infrared Detector* (NDIR). Penelitian dilakukan dengan metode pengembangan dan eksperimen dalam 8 Bulan di Laboratorium Teknologi Pertanian Unsoed. Pada masing-masing klasifikasi, **perlakuan** yang diujikan antara lain: kadar Minyak Nilam murni (4 kadar), jenis zat pengoplos (3 jenis), dan kadar zat pengoplos (3 kadar). **Variabel** yang diamati antara lain: (1) luaran deret sensor gas (saat mengukur gas referensi dan saat mengukur Minyak Nilam), dan (2) parameter mutu Minyak Nilam (kadar komponen utama, kadar pengotor, indeks bias, *density*, kelarutan dalam alkohol, dan warna). Respon, sensitivitas, dan selektifitas tiap sensor gas terhadap parameter mutunya ditentukan dengan **analisa** grafik, boxplot, dan *Principle Component* (PCA) untuk menentukan sensor-sensor yang optimum. Sedangkan unit **pengenal ciri dalam e-Nose** yang diujikan untuk memperoleh yang terbaik dalam mengidentifikasi kualitas dan adulterasi Minyak Nilam antara lain: *Linear Discriminant Analysis* (LDA), dan *Neural Network*.

Hasil menunjukkan sensor gas yang diujikan mampu membedakan antara jenis Minyak Nilam dengan pencampurnya, mampu mengenali Minyak Nilam yang tidak tercampur (murni) dengan Minyak Nilam tercampur. Prosentasi yang dapat dibedakan adalah 5%, 10%, 15%, dan 20%. Namun untuk mengenali kelompok prosentase masing-masing masih terdapat miss-klasifikasi. Diperoleh pula 6 sensor gas yang terpilih dan memiliki signifikansi yang tinggi untuk mendeteksi adulterasi pada Minyak Nilam.

Kata Kunci: Minyak Nilam, Adulterasi, Pengoplosan, Sensor Gas, e-Nose.

PRAKATA

Puji syukur terpanjatkan kepada Allah SWT, tuhan semesta alam yang mengatur kehidupan dengan bijaksana. Atas karunia nikmat-Nya sehingga peneliti dapat menyelesaikan dan menyusun Laporan penelitian untuk Skim Riset Terapan Unggulan BLU Unsoed Tahun 2020 yang berjudul “Deteksi Kemurnian dan Adulterasi Minyak Nilam Berbasis Sistem Penciuman Elektronik (*E-Nose*)” dengan baik.

Tujuan dari penyusunan penelitian ini adalah dalam rangka memberikan gambaran mengenai pengukuran secara cepat, mudah, dan memadai profil volatil Minyak Nilam menggunakan deret sensor *chemoresistive* yang dibangun menggunakan metode pengukuran statis untuk mendekripsi zat pencampur dalam Minyak Nilam. Ketersediaan piranti pendekripsi kemurnian Minyak Nilam untuk skala UKM menjadi vital agar dapat petani atau pengepul tidak mengalami kerugian akibat praktik pencampuran/pengoplosan.

Diluar itu, penulis sebagai manusia biasa menyadari sepenuhnya bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan makalah ini, baik dari segi tata bahasa, susunan kalimat maupun isi. Oleh sebab itu dengan segala kerendahan hati, penyusun menerima segala kritik dan saran yang membangun dari pembaca.

Demikian yang dapat disampaikan, semoga laporan ini dapat menambah khazanah ilmu pengetahuan dan memberikan manfaat nyata untuk masyarakat luas.

Purwokerto, 26 November 2021

Penyusun

DAFTAR ISI

Ringkasan.....	1
PRAKATA.....	2
DAFTAR ISI.....	3
DAFTAR GAMBAR.....	5
DAFTAR TABEL.....	6
BAB 1. PENDAHULUAN.....	7
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	10
2.1 Minyak Nilam: Kandungan senyawa volatil dan atribut mutunya.....	10
2.2 Adulterasi Minyak Nilam.....	11
2.3 Deteksi senyawa volatil menggunakan Sensor Gas MOS.	12
Gas Sensor MOS: Mekanisme dan <i>Modelling</i>	12
Deteksi senyawa Volatil pada Gas Sensor MOS.	13
2.4 Pengukuran minyak atsiri berbasis Sensor Gas.....	14
BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	16
3.1 Tujuan Penelitian.....	16
3.2 Manfaat Penelitian.....	17
BAB 4. METODE PENELITIAN.....	18
4.1 <i>Roadmap</i> Penelitian.....	18
4.2 Waktu dan Tempat Penelitian.	19
4.3 Tahapan Penelitian.	19
BAB 5. HASIL YANG DICAPAI	25
5.1 Capaian kegiatan.	25
5.2 Identifikasi Adulterasi Minyak Nilam dengan Minyak Kemiri dengan Berbagai Campuran	25
5.2.1 Sinyal Temperature Modulation-Specified Detection Point (TM-SDP).	27
5.3 Pengukuran Sampel Minyak Cengkeh dan Minyak Nilam dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS).....	28
5.4 Respons Sensor gas MOS pada berbagai sinyal Modulasi untuk Minyak Nilam.....	29
5.5 Pengujian selektifitas deret 6 sensor gas MOS terpilih untuk membedakan minyak nilam.	31

5.6	Performasi menggunakan Metode Analisis Diskriminant	32
BAB 6.	KESIMPULAN DAN SARAN.....	40
6.1	Kesimpulan.....	40
6.2	Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA	41	
LAMPIRAN.....	44	
LAMPIRAN A.	Sertifikat Pembicara “ <i>International Symposium on Food and Agro-biodiversity (ISFA) 2021</i> ”	45
LAMPIRAN B.	LOA Seminar Internasional Fakultas Pertanian SFU 2021”	46
LAMPIRAN C.	Surat Keterangan in-Review artikel di AIP Publishing”.....	47
LAMPIRAN D.	Artikel in-Review di AIP Publishing”	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.Kromatogram GC minyak nilam Indonesia (asal Jawa, Sulawesi, Sumatra)	11
Gambar 2.2. Struktur senyawa Patchoulol.....	11
Gambar 2.3. Mekanisme <i>ionosorption</i> untuk interksi lapisan <i>grain bulk</i> semikonduktor dengan atmosferik O ₂ saat (a) sebelum dan (b) sesudah paparan gas pereduksi CO (Wang <i>et al.</i> , 2010).	12
Gambar 2.4. Diagram tipikal sistem <i>e-nose</i> untuk pengukuran senyawa volatil.....	15
Gambar 4.1. Peta jalan penelitian.	19
Gambar 4.2. Sistem pengukuran aroma Minyak Nilam.	20
Gambar 4.3. Sistem pengukuran aroma Minyak Nilam berbasis sensor MEMS dan NDIR.....	21
Gambar 4.4. Tahapan satu siklus pengukuran profil volatil Minyak Nilam.	22
Gambar 5.1. Sistem pengukuran volatil Minyak Nilam.	26
Gambar 5.2. Tampilan antarmuka program untuk akuisisi luaran profil volatil Minyak Nilam..	26
Gambar 5.3. Konfigurasi PSoC CY8C28445-24PVXI dalam PoSC designer 5.4.	27
Gambar 5.4. Sinyal TM-SDP pada MOS dengan frekuensi 0.25 Hz duty cycle 25%, 50% dan 75%, dimana: VH (orange)= 2V/div; VC (biru) =5V/div ; SDP (ungu) =5V/div ; Time-Div= 1s.	28
Gambar 5.5. <i>Headspace</i> Sampel Minyak Nilam.	28
Gambar 5.6. Sampel Minyak Nilam.	28
Gambar 5.7. Luaran GC-MS untuk minyak nilam dengan kadar Patchouli 29,52%.....	29
Gambar 5.8. Respon sensor gas MOS terhadap aroma minyak nilam.....	30
Gambar 5.9. Respon sensor gas MOS terhadap aroma minyak nilam modulasi 0.25 hz	31
Gambar 5.10. Plot PCA 6 sensor gas MOS terpilih dalam membedakan minyak nilam	32

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Standar Mutu Minyak Nilam [6].	10
Tabel 2.2. Beberapa bahan kalalis logam pada bahan dasar metal oksida, khususnya SnO ₂ yang sensitif terhadap senyawa volatil alkohol [34].....	14
Tabel 4.1. Ragam sensor gas MOS untuk menangkap aroma Minyak Nilam.....	20
Tabel 4.2. Sensor gas MEMS dan NDIR untuk menangkap aroma dari Minyak Nilam.....	21
Tabel 5.1. Capaian kegiatan penelitian.	25
Tabel 5.2. Kadar Patchouli pada sampel minyak nilam.....	29
Tabel 5.3. Kadar Klasifikasi Nilam	33
Tabel 5.4. Klasifikasi kadar minyak nilam murni, minyak kemiri murni.....	33
Tabel 5.5. Klasifikasi kadar minyak nilam tanpa modulasi (campuran 10%, 15%, dan 20%)....	34
Tabel 5.6. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 0,25 Hz.....	35
Tabel 5.7. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 0,25 Hz.....	36
Tabel 5.8. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 1 Hz.....	37
Tabel 5.9. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 1 Hz.....	38
Tabel 5.10. Perbandingan Hasil Akurasi Tiap Perlakuan	39

BAB 1. PENDAHULUAN

Peluang bisnis minyak atsiri di Indonesia masih sangat luas dan terbuka lebar. Dari 300an jenis minyak atsiri di dunia, baru sekitar 40 jenis yang sudah dikembangkan. Minyak Nilam dan Minyak cengkeh merupakan minyak atsiri komoditas ekspor yang tinggi permintaanya [1]. Saat ini total ekspor minyak atsiri Indonesia sekitar 300 juta dolar per tahun dengan nilai ekspor minyak nilam tercatat 1.500 ton per tahun [2].

Khusus minyak nilam, komoditas ini merupakan komoditas ekspor potensial dan unggulan dimana Indonesia menjadi pemasok utama kebutuhan pasar internasional [2], [3]. Data Dewan Atsiri Indonesia (DAI) menyebutkan suplai minyak nilam dari Indonesia mencapai 90% disusul minyak pala sekitar 80% dan minyak daun cengkeh kisaran 70% ke pasaran dunia [2]. Nilai ekonomis minyak nilam juga tinggi. Harga jual minyak nilam pada Maret 2019 tembus Rp 600.000/kg dari sebelumnya Desember 2018, Rp 400.000/kg. Sejak awal tahun ini harga jual hasil produksi terus mengalami kenaikan. Harga tertinggi minyak nilam pernah mencapai Rp 1 juta/kg [4].

Di wilayah Kabupaten Banyumas, menurut Dinperindagkop (2013) tercaatat lebih dari 25 Usaha Kecil Menengah (UKM) yang bergerak dalam pengolahan minyak nilam dan cengkeh [5]. Hampir seluruh produk mereka disetor ke UKM pengepul untuk selanjutnya dijual ke industri pengolahan besar yang juga berada di Kabupaten Banyumas. Sayangnya, kualitas minyak nilam yang dijual masih banyak yang di bawah standar mutu yang berlaku sehingga harganya menjadi rendah. Menurut Kartam, pemilik UD. Sumber Urip di Kabupaten Banyumas, kadar *Patchouli alcohol* Minyak Nilam yang dihasilkan petani sekitar 30%, bahkan dibawahnya. SNI kandungan minimal *Patchouli alcohol* dalam Minyak Nilam adalah 30% [6].

Selain penggunaan alat penyulingan yang masih tradisional, penyebab lainnya adalah adanya pengoplosan (adulterasi). Tingginya permintaan dan nilai ekonomis minyak nilam menyebabkan banyak terjadinya kecurangan, berupa pengoplosan, di tingkat UKM pengepul yang dilakukan oleh petani UKM kecil. Pengoplosan biasanya dengan mencampur minyak lain yang lebih murah dan mirip dengan minyak nilam [7]. Petani suka mencampur minyak nilam dengan minyak sayur sawit atau minyak biosolar. UKM pengepul merasa kesulitan untuk mengetahui kualitas kemurnian dan mengindikasi minyak nilam teroplos. UKM pengepul

mengalami kerugian akibat adulterasi (pengoplosan) Minyak Nilam. Kendala yang dihadapi adalah tidak adanya alat ukur untuk mengetahui kualitas hasil penyulingan dan pendekripsi keberadaan zat pengoplos. Oleh karena itu ketersediaan alat pendekripsi kemurnian (kadar *Patchouli alcohol*) dan adulterasi Minyak Nilam untuk skala UKM menjadi vital.

Saat ini, penentuan kadar *Patchouli* dan komponen lainnya Minyak Nilam secara akurat dan banyak dipakai oleh industri Minyak Nilam adalah menggunakan metoda Gas Cromatography-Mass Spectrometry [3]. Namun metoda tersebut tidak mungkin digunakan oleh UKM karena kompleksitas penggunaan dan harga pirantinya sangat mahal. Dan penggunaan alat ukur berat jenis semata jelas tidak dapat untuk menduga keberadaan pengotor/pengoplos pada Minyak Nilam. Oleh karena itu, perlu upaya pengembangan alat ukur yang memadai untuk level UKM.

Salah satu teknik potensial untuk mengukur Minyak Nilam adalah berdasarkan aroma dengan prinsip penciuman elektronik (*e-Nose*) yang memanfaatkan deret sensor gas sebagai pengidera. Beberapa studi yang telah memanfaatkan deret gas sensor MOS, diantaranya Kim et al. (2013) membedakan minyak atsiri yang berasal dari jeruk manis, bunga kamomil, dan bunga melati [8]. Gorji-chakespari et al. (2016) mendekksi dan mengklasifikasi ragam minyak *Rosa Damascena* dalam tiga kategori [9]. Dengan demikian melalui pengukuran aroma menggunakan deret sensor dan dengan algoritma pengenalan ciri (dikenal sebagai penciuman elektronik) diyakini dapat untuk mendekksi kemurnian dan keberadaan zat pengoplos pada Minyak Nilam.

Sifat sensor gas pada *e-Nose* pada umumnya secara individual tidak spesifik terhadap satu senyawa saja melainkan bersifat *cross-sensitivity* dalam merespon senyawa yang berbeda [10]. Satu teknik yang telah lama diteliti dan berhasil untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas MOS adalah *Temperature Modulation* [11]–[15]. Teknik ini kemudian dikembangkan lebih lanjut oleh **Sudarmaji & Kitagawa** (2015) yang dikenal dengan *Temperature Modulation with Specified Detection Point (Temperature Modulation-SDP)* [16]. **Sudarmaji** et al. (2018) menggunakan teknik tersebut untuk mengukur volatil dan dapat membedakan dengan jelas antara Minyak Nilam dengan Minyak Cengkeh [17], selanjutnya Margiwiyatno & **Sudarmaji** (2020) memprediksi kandungan eugenol menggunakan metode PCA dan SVM [18].

Pada penelitian di Tahun 1, telah dikonstruksi sistem pengukuran gas dan senyawa volatil Minyak Nilam menggunakan deret sensor gas MOS (Seri TGS, MQ, dan FIS). Deret sensor tersebut dioperasikan dalam mode dinamis dengan teknik *Temperature Modulation-SDP*. Luaran deret sensor diakuisisi ke sebuah PC menggunakan piranti berbasis PSoC CY8C28445-24PVXI.

Sistem diujikan untuk mengukur/membedakan aroma Minyak Nilam yang tercampur (3 jenis pencampur dan 2 persetase pencampur). Hasil menunjukkan pengukuran optimum pada *Temperature Modulation-SDP* dengan frekuensi 0,25 Hz. Dengan analisa PCA, sistem mampu membedakan antara Minyak Nilam murni dengan Minyak Nilam yang tercampur. Namun, masih ada kesalahan identifikasi untuk mengenali jenis pencampur dan kadarnya. Dari kesembilan sensor yang diujikan hanya sensor MQ-5 yang paling kurang sensitif untuk membedakan macam Minyak Nilam tercampur [19].

Seiring perkembangan teknologi sensor gas, dua teknologi yang saat ini banyak dikembangkan dengan beragam target gas adalah *Micro-Electro-Mechanical Systems* (MEMS) dan *Non Dispersive Infrared Detector* (NDIR). MEMS merupakan gas sensor multi sensitif, kecil, dan kompak yang dapat mengindera beberapa gas analit dalam satu keeping/kemasan. MiCS merupakan salah satu sensor gas MEMS dengan prinsip MOS yang memiliki banyak seri untuk beragam gas target. Sedangkan NDIR yang merupakan sensor gas dengan prinsip absorpsi sinar infra merah oleh molekul gas memiliki kelebihan rendah energi, dan memiliki sensitifitas tinggi untuk gas spesifik/tertentu[20].

Tujuan Penelitian

Secara umum tujuan penelitian adalah merancang bangun sistem *e-Nose* untuk mengetahui karakteristik ‘sidik jari’ profil luaran deret sensor gas (MEMS dan NDIR) pada beragam perlakuan/pengujian Minyak Nilam sehingga dihasilkan piranti pendekripsi kemurnian dan adulterasi pada Minyak Nilam untuk skala UKM yang cepat dan memadai.

Tujuan Khusus Penelitian.

Tahun II:

- a. Merancang bangun deret sensor gas MEMS dan NDIR yang menggunakan sistem akuisisi dari sistem *e-Nose* yang telah diperoleh Tahun 1 untuk mendapatkan profil volatil Minyak Nilam.
- b. Menentukan deret sensor MEMS dan NDIR yang memiliki selektifitas dan sensitivitas tinggi dalam membedakan kadar Minyak Nilam dan bahan serta pengoplosnya.
- c. Mendapatkan model/persamaan untuk menentukan nilai parameter kualitas Minyak Nilam dari deret sensor gas MEMS dan NDIR terpilih.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Nilam: Kandungan senyawa volatil dan atribut mutunya.

Minyak atsiri, yang juga dikenal dengan minyak volatil atau minyak eteris, merupakan minyak nabati yang dihasilkan dari proses metabolisme dalam tanaman yang terbentuk karena reaksi berbagai senyawa kimia dan air. Minyak atsiri bersifat mudah menguap pada suhu kamar tanpa mengalami dekomposisi dan mudah larut dalam pelarut organik seperti alkohol, eter, petroleum, benzene, namun tidak larut dalam air. Sifat lainnya antara lain mempunyai rasa getir, berbau wangi sesuai dengan bau tanaman penghasilnya, yang diambil dari bagian-bagian tanaman seperti daun, buah, biji, bunga, rimpang, kulit kayu [21].

Komponen utama dan yang menimbulkan bau dominan dari Minyak Nilam ditentukan oleh senyawa *Patchouli Alcohol* [22]. Karakteristik fisika-kimia yang dijadikan sebagai atribut mutu dalam minyak atsiri antara lain: aroma, warna, bobot jenis, indeks bias, putaran optis, kelarutan dalam alkohol, bilangan asam, dan bilangan ester. Tabel 2.1 menunjukkan Standar Nasional Indonesia (SNI) Minyak Nilam yang berasal dari daunnya. Sedangkan faktor-faktor yang dapat mempengaruhi mutu minyak atsiri diantaranya kondisi bahan baku yang dipengaruhi penanganan pra hingga pasca panen, peralatan dan metode penyulingan, serta cara penyimpanan produk [3].

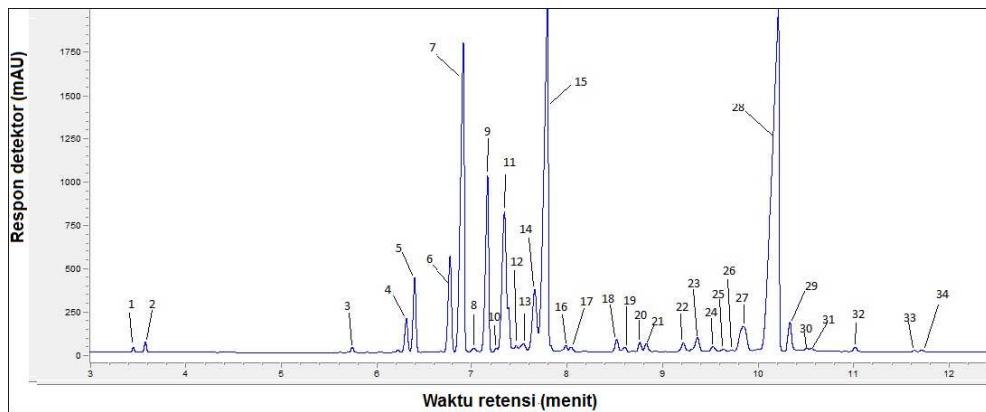
Tabel 2.1. Standar Mutu Minyak Nilam [6].

No	Parameter	Minyak Nilam (SNI 06-2385-2006)
1.	Warna	Kuning muda–coklat kemerahan
2.	Bobot Jenis	0,950 – 0,975 (25°C / 25°C)
3.	Indeks bias ($n_{D_{20}}$)	1,507 – 1,515
4.	Kelarutan dalam etanol	1 :10 jernih (etanol 90%)
5.	Komponen utama	Patchouli alcohol Min. 30%
6.	Beta caryophillene	NA
7.	Alpha copaene ($C_{15}H_{24}$)	Maks. 0,5%

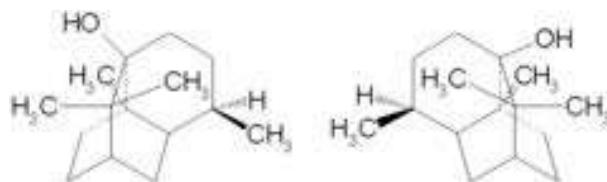
A. Minyak Nilam (*Patchouli oil*).

Patchouli alcohol ($C_{15}H_{26}O$) merupakan komponen aktif utama dan yang menentukan aroma dari minyak nilam. Zat ini adalah salah satu bahan baku dalam industri parfum dan insektisida. Karakter odor dari minyak nilam yaitu adalah *woody* dan *balsamic*. Minyak nilam merupakan salah satu jenis minyak atsiri yang tidak dapat digantikan menggunakan bahan sintetis [23]. Selain patchouli alcohol, komponen utama lainnya

diantaranya *alpha guaiene*, *seychellene*, *alpha patchouelene* dan *alpha bulnesene*. Tipikal ada 30 komponen senyawa volatil yang teridentifikasi pada minyak nilam menggunakan analisa GC-MS, seperti terlihat dalam Gambar 2.1 [24]. Gambar 2.2 menperlihatkan struktur senyawa eugenol dan patchouli alcohol pada minyak cengkeh dan nilam.



Gambar 2.1.Kromatogram GC minyak nilam Indonesia (asal Jawa, Sulawesi, Sumatra)



Gambar 2.2. Struktur senyawa Patchoulol.

2.2 Adulterasi Minyak Nilam.

Adulterasi atau pengoplosan adalah pencampuran dengan menambahkan bahan-bahan lain dengan maksud tertentu. Adulterasi sering dilakukan untuk menambah berat dari bahan murni maupun untuk menghemat ongkos produksi. Menurut Schmidt and Wanner, (2016), pemalsuan dalam perdagangan minyak atsiri telah dilakukan dari jaman dahulu, yaitu dengan cara menambahkan bahan-bahan asing kedalam minyak atsiri dengan maksud menambah volume, berat minyak atau memenuhi persyaratannya.

Penambahan minyak yang lebih murah dalam minyak atsiri dengan tujuan menambah volume minyak banyak dilakukan dalam perdagangan minyak nilam. Adulterasi minyak nilam yang sering terjadi adalah dengan dicampur dengan gurjan balsam, minyak sayur dan minyak kayu cedar, minyak lada, dan minyak kapur barus putih. Pendekslian zat adulterasi pada Minyak Nilam dilakukan dengan metode GC-MS [25]–[27]

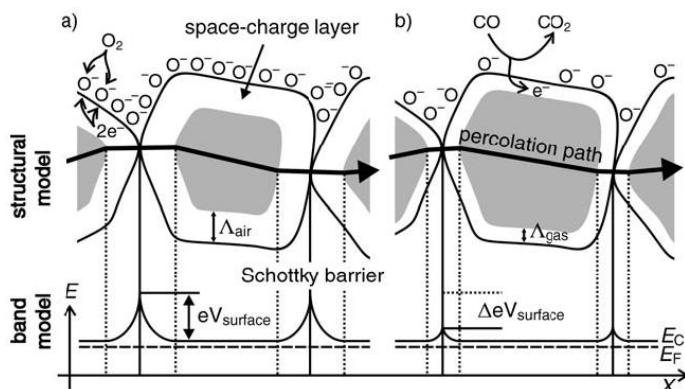
Di Indonesia zat pengoplos/pemalsuan yang sering dilakukan adalah menambahkan minyak sayur/kelapa, karena minyak ini dapat bercampur sempurna dengan minyak nilam, harganya murah, mudah didapat dan relatif tidak menimbulkan bau (Ma'mun, 2003). Penambahan minyak sayur kedalam minyak nilam akan memperbesar bilangan ester dan kelarutan dalam alkohol. Selain itu Ma'mun (2003) juga menemukan zat pengoplos lain dalam Minyak Nilam seperti minyak tanah, minyak keruing, terpentin, dan pelarut organik.

2.3 Deteksi senyawa volatil menggunakan Sensor Gas MOS.

Gas Sensor MOS: Mekanisme dan *Modelling*

Sensor gas MOS (*Metal Oxide Semiconductor*), yang dikategorikan sebagai sensor *chemoresistive* (perubahan nilai resistansi secara kimiawi saat mendekati keberadaan target), pada dasarnya terbentuk dari dioksida logam yang di-sinter pada suhu tinggi sehingga terbentuk sebuah semikonduktor. Bahan semikonduktor yang dihasilkan ini mempunyai porositas yang tinggi sehingga molekul-molekul gas dapat dengan mudah melaluinya [28].

Prinsip kerja secara umum adalah berubahnya nilai konduktifitas/resistansi saat adanya gas-gas reduksi disekitar sensor. Mekanisme *ionosorption* mengguakan pendekatan *phenomenological*, yang telah diterima secara luas [28]. Mekanisme ini dapat digambarkan dalam struktural dan pita *band* sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 2.3.

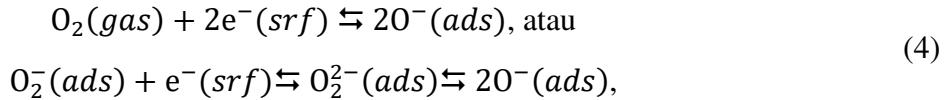
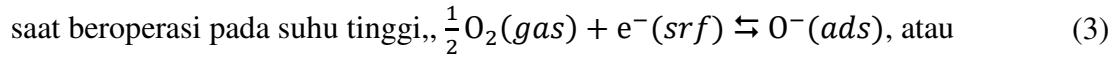
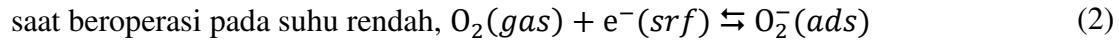


Gambar 2.3. Mekanisme *ionosorption* untuk interaksi lapisan *grain bulk* semikonduktor dengan atmosferik O_2 saat (a) sebelum dan (b) sesudah paparan gas pereduksi CO (Wang *et al.*, 2010).

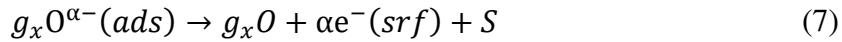
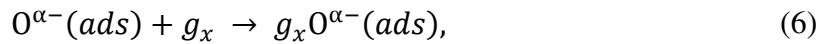
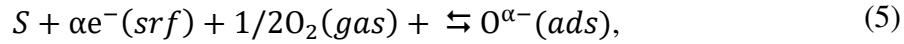
Perubahan resistansi sensor pada lapisan *film* tipis sensor akibat terjadinya adsopsi molekul-molekul oksigen/gas pada permukaan semikonduktor saat dikenai/dipanasi pada suhu tinggi. Pada kisaran suhu antara 150°C and 400°C, oksigen di sekitar lapisan permukaan akan terabsorsi menjadi ion (O_2^- atau O^- , tergantung suhu kerja sensor) dengan mengikat elektron dari *bulk*

semikonduktor sehingga membentuk *potential barrier* pada *grain boundaries* yang mengakibatkan meningkatnya nilai resistansi sensor (pada semikonduktor tipe-n) [28], [30]. Kemudian saat sensor dikenai suatu gas pereduksi, gas pereduksi akan teroksidasi oleh ion (O^-) dan melepas elektron ke *bulk* semikonduktor. Sejalan dengan berkurangnya jumlah ion pada permukaan dan penambahan elektron mengakibatkan *potentisal barrier* antara dua grain menurun (dengan kata lain resistansinya menurun). Sehingga elektron akan mudah melewati celah antar *grains* dalam lapisan semikonduktor.

Dan untuk model proses *ionosorption* dapat dijabarkan dalam persamaan 1 sampai 7 sebagai berikut [28], [31]:



Selanjutnya model yang menggambarkan respon semikonduktor terhadap komposisi molekul gas saat sensor beropearsi pada suhu tinggi ditunjukkan dalam persamaan 5 sampai 7, sebagaimana dijabarkan oleh Nakata, Hashimoto, & Okunishi (2002) dan Nakata *et al.* (2006).



dimana S = permukaan daerah adsopsi, e^- = eletron bebas, ($\alpha, \beta = 1$ or 2) = oksgen terabsorpsi, $O(\text{sub})$ = atom gas oksigen yang teraktivasi karena pemanasan pada sensor, g_x is sampel gas dalam fase *bulk* atau, $g_x O_{ad}^{m-} = g_x$ yang teradsopsi pada permukaan sensor.

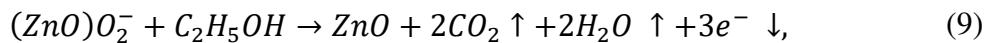
Deteksi senyawa Volatil pada Gas Sensor MOS.

Secara intrinsik, dua hal yang menentukan performansi sensitifitas suatu gas sensor MOS terhadap suatu target gas adalah bahan metal oksida dan logam katalis tambahan (*catalytic metal additives*) pada metal oksida. Selektivitas gas cenderung dipengaruhi oleh jenis dan komposisi katalisnya, seperti beberapa contoh yang dirangkum oleh Yamazoe *et al.* (2003) dalam Tabel 2.2.

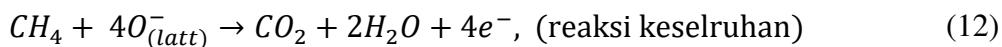
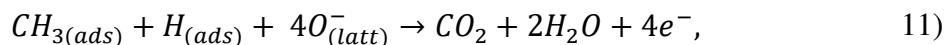
Tabel 2.2. Beberapa bahan katalis logam pada bahan dasar metal oksida, khususnya SnO₂ yang sensitif terhadap senyawa volatil alkohol [34].

Bahan Oksida	Jenis Katalis	Target	Konsentrasi
SnO ₂	Ag (3 wt%)	H ₂ , C ₃ H ₈	100–5000 ppm
SnO ₂	ZnO (3 at%)	H ₂ S, CH ₃ SH	10 ppb–10 ppm
SnO ₂	La ₂ O ₃ (5 wt%)	C ₂ H ₅ OH	100–1000 ppm
Pd–SnO ₂ –Sb	SiO ₂ coating	H ₂	100 ppm
SnO ₂	0.5Pt–Al ₂ O ₃ coating	C ₃ H ₈	5000 ppm

Dalam deteksi senyawa alkohol, seperti ethanol (C₂H₅OH), Ketika bahan dasar semikonduktor pada sensor MOS adalah tipe-n (seperti ZnO), maka konduktifitas pada permukaan semikonduktor akan meningkat berdasarkan reaksi yang ditunjukkan dalam persamaan 8 dan 9.



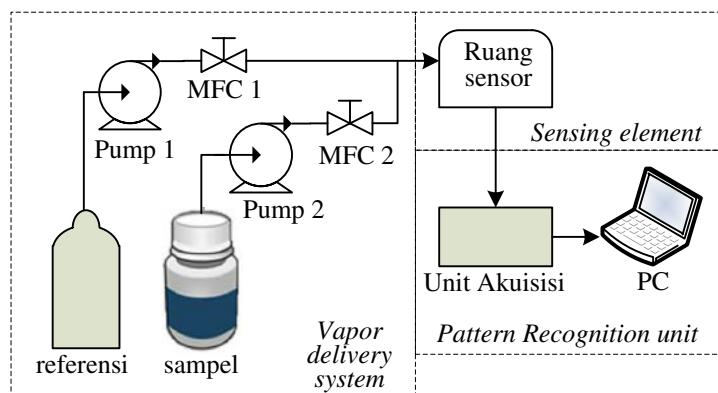
Contoh lain, dalam deteksi gas CH₄, Quaranta *et al.* (1999) melaporkan bahwa selektivitas dan sensitivitas sensor berbasis SnO₂ terhadap gas CH₄ dapat ditingkatkan dengan menggunakan filter SiO₂, Al₂O₃ mengandung katalis logam mulia dan/atau dengan menambahkan beberapa dopan Pd, Pt, Rh ke logam oksida. Pada mekanisme deteksi gas CH₄, selain melibatkan reaksi oksidasi antara metana dengan oksigen yang teradsorsi namun juga melibatkan dengan oksigen *lattice* terutama pada suhu tinggi, menghasilkan CO₂ dan H₂O melalui CH_n atau CH_nO (0 < n < 4) pada tahapan *intermediate*-nya, seperti ditunjukkan pada persamaan 10, 11, dan 12 [36].



2.4 Pengukuran minyak atsiri berbasis Sensor Gas.

Metode yang menjanjikan dan telah banyak dieksplorasi dan diaplikasikan dalam pengukuran senyawa volatil yang terkandung dalam minyak atsiri atau tanaman penghasil minyak atsiri berbasis sensor gas adalah *electronic-nose (e-nose)* yang mana secara garis besar tersusun atas tiga bagian, yaitu sistem penghantar aroma (*vapor delivery system*), unit pengindera (*sensing element*), dan unit pengenal pola (*pattern recognition unit*), sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 2.4. Jenis sensor gas yang digunakan sebagai pengindera diantaranya adalah MOS.

Kiani *et al.* (2016) melaporkan beberapa studi dan hasil penelitian terkait aplikasi *electronic-nose* dan pemanfaatan sensor untuk penentuan, pengujian, atau identifikasi kualitas minyak atsiri yang dihasilkan dari berbagai macam tanaman obat-obatan dan aromatik. Sebagai contoh, Cui *et al.* (2015) menginvestigasi aroma ginseng menggunakan metode *e-nose* untuk mengidentifikasi usia ginseng, dimana diketahui kandungan bioaktif ginsenosida dan minyak esensial meningkat sejalan dengan usia tanaman. Memanfaatkan *e-nose* dan *e-tounge* untuk membedakan tiga jenis varietas tanaman *Perilla frutescens*. Selanjutnya metode *e-nose* pun dapat diaplikasikan untuk mendeteksi ketidakmurnian atau keberadaan zat pengoplos dalam minyak atsiri, seperti Mildner-Szkudlarz & Jeleń (2008) memanfaatkan *e-nose* berbasis sensor MOS untuk mengidentifikasi pengoplosan minyak zaitun dengan minyak kemiri, dan Marina *et al.* (2010) menggunakan deret sensor SAW untuk mendeteksi campuran minyak biji palma dalam minyak kelapa (VCO).



Gambar 2.4. Diagram tipikal sistem *e-nose* untuk pengukuran senyawa volatil.

BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1 Tujuan Penelitian.

Secara umum tujuan penelitian adalah merancang bangun sistem pengukuran volatil minyak atsiri, mengetahui karakteristik profil luaran deret sensor MOS pada beragam perlakuan terhadap atribut/indikator standar mutunya sehingga dihasilkan piranti pengukur kualitas minyak nilam untuk identifikasi adulterasinya untuk skala UKM yang cepat dan memadai.

Tahun I.

- a. Merancang bangun **deret sensor gas (MOS)**, dan sistem *e-Nose* berbasis antarmuka PSoC-CY8C28445-24PVXI untuk memperoleh profil volatil Minyak Nilam.
- b. Membangkitkan sinyal *temperature modulation* untuk sensor gas pada frekuensi tertentu menggunakan PSoC-CY8C28445-24PVXI.
- c. Menentukan deret sensor MOS dan *temperature modulation* yang memiliki selektifitas dan sensitivitas tinggi dalam membedakan kadar Minyak Nilam dan bahan serta pengoplosnya.
- d. Mendapatkan model/persamaan untuk menentukan nilai parameter kualitas Minyak Nilam dari deret sensor gas MOS terpilih.

Tahun II.

- d. Merancang bangun **deret sensor gas (NDIR)**, dan sistem *e-Nose* berbasis antarmuka PSoC-CY8C28445-24PVXI untuk memperoleh profil volatil Minyak Nilam.
- e. Menguji variasi teknik pembangkitan aroma Minyak Nilam (*static headspace* dan *dynamic headspace*) dan variasi penghantaran aroma (*gas transport*).
- f. Menentukan deret sensor NDIR yang memiliki selektifitas dan sensitivitas tinggi dalam membedakan kadar Minyak Nilam dan bahan serta pengoplosnya.
- g. Mendapatkan model/persamaan untuk menentukan nilai parameter kualitas Minyak Nilam dari deret sensor gas NDIR terpilih.

Tahun III.

- a. **Meng-upgrade sistem e-Nose untuk pengukuran Minyak Nilam dengan deret sensor gas (MOS dan NDIR) terpilih.**
- b. Menguji variasi jenis bahan dan persentase/kadar pengoplos pada Minyak Nilam dengan konsentrasi berbeda.
- c. Menganalisa beberapa algoritma *recognition tool* untuk mendeteksi atau mengidentifikasi kadar Minyak Nilam dan bahan adulterasinya.
- d. Menguji performansi sistem *e-Nose* dalam mendeteksi kadar Minyak Nilam dan adulterasi (jenis dan kadar pengoplosnya).

3.2 Manfaat Penelitian.

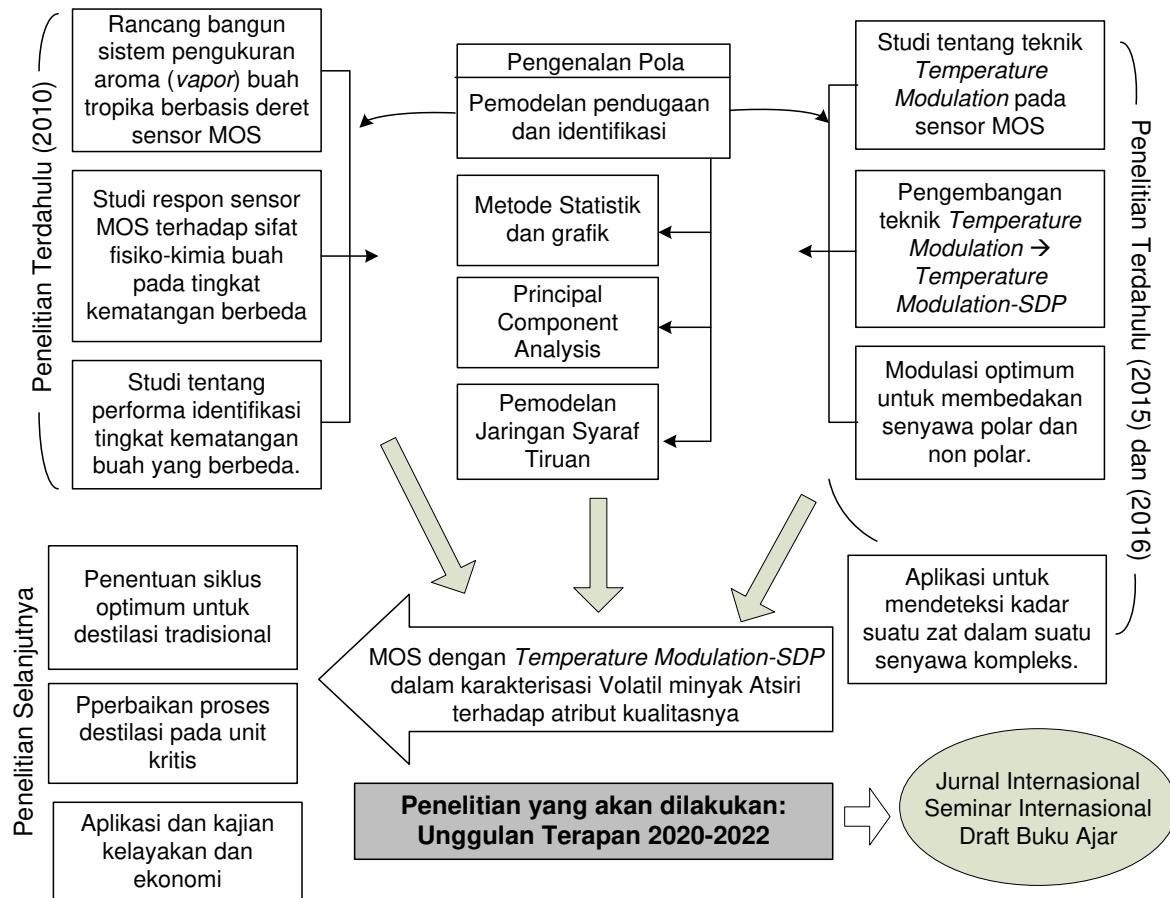
- a. Membantu petani (UKM) Minyak Nilam dalam menentukan kualitas produksi minyak atsiri dalam satu siklus produksi, sehingga dapat melakukan perbaikan pada tahapan proses guna memperloeh kualitas yang tinggi (memenuhi standar).
- b. Dapat diaplikasikan bagi pengguna untuk mendeteksi/membedakan pemalsuan atau keberadaan bahan tambahan pada Minyak Nilam.

BAB 4. METODE PENELITIAN

4.1 *Roadmap* Penelitian.

Penelitian (studi) tentang sensor gas untuk mendeteksi komponen/senyawa *odor* yang dikeluarkan oleh suatu komoditas diawali pada Tahun 2010 melalui Hibah Dipa Unsoed. Penelitian tersebut mengenai pemanfaatan deret sensor gas MOS sebagai pendeteksi aroma buah tropika berbasis pengukuran senyawa volatilnya menggunakan deret sensor gas MOS. MOS yang digunakan terdiri atas 5 buah dan masih dioperasikan menggunakan mode statis (*constant temperature*). Hasil penelitian menunjukkan Ada korelasi positif respon deret gas sensor yang digunakan terhadap tingkat kematangan masing-masing buah tropika yang mana menghasilkan kadar volatil yang berbeda. Namun, penggunaan mode operasional statis menyebabkan perubahan (peningkatan) suhu dan kelembaban yang signifikan dalam *sensor chamber* sehingga berpengaruh pada respon MOS [41].

Dan secara spesifik, sebuah metoda/teknik untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas Sensor Gas MOS telah dikenalkan dan dikembangkan pada Penelitian Tahun 2015, dikenal dengan teknik *Temperature Modulation-SDP*. Teknik ini dapat mendorong MOS untuk memberikan respon yang unik, baik amplitudo (nilai) dan bentuk sinyal, dalam membedakan senyawa-senyawa volatil polar dan non polar (yaitu etanol, toluene, dan ammonia). Hasil menunjukkan pada 5 jenis MOS yang diujikan, teknik ini mampu meningkatkan secara signifikan (hingga 64.7%) kemampuan MOS dalam mengidentifikasi ketiga jenis senyawa tersebut dibandingkan saat beroperasi dalam mode statis [16]. Selanjutnya dengan menggunakan teknik sama diaplikasikan untuk mendeteksi keberadaan bahan dalam senyawa kompleks [42], dan berhasil untuk membedakan antara dua jenis minyak atsiri, minyak nilam dengan minyak cengkeh [17]. Peta jalan penelitian disajikan dalam Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Peta jalan penelitian.

4.2 Waktu dan Tempat Penelitian.

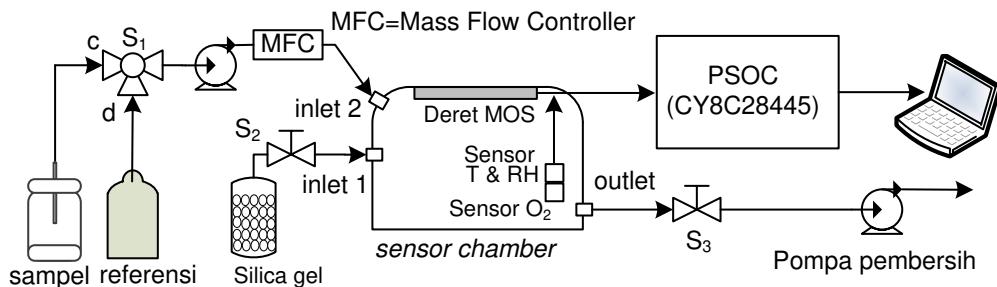
Penelitian Tahun ke-2 ini akan dilakukan secara bertahap dalam **8 bulan** di (1) Laboratorium Teknik Pengolahan Pangan dan Hasil Pertanian (**TPPHP**) PS TEP, dan (2) Laboratorium Alat dan Mesin Pertanian (**Alsintan**) PS TEP. Metode penelitian yang digunakan adalah **pengembangan dan eksperimen**.

4.3 Tahapan Penelitian.

1. Rancangbangun sistem pengukuran aroma Minyak Nilam.

Sistem pengukuran aroma Minyak Nilam yang telah dibuat ditunjukkan pada Gambar 4.2. Perangkat utama yang digunakan untuk mengindera dan memperoleh profil volatil '*fingerprint*' minyak nilam adalah deret MOS yang dioperasikan dalam mode dinamis dengan teknik

Temperature Modulation-SDP. Sembilan sensor gas MOS dipilih yang secara intrinsik didesain untuk mendeteksi senyawa-senyawa volatil (Tabel 4.1).



Gambar 4.2. Sistem pengukuran aroma Minyak Nilam.

Tabel 4.1. Ragam sensor gas MOS untuk menangkap aroma Minyak Nilam

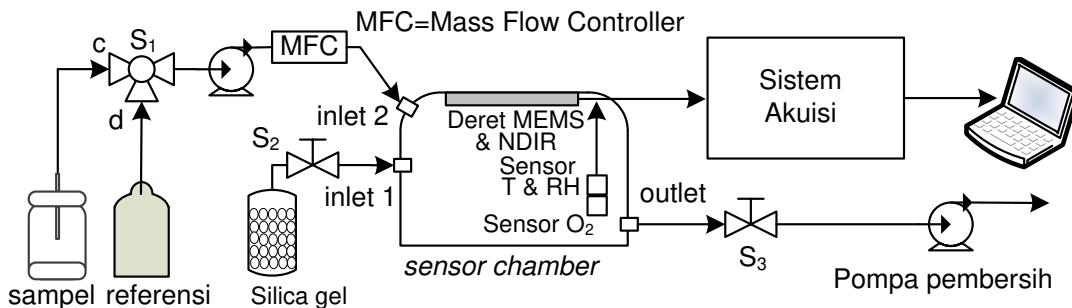
No	Tipe	Target
1.	Sensor MOS TGS-2620	Organic compound
2.	Sensor MOS TGS-2600	Air contaminant
3.	Sensor MOS TGS-2602	Air quality
4.	Sensor MOS FIS-12A	Organic solvent
5.	Sensor MOS FIS-AQ1	Organic vapour
6.	Sensor MOS FIS-SB30	Alcohol, ammonia
7.	Sensor MOS MQ135	Air pollutant
8.	Sensor MOS MQ137	Ethanol
9.	Sensor MOS MQ138	kethone, benzene

Seluruh kerja sensor diatur dan dikendalikan menggunakan antarmuka berbasis **PSoC CY8C28445-24PVXI** yang difungsikan untuk (1) membangkitkan *Temperature Modulation* untuk mengemudikan deret sensor gas pada *setting* frekuensi modulasi tertentu, dan (2) **mengakuisisi** seluruh luaran sensor (deret gas sensor dan sensor lingkungan). Kedua fungsi tersebut diatur/di-setting secara **nirkabel (wireless)** berdasarkan *command* dari program yang dibuat dalam komputer menggunakan software Visual Studio 2012. PSoC dikonfigurasikan dan diprogram menggunakan PSoC Designer 5.4, dan sinyal *Temperature Modulation* yang dibangkitkan dicek menggunakan *oscilloscope*.

2. Pengembangan (*upgrade*) perangkat keras dan perangkat lunak sistem pengukuran aroma Minyak Nilam.

Bagian yang di-upgrade dan diujikan adalah unit pengindera yang merupakan komponen terdepan dan utama dari sistem penciuman elektronik (*e-Nose*). **Delapan sensor gas (4 MEMS dan 4 NDIR)** dipilih yang secara intrinsik didesain untuk mendeteksi senyawa-

senyawa volatil yang dihasilkan oleh Minyak Nilam (Tabel 4.2). Selain itu digunakan dua sensor untuk mengukur suhu dan kelembaban, dan konsentrasi oksigen dalam lingkungan *sensor chamber*. Semua sensor ditempatkan dalam sebuah *chamber* berbahan akrilik/teflon transparan 3 mm. Sistem pengukuran e-Nose berbasis deret sensor MEMS dan NDIR ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Sistem pengukuran aroma Minyak Nilam berbasis sensor MEMS dan NDIR.

Tabel 4.2. Sensor gas MEMS dan NDIR untuk menangkap aroma dari Minyak Nilam.

No	Tipe	Target
1.	Sensor MEMS MICS-5914	Ammonia, ethanol, H ₂
2.	Sensor MEMS MICS-6814	Air quality CO VOC NH ₃ NO ₂
3.	Sensor MEMS MICS-4514	CO/NO ₂ /H ₂ /NH ₃ /CH ₄
4.	Sensor MEMS MiCS-5527	VOCs Air Quality
5.	Sensor NDIR F T6615	Organic compound
6.	Sensor NDIR CO IR	Air contaminant
7.	Sensor NDIR MH-Z14A	Air quality
8.	Sensor NDIR COZIR-LP	Organic solvent

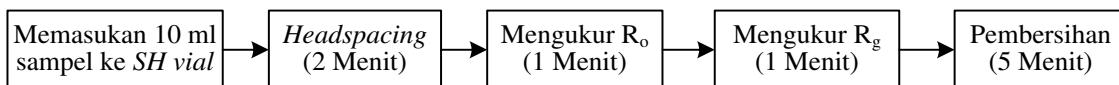
Seluruh kerja sensor diatur dan dikendalikan menggunakan antarmuka (sistem akuisisi) yang telah diperoleh sebelumnya, dengan menyesuaikan/*upgrade*: **a).** perangkat keras untuk tiap sensor gas dan sistem akuisisi itu sendiri, **b)** perangkat lunak (*firmware*) pada perangkat akuisisi PSoC CY8C28445-24PVXI dan **c)** perangkat lunak (*interface software*) pada komputer. PSoC dikonfigurasikan dan diprogram menggunakan PSoC Designer 5.4, sedangkan *interface software* dikembangkan menggunakan software Visual Studio 2019.

3. Pengukuran profil volatil Minyak Nilam.

Ada 3 kondisi dalam pengukuran profil volatil Minyak Nilam dengan metode *static headspace* yaitu *idle*, *capturing*, dan *cleaning*. Lihat Gambar 7. Kondisi *idle* dan *cleaning* adalah sama, yaitu saat sensor tidak mengukur sampel, dimana aliran diatur dari bagian *silica*

gel menuju pompa pembersih set dengan men-set posisi selektor-2 (S_2) terbuka, S_1 tertutup, S_3 terbuka, dan pompa pembersih *on*. Sedangkan kondisi *capturing* adalah dengan mengatur aliran dari **gas referensi (O_2)** atau **sampel Minyak Nilam** menuju *sensor chamber* dengan men-set posisi S_1 pada posisi yang dikehendaki, S_2 dan S_3 tertutup, dan pompa pembersih *off*.

Tahapan satu siklus pengukuran sampel gas, seperti yang disajikan dalam Gambar 4.4, adalah masukkan **sampel Minyak Nilam** sebanyak **10 ml** ke dalam wadah sampel bersegel (*Static Headspace vial, SH vial*) dari kaca bening bervolume ± 100 ml yang dilanjutkan dengan **headspacing** (membangkitkan profil gas dalam *chamber*) selama 2 menit, kemudian pengukuran R_o selama 1 menit yang diikuti pengukuran R_g selama 1 menit, sesudahnya pembersihan *sensor chamber* selama 5 menit dan kembali *idle* untuk siklus pengukuran berikutnya. Sehingga durasi dalam satu siklus pengukuran memerlukan 9 menit. *Sampling* pengukuran R_g dan R_o dalam 1 menit adalah per 2 detik. Tiap pengukuran dilakukan sebanyak **5 kali perulangan**.



Gambar 4.4. Tahapan satu siklus pengukuran profil volatil Minyak Nilam.

Luaran sensor gas MOS dinyatakan dengan **Resistansi (R)** dan **Sensitivitas (S)** yang didefinikan dengan:

$$S = R_o/R_g \quad (1)$$

dimana: R_o adalah resistansi saat mengukur **Gas Referensi (Ω)**, dan

R_g adalah resistansi saat mengukur **sampel Minyak Nilam (Ω)**.

4. Pengukuran parameter/atribut mutu Minyak Nilam.

Ada **6 macam** penngukuran parameter/atribut mutu Minyak Nilam sesuai dengan (**SNI 06-2385-2006**), yang akan dikorelasikan dengan profil volatilnya, yaitu:

- | | |
|-----------------------------|---------------------------------|
| a. kadar Patchouli Alkohol, | d. Density (berat jenis), |
| b. kadar pengotor, | e. Kelarutan dalam Alkohol, dan |
| c. Index Bias, | f. Indeks warna |

Pengujian kandungan Patchouli Alcohol dan komponen senyawa lainnya pada Minyak Nilam dilakukan dengan **Metode GC-MS**.

5. Karakterisasi profil volatil Minyak Nilam.

Setelah seluruh alat pengukuran volatil minyak atsiri siap, selanjutnya dilakukan karakterisasi luaran sensor gas MOS (baik individual maupun deret/kolektif) terhadap parameter/atribut indikator kualitas minyak atsiri. Sehingga diperoleh sensor gas mana yang selektif dan sensitif terhadap atribut-atribut mutu minyak atsiri, beserta *feature* optimum dari sistem pengukuran volatil untuk masing-masing Minyak Nilam.

A. Karakterisasi untuk memperoleh sensor MEMS dan NDIR yang optimum untuk mengukur dan membedakan/mengenali kemurnian Minyak Nilam.

Pengujian dilakukan pada sampel Minyak Nilam dengan berbagai perlakuan. Sampel Minyak Nilam terdiri dari campuran Minyak Nilam murni dengan bahan pengoplos/pengotor dengan berbagai konsentrasi. Minyak Nilam murni, berasal dari berbagai hasil penyulingan UKM atau penyuplai di Kabupaten Banyumas.

Ada 3 perlakuan yang diujikan yaitu:

- a. Bahan Minyak Nilam murni (4 kategori): Sangat Baik, Baik, Rendah, Sangat Rendah
- b. Bahan Pengotor/Adulterasi (3 macam): Minyak VCO, Minyak Sawit, dan Minyak Kemiri
- c. Persentase Pengotor/Adulterasi (3 taraf): 5%, 10%, dan 20%.

Dengan kontrol (pembanding) adalah pengukuran masing-masing kategori **Minyak Nilam murni** (tanpa campuran bahan pengotor).

Tiap sampel dilakukan 5 ulangan, sehingga jumlah pengukuran per katagori sampel adalah sebanyak 108 ($4 \times 3 \times 3 \times 5$) + 4 = 184 pengukuran. Variabel yang diamati antara lain:

- a. Luaran Sensor: R_o dan R_g , Sensitivitas (S), bentuk sinyal masing-masing *temperature modulation*, suhu dan kelembaban dalam sensor chamber, dan
- b. 6 Atribut mutu minyak minyak nilam sesuai SNI.

6. Analisa.

Variabel utama dalam karakterisasi luaran deret sensor MOS adalah nilai Sensitivitas (S).

Secara garis besar metode analisa yang digunakan adalah:

1. Statistik (standar deviasi) dan boxplot.

Digunakan untuk mengetahui karakteristik individual sensor MOS. Analisa statistik, melalui plot grafik, memberikan informasi sensor mana yang mempunyai korelasi positif terhadap atribut mutu minyak atsiri. Parameternya adalah **nilai akurasi**, yang menyatakan tingkat kedekatan luaran pengukuran terhadap nilai sebenarnya. Nilai akurasi ditentukan

dengan persamaan 2, dengan \bar{x} = rerata S, t = nilai kritis $t_{\alpha/2,n-1}$ untuk distribusi t, α = trust range 100 $(1-\alpha)\%$, n = jumlah data dan std = nilai standar deviasi.

$$\bar{x} \pm t_{\alpha/2,n-1} \cdot \frac{std}{\sqrt{n}}$$

2. Principal Component Analysis (PCA).

Digunakan untuk menentukan profil selektivitas dari 9 sensor gas MOS yang menunjukkan performansinya dalam membedakan kualitas minyak atsiri. PCA dapat mereduksi dimensi data dengan membentuk dimensi baru tanpa kehilangan informasi yang dibawa dimensi sebelumnya. Dengan PCA akan diketahui sensor MOS mana saja yang menunjukkan selektivitas tinggi dari variasi perlakuan yang diberikan dalam mengukur minyak nilam.

3. *Multiple Regression.*

Dari analisa statistik dan PCA diperoleh sensor-sensor MOS, baik individu ataupun dimensi baru hasil plotting PCA, dengan optimum *features* yang selektif dan sensitif terhadap parameter atribut mutu masing-masing minyak nilam. Analisa *multiple regression* untuk memdapatkan persamaan (model) atribut mutu minyak nilam dari sensor terpilih atau *Principal Component* yang paling dominan. Multiple regression dilakukan menggunakan Matlab 2012.

B. Pengujian algoritma pengenal ciri (*pattern recognition*) untuk membedakan Kategori Minyak Nilam

Setelah diperoleh sistem pengukuran e-Nose dengan deret sensor MEMS dan NDIR terpilih, dilanjutkan dengan mengujikan beberapa **algoritma program kecerdasan buatan: pengenal ciri (*pattern recognition*)** sebagai metode indentifikasinya, untuk memperoleh model yang paling baik dalam mengetahui dan membedakan kategori Minyak Nilam dan menduga keberadaan adulterasi (jenis dan kadarnya) pada sistem e-Nose. Metode (algortima) yang akan diujikan antara lain:

- (1) *Linear Discriminant Analysis* (LDA), dan
- (2) *Neural Network* (NN).

BAB 5. HASIL YANG DICAPAI

5.1 Capaian kegiatan.

Secara garis besar, capaian hasil penelitian dari laporan kemajuan ini ditunjukkan dalam Tabel 5.1.

Tabel 5.1. Capaian kegiatan penelitian.

No	Kegiatan	Target	Capaian
1.	Pengembangan hardware	Selesai	Selesai
2.	Pengembangan firmware/software	Selesai	Selesai
3.	Pengukuran dan pengujian	Selesai	Selesai
4.	Diseminasi pada seminar internasional	Dipresentasikan	Dipresentasikan ^{a)}
5.	Publikasi di Prosiding Internasional	Accepted	Reviewed ^{b)}
6.	Publikasi Jurnal internasional	Published	Published ^{c)}

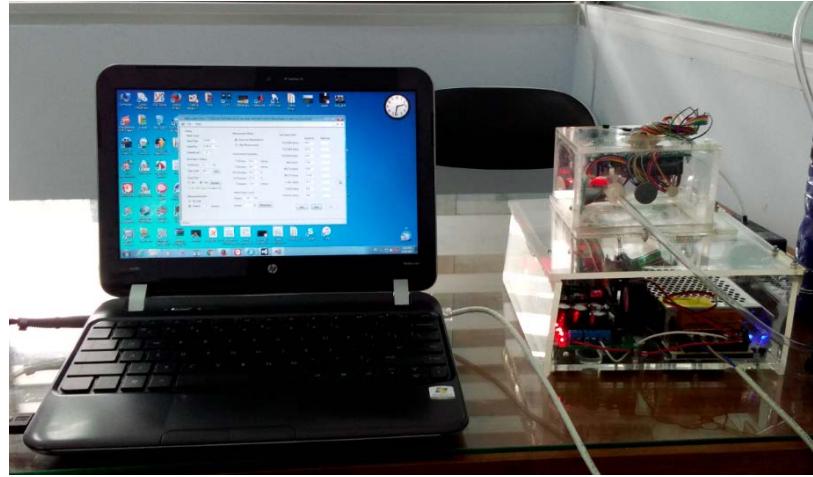
^{a)} telah diperäsentasikan di *International Symposium on Food and Agro-biodiversity (ISFA) 2021, Department of Food Technology, Universitas Diponegoro, 14-15 September 2021*.

^{b)} telah disubmit pada prosiding AIPCP (terindeks Scopus) dari *International Symposium on Food and Agro-biodiversity (ISFA) 2021*.

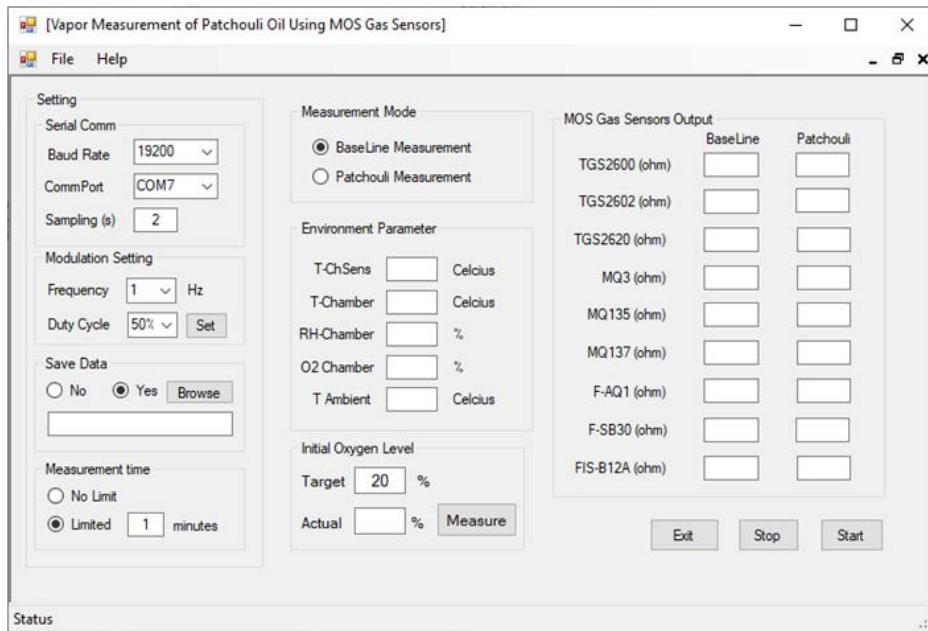
^{c)} telah terbit di Internasional Jurnal: *Food Research, Vol. 5 (Suppl. 2) : 84 - 90 (2021)*.

5.2 Identifikasi Adulterasi Minyak Nilam dengan Minyak Kemiri dengan Berbagai Campuran

Kegiatan penelitian menghasilkan prototipe alat/sistem pengukuran *vapor* minyak nilam menggunakan prinsip penciuman elektronik (*e-Nose*) yang memakai deret sensor gas dan volatil, berupa pengujian untuk menentukan sensor yang memiliki sensitivitas dan selektivitas tinggi dan memperoleh jenis modulasi yang optimum untuk menbedakan pencampur minyak nilam. Gambar 5.1 dan 5.2 menunjukkan hasil sistem yang telah berhasil dibuat dan tampilan antarmuka untuk mengontrol kerja dan mengakuisisi semua luaran.



Gambar 5.1. Sistem pengukuran volatil Minyak Nilam.

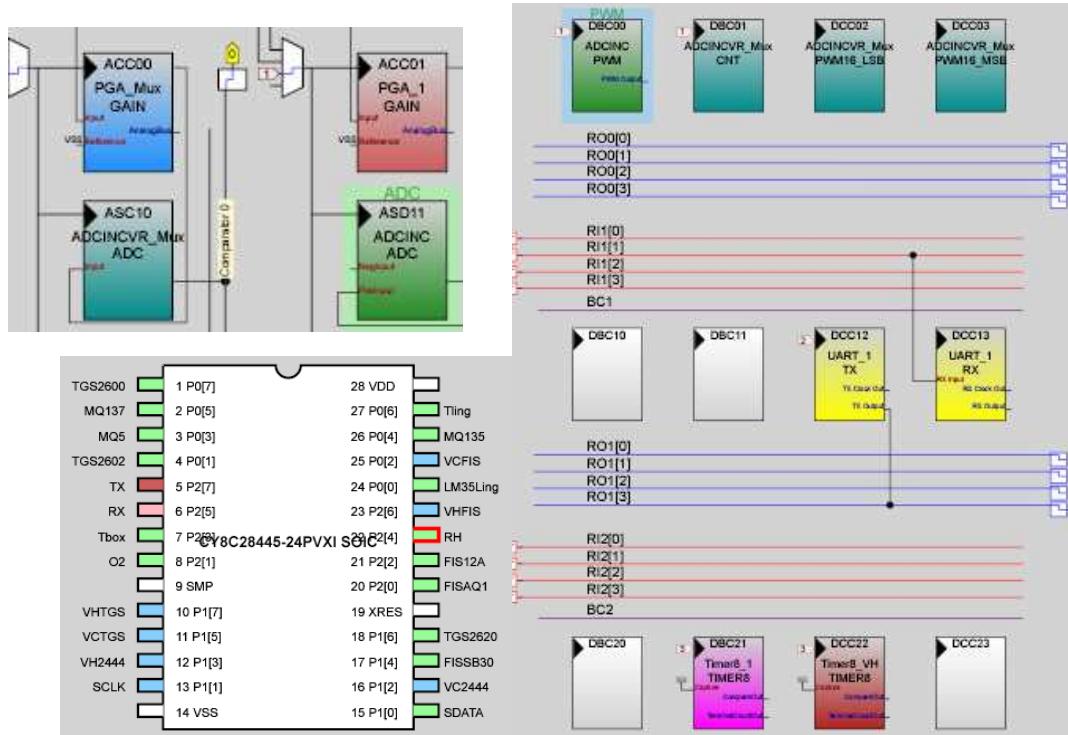


Gambar 5.2. Tampilan antarmuka program untuk akuisisi luaran profil volatil Minyak Nilam.

Konfigurasi PSoC CY8C28445-24PVXI ditunjukkan pada Gambar 5.3. Komunikasi serial nirkabel XBee (IEEE 802.15.4) ke transmisi langsung (point to point) menggunakan perangkat lunak XCTU, di mana salah satu ditetapkan sebagai koordinator sementara yang lain bertindak sebagai router. XBees dikonfigurasi 19200 bps, 8 bit, no parity, 1 stop bit dan no flow control.

Sensor sinyal dan keluaran TM-SDP berhasil diakuisisi secara langsung ke komputer pribadi secara nirkabel menggunakan perangkat lunak yang dikembangkan berdasarkan Visual Basic.Net 2012. Perangkat lunak terhubung ke Microsoft Excel untuk menyimpan dan memproses data,

seperti seperti: (a) membuat file, membaca dan menulis data, dan (b) menentukan secara otomatis nilai rata-rata setiap sensor untuk setiap mode pengukuran (RO dan RV).

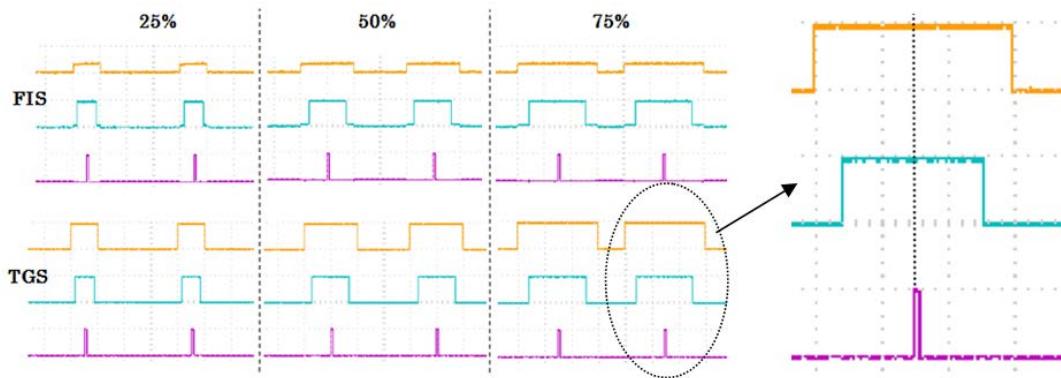


Gambar 5.3. Konfigurasi PSoC CY8C28445-24PVXI dalam PoSC designer 5.4.

5.2.1 Sinyal Temperature Modulation-Specified Detection Point (TM-SDP).

Modulasi yang dihasilkan dan diterapkan pada sensor gas MOS dicek dengan osiloskop Tektronix TDS 2024B. Hasil menunjukkan modulasi memenuhi modulasi yang diinginkan. Seperti ditunjukkan pada Gambar 5.4, untuk modulasi yang diinginkan 0,25Hz, frekuensi yang diukur dari VH adalah 0,2510 Hz dan tinggi VC diletakkan di tengah 75% tinggi VH. Pengambilan semua MOS (dalam array) dimulai di tengah VH dan membutuhkan waktu 0,08 detik untuk menyelesaiannya. Tingginya VH TGS dan FIS diukur sekitar 4,98 V dan 0,95 V masing-masing, dan VC dari kedua TGS dan FIS adalah 4,98 V.

Dengan menerapkan TM-SDP, hal itu dapat menyebabkan mencegah sensor dari kemungkinan perpindahan bahan pemanas ke bahan penginderaan yang dapat menyebabkan drift penginderaan jauh jangka panjang terhadap nilai yang lebih tinggi. Ini berarti bahwa VC yang berdenyut memberi sedikit kekuatan untuk mendorong migrasi daripada VC konstan, sehingga memungkinkan kemungkinan migrasi yang tidak berarti, terutama bila dioperasikan dengan kelembaban dan suhu tinggi (Sudarmaji & Kitagawa, 2015).



Gambar 5.4. Sinyal TM-SDP pada MOS dengan frekuensi 0.25 Hz duty cycle 25%, 50% dan 75%, dimana: VH (oranye)= 2V/div; VC (biru) =5V/div ; SDP (ungu) =5V/div ; Time-Div= 1s.

5.3 Pengukuran Sampel Minyak Cengkeh dan Minyak Nilam dengan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS).

Sampel minyak nilam dan *headspace* sampel dalam botol vial masing-masing ditunjukkan dalam Gambar 5.5 dan Gambar 5.6. Pengukuran minyak cengkeh dan minyak nilam menggunakan metode GC-MS ditujukan untuk memperoleh nilai konsentrasi komponen utama Patchouli pada minyak nilam. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Tabel 5.2. dan Tabel 5.3. Sedangkan profil luaran GC-MS dicontohkan pada Gambar 5.7.



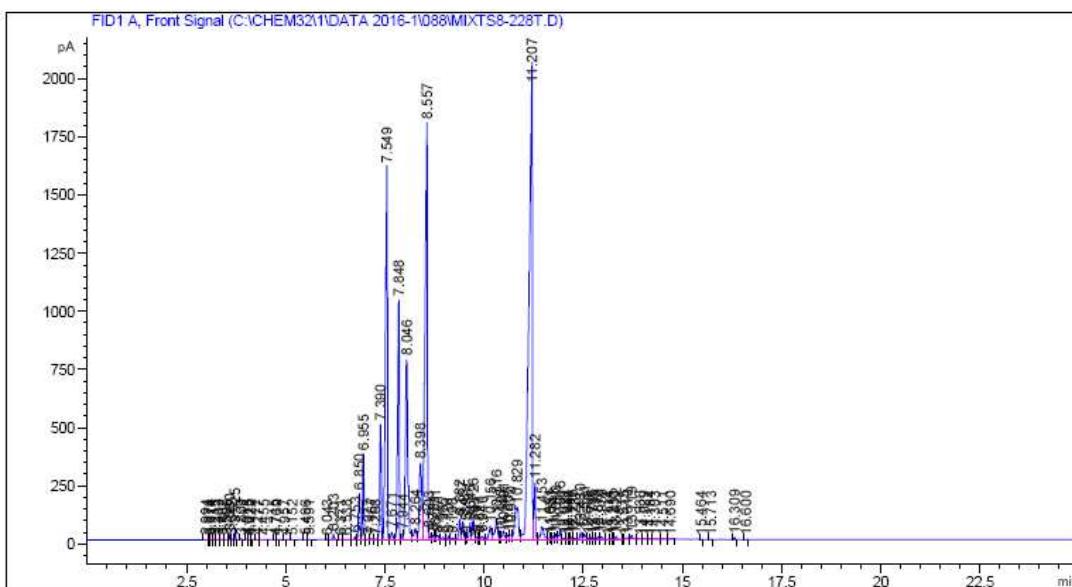
Gambar 5.5. Headspace Sampel Minyak Nilam.



Gambar 5.6. Sampel Minyak Nilam.

Tabel 5.2. Kadar Patchouli pada sampel minyak nilam

No	Sampel	Kadar Patchouli
1	Minyak Nilam 1	26.94%
2	Minyak Nilam 2	29.02%
3	Minyak Nilam 3	29.52%
4	Minyak Nilam 4	31.07%
5	Minyak Nilam 5	30.8%



Gambar 5.7. Luaran GC-MS untuk minyak nilam dengan kadar Patchouli 29,52%

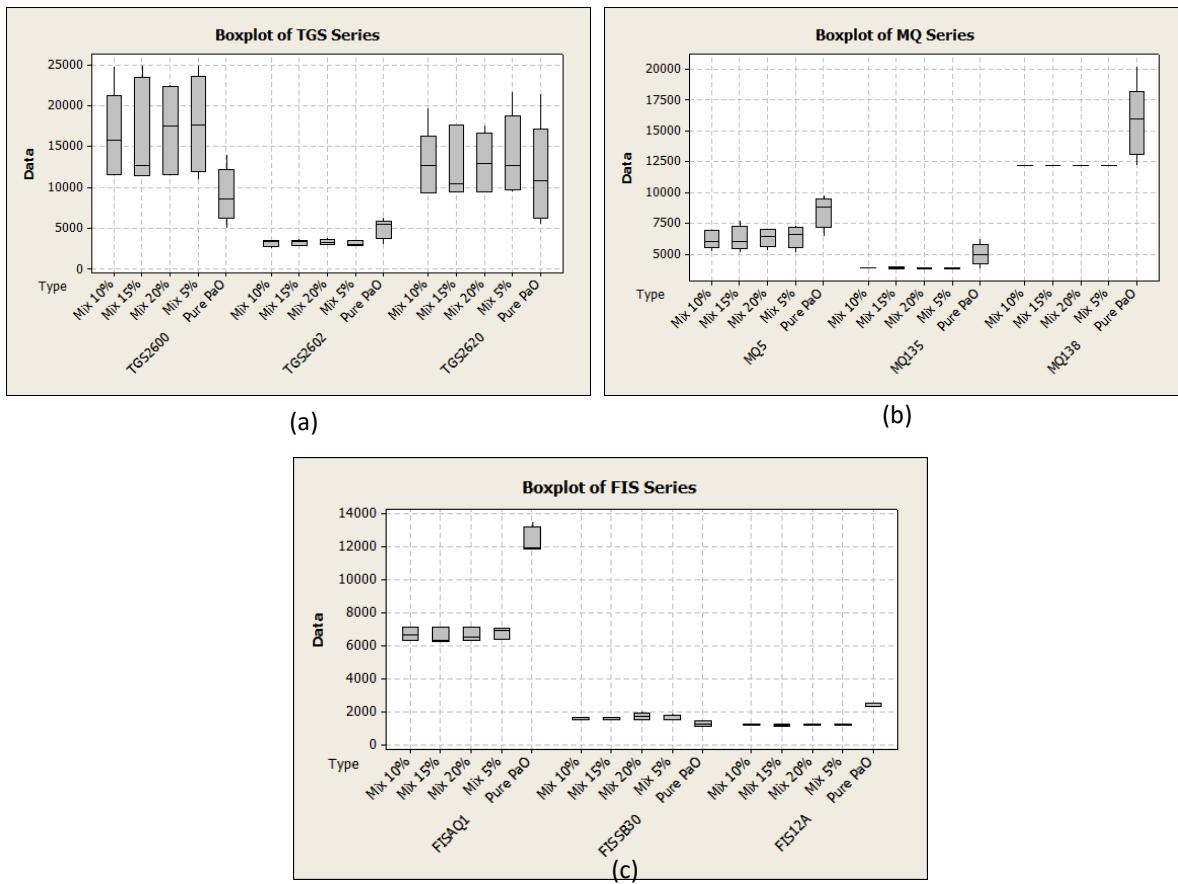
5.4 Respons Sensor gas MOS pada berbagai sinyal Modulasi untuk Minyak Nilam

Telah diuji sistem pengukuran uap untuk Minyak Nilam untuk berbagai modulasi TM-SDP, yaitu tanpa modulasi, modulasi frekuensi (0,25 Hz, 1 Hz, dan 4 Hz), dan modulasi siklus kerja (25%, 50%, dan 75%). Selama pengukuran kondisi lingkungan suhu berada pada 18,6 sampai 26,4 °C. Sedangkan konsentrasi oksigen di dalam ruangan tetap konstan rata-rata 23,8% (tidak berubah karena pengoperasian sensor).

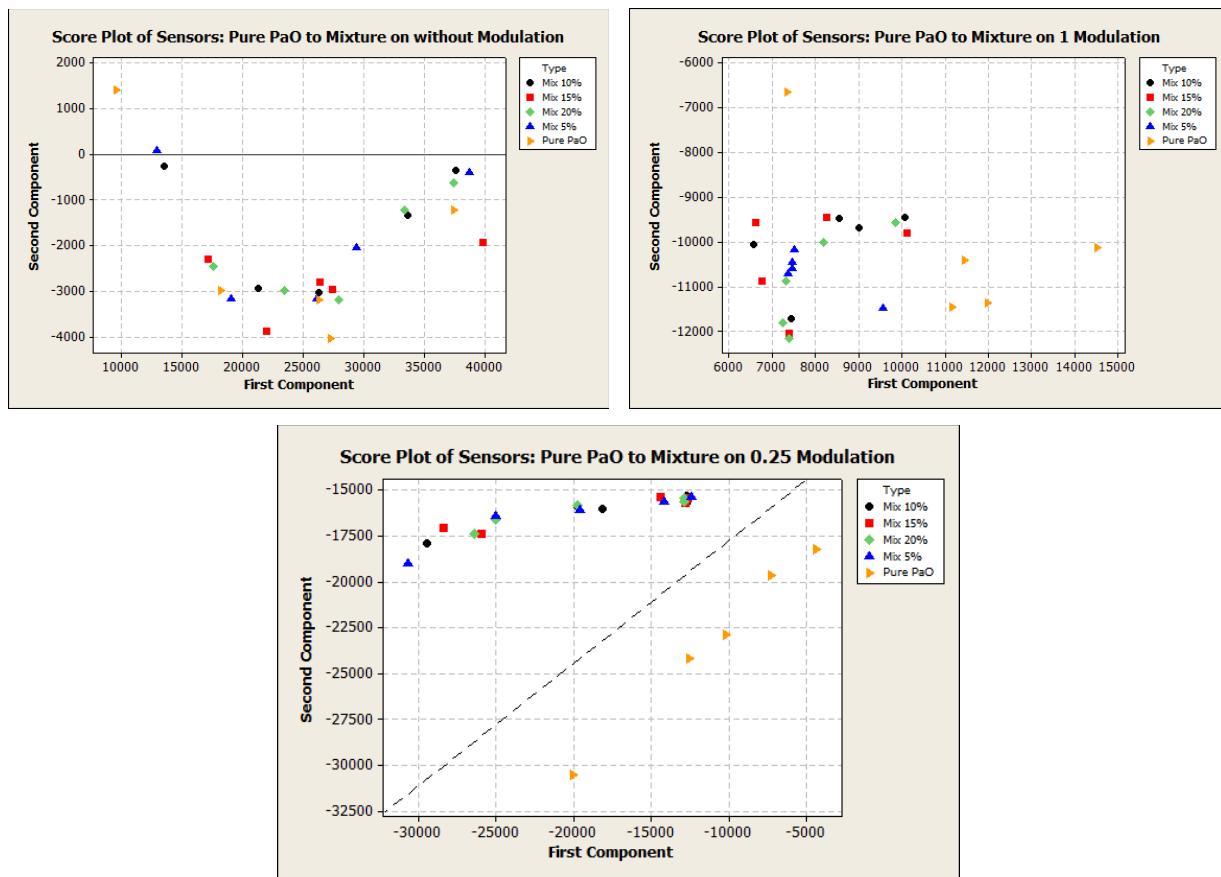
Kehadiran oksigen pada kadar minimum diperlukan sangat penting untuk operasi sensor yang berarti oksigen memegang peranan penting untuk mengurangi gas dan konsentrasinya dilakukan untuk mendeteksi bahan bakar yang mudah terbakar yang dimediasi oleh reaksi dengan oksigen yang teradsorpsi pada permukaan sensor (Clifford & Tuma, 1982b, 1982a). Perilaku tahanan steady state sensor gas MOS dengan suhu sangat dipengaruhi oleh konsentrasi

oksin ambien dan berkurangnya tekanan oksigen akan menyebabkan penurunan daya tahan sensor (Figaro Engineering Inc., 2005).

Pertama, kami menyelidiki tanggapan masing-masing MOS pada frekuensi TM-SDP tertentu (seperti 0,25 Hz) dengan siklus tugas yang berbeda. Kami menemukan bahwa pada TM-SDP frekuensi 0,25 Hz, antara duty cycle 25%, 50%, dan 75%, duty cycle 75% memberikan respon yang paling berbeda terhadap Minyak Nilam. Hasil ini juga ditunjukkan oleh TM-SDP frekuensi 1 Hz dan 4 Hz (Gambar 5.7). Kedua, dengan menerapkan duty cycle 75%, kami menyelidiki frekuensi yang berbeda (0,25 Hz, 1 Hz, atau 4 Hz). Hasilnya menunjukkan bahwa frekuensi 0,25 Hz memberikan respon yang paling dibedakan (Gambar 5.8). Oleh karena itu ia mengungkapkan bahwa TM-SDP yang sesuai yang paling banyak membedakan respons terhadap Minyak Nilam adalah frekuensi 0,25 Hz; siklus tugas 75%.



Gambar 5.8. Respon sensor gas MOS terhadap aroma minyak nilam



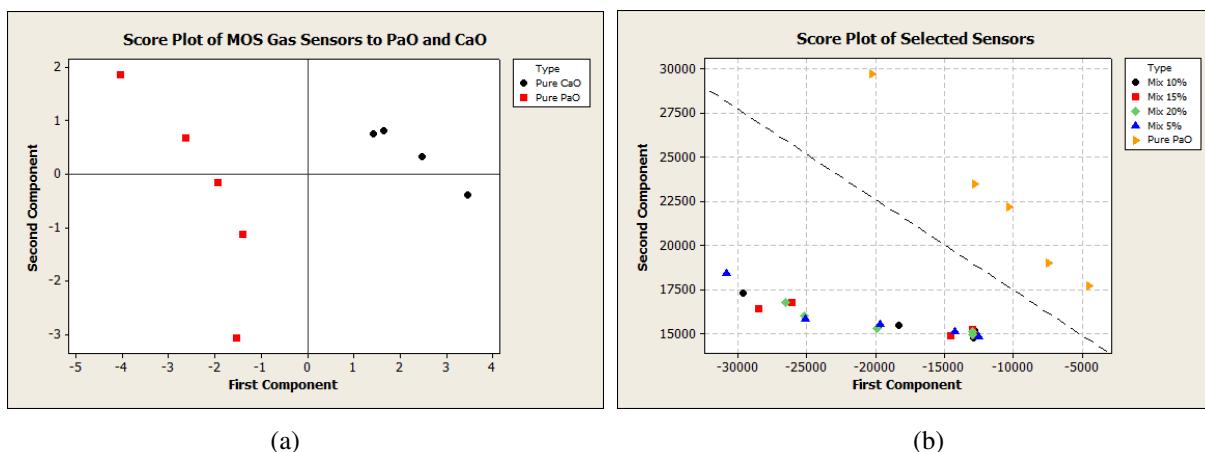
Gambar 5.9. Respon sensor gas MOS terhadap aroma minyak nilam modulasi 0.25 hz

Dari Gambar 5.6 dan 5.7, ini juga menunjukkan bahwa beberapa sensor gas MOS memiliki masing-masing respons lintas-sensitivitas. Hal ini dianggap sebagai keterbatasan sensor gas MOS yang berpotensi menyebabkan variasi suhu yang mengubah baseline pergeseran sinyal sensor. Dan yang paling signifikan, kami menemukan bahwa di bawah TM_SDP 0,25HH; 75% TGS2802 dan MQ5 adalah dua yang paling sensitif dan selektif untuk merespons dan sangat membeda-bedakan antara Minyak Cengkeh dan Minyak Nilam. Sementara FIS12A sangat kurang sensitif terhadap diskriminasi Minyak Nilam. Secara intrinsik, FIS12A dirancang untuk merasakan metana meskipun juga dapat merasakan gas-gas lain.

5.5 Pengujian selektifitas deret 6 sensor gas MOS terpilih untuk membedakan minyak nilam.

Dalam penelitian ini digunakan Principal Component Analysis (PCA) untuk mengevaluasi kinerja selektivitas dalam mengidentifikasi Minyak Cengkeh dan Minyak nilam pada setiap

modulasi. Gambar 8 menunjukkan bahwa dengan menggunakan dua komponen utama pertama, sistem dapat membedakan dengan jelas. PCA umumnya digunakan sebagai bagian ekstraksi fitur untuk menguji kinerja membedakan (selektifitas) dan teknik klasifikasi linier yang kuat yang biasanya digunakan dalam korelasi dengan analisis cluster dan visualisasi perbedaan dalam persamaan atau perbedaan antara perlakuan. Dimensi besar dari variabel yang saling terkait dikurangi menjadi beberapa komponen utama yang penting. Dua atau tiga komponen berkorelasi pertama memegang variasi yang paling signifikan hadir pada semua variabel dan banyak digunakan dalam berbagai aplikasi (Haddi et al., 2014).



Gambar 5.10. Plot PCA 6 sensor gas MOS terpilih dalam membedakan minyak nilam

5.6 Performasi menggunakan Metode Analisis Diskriminant

Analisis diskriminan adalah salah satu teknik statistik yang bisa digunakan pada hubungan dependensi atau hubungan antarvariabel dimana sudah bisa dibedakan mana variable respond dan mana variable penjelas. Lebih spesifik lagi, analisis diskriminan digunakan pada kasus dimana variable respon berupa data kualitatif dan variabel penjelas berupa data kuantitatif. Analisis diskriminan bertujuan untuk mengklasifikasikan suatu individu atau observasi ke dalam kelompok yang saling bebas (*mutually exclusive*) dan menyeluruh (*exhaustive*) berdasarkan sejumlah variabel penjelas (Arini,2013). Untuk mempermudah dalam analisis data, digunakan label pada Tabel 3.

Tabel 5.3. Kadar Klasifikasi Nilam

Kelas	Keterangan
1	Nilam murni
2	Kemiri murni
3	Nilam tercampur minyak kemiri 5%
4	Nilam tercampur minyak kemiri 10%
5	Nilam tercampur minyak kemiri 15%
6	Nilam tercampur minyak kemiri 20%

Dengan menggunakan minitab, didapatkan akurasi klasifikasi setiap sampel sebagai berikut.

Tabel 5.4. Klasifikasi kadar minyak nilam murni, minyak kemiri murni

Tabel 5.5. Klasifikasi kadar minyak nilam tanpa modulasi (campuran 10%, 15%, dan 20%)

Campuran 10%		Campuran 15%		Campuran 20%	
Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	3	5	5	6	6

Tabel 5.6. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 0,25 Hz

Tabel 5.7. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 0,25 Hz

Campuran 10%, frekuensi 0,25 Hz		Campuran 15%, frekuensi 0,25 Hz		Campuran 20%, frekuensi 0,25 Hz	
Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	3	5	5	6	6

Tabel 5.8. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 1 Hz

Nilam murni, frekuensi 1 Hz		Kemiri murni, frekuensi 1 Hz		Campuran 5%, frekuensi 1 Hz	
Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas Teridentifikasi
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	1	2	2	3	3
1	3	2	2	3	1
1	3	2	2	3	1

Tabel 5.9. Klasifikasi kadar minyak nilam frekuensi 1 Hz

Campuran 10%		Campuran 15%		Campuran 20%	
Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas teridentifikasi	Kelas asal	Kelas Teridentifikasi
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	5	6	6
4	4	5	4	6	6
4	4	5	4	6	6
4	6	5	4	6	6

Tabel 5.10. Perbandingan Hasil Akurasi Tiap Perlakuan

Perlakuan	Campuran	Frekuensi 0 Hz	Frekuensi 0,25 Hz	Frekuensi 1 Hz
Dengan Campuran	Nilam Murni	100%	100%	93,3%
	Kemiri Murni	100%	100%	100%
	Campuran 5%	73,3%	100%	80,0%
	Campuran 10%	96,7%	96,7%	96,7%
	Campuran 15%	100%	100%	73,3%
	Campuran 20%	100%	100%	100%
	Rata-rata	95%	99,45%	90,55%

Tabel 5.10 menunjukkan bahwa nilai akurasi yang paling tinggi adalah pada frekuensi 0,25 Hz yang memiliki nilai akurasi rata-rata sebesar 99,45%, kemudian frekuensi 0 Hz dengan rata-rata nilai akurasi sebesar 95%, dan frekuensi 1 Hz memiliki nilai akurasi rata-rata 90,55%.

BAB 6. KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Sensor gas MOS memiliki kemampuan yang cukup baik dalam membedakan minyak nilam murni dan minyak nilam tercampur minyak kemiri. Dari 9 sensor yaitu TGS 2620, TGS 2600, TGS 2602, MQ5, MQ135, MQ138, FIS 12A, FIS 30SB, dan FIS AQ1. Sensor yang memiliki sensitivitas paling tinggi dibandingkan dengan sensor lain adalah TGS2600.
2. Hasil perhitungan presentase nilai rata-rata akurasi sampel minyak nilam murni maupun campuran pada frekuensi 0 Hz, 0,25 Hz, dan 1 Hz, dapat dijelaskan bahwa nilai akurasi yang paling tinggi adalah pada frekuensi 0,25 Hz yang memiliki nilai akurasi rata-rata sebesar 99,45%, kemudian frekuensi 0 Hz dengan rata-rata nilai akurasi sebesar 95%, dan frekuensi 1 Hz memiliki nilai akurasi rata-rata 90,55%.

6.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh penulis, masih terdapat beberapa kekurangan dalam mengidentifikasi minyak nilam, Sebagai pertimbangan selanjutnya penulis memiliki beberapa saran sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang klasifikasi minyak nilam dengan menggunakan metode klasifikasi lain.
2. Perlu adanya pengembangan lebih lanjut pada penelitian ini supaya alat pendekripsi mutu minyak atsiri mampu diterima oleh pelaku usaha minyak atsiri dengan harga yang mampu diterima usaha kecil sekalipun.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. S. Rusli, “Potensi Minyak Atsiri Indonesia,” 2015. http://kms.ipb.ac.id/4385/1/09-02-2015_Potensi_Minyak_Atsiri_Indonesia.pdf (accessed Dec. 06, 2016).
- [2] A. Hapsari, “Indonesia Pensuplai Utama Tiga Komoditi Minyak Atsiri,” *Suara Merdeka News*, Yogyakarta, Apr. 2018.
- [3] E. Schmidt, “Production of Essential Oils,” in *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications*, K. H. C. Bas,er and G. Buchbauer, Eds. Boca Raton, FL: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016, p. 1116.
- [4] T. I. Tribowo, “Harga Minyak Nilam Tembus Rp 600.000/Kg,” *Suara Merdeka News*, Bumiayu, Mar. 2019.
- [5] Dinperindagkop, “Renstra 2013-2018 Dinperindagkop Banyumas,” 2013. <http://static.banyumaskab.go.id/website/documents/dinperindagkop/RENSTRA 2013-2018 DINPERINDAGKOP.pdf> (accessed Nov. 25, 2016).
- [6] BSN, “Standar Nasional Indonesia 06-2385-2006: Minyak Nilam,” Jakarta, Indonesia, 2006.
- [7] Ma’mun, “Identifikasi Pemalsuan Minyak Nilam di Rantai Tataniaga,” *Bul. Penelit. Tanam. Rempah dan Obat*, vol. 4, no. 2, pp. 17–22, 2003.
- [8] S. Kim, H. Kim, I. C. Lee, K. Cheong, and M. Lim, “The Quantitative Analysis of Aroma Gas with Gas Sensors,” vol. 11, no. 6, pp. 1163–1169, 2013.
- [9] A. Gorji-chakespari, A. M. Nikbakht, F. Sefidkon, M. Ghasemi-varnamkhasti, and E. L. Valero, “Classification of essential oil composition in Rosa damascena Mill. genotypes using an electronic nose,” *J. Dermatol. Sci.*, 2016, doi: 10.1016/j.jderm.2016.07.004.
- [10] S. S. Schiffman and T. C. Pearce, “Introduction to Olfaction: Perception, Anatomy, Physiology, and Molecular Biology,” in *Handbook of Machine Olfaction*, T. C. Pearce, S. S. Schiffman, H. T. Nagle, and J. W. Gardner, Eds. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH Co. KGaA, 2003, pp. 133–160.
- [11] X. Huang, F. Meng, Z. Pi, W. Xu, and J. Liu, “Gas sensing behavior of a single tin dioxide sensor under dynamic temperature modulation,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 99, no. 2–3, pp. 444–450, 2004, doi: 10.1016/j.snb.2003.12.013.
- [12] J. Liu, X. Huang, and F. Meng, “The Dynamic Measurements of SnO₂ Gas sensors and their Applications,” in *Science and Technology of Chemiresistor Gas Sensors*, D. K. Aswal and S. K. Gupta, Eds. New York, NY, USA: Nova Science Publishers, 2007, pp. 177–214.
- [13] A. Ortega, S. Marco, A. Perera, T. Šundic, A. Pardo, and J. Samitier, “An intelligent detector based on temperature modulation of a gas sensor with a digital signal processor,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 78, no. 1–3, pp. 32–39, 2001, doi: 10.1016/S0925-4005(01)00788-2.
- [14] Y. Sun, X. Huang, F. Meng, and J. Liu, “Study of Influencing Factors of Dynamic Measurements Based on SnO₂ Gas Sensor,” *Sensors*, vol. 4, pp. 95–104, 2004, doi: 10.3390/s40670095.
- [15] A. P. Lee and B. J. Reedy, “Temperature modulation in semiconductor gas sensing,”

Sensors Actuators, B Chem., vol. 60, no. 1, pp. 35–42, 1999, doi: 10.1016/S0925-4005(99)00241-5.

- [16] A. Sudarmaji and A. Kitagawa, “Sensors & Transducers Temperature Modulation with Specified Detection Point on Metal Oxide Semiconductor Gas Sensors for E-Nose Application,” *Sensors & Transducers*, vol. 186, no. 3, pp. 93–103, 2015.
- [17] A. Sudarmaji, A. Margiwyatno, R. Ediati, and A. Mustofa, “Vapor Measurement System of Essential Oil Based on MOS Gas Sensors Driven with Advanced Temperature Modulation Technique,” *IOP Conf Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 147, p. 10, 2018, doi: 10.1088/1755-1315/147/1/012046.
- [18] A. Margiwyatno and A. Sudarmaji, “Identification of Eugenol in Clove Oil Based on Array Mos Gas Sensor using Principle Component Analysis and Support Vector Machine Methods,” *Int. J. Psychosoc. Rehabil.*, no. Conference Special Issue, pp. 329–338, 2020.
- [19] A. Sudarmaji, A. Margiwyatno, S. B. Sulistyo, and Saparso, “Deteksi Kemurnian dan Adulterasi Minyak Nilam Berbasis Sistem Penciuman Elektronik (e-Nose),” Laporan Akhir Penelitian Unggulan Terapan BLU Unsoed, Purwokerto, Indonesia, 2020.
- [20] T.-V. Dinh, I.-Y. Choi, Y.-S. Son, and J.-C. Kim, “A review on non-dispersive infrared gas sensors: Improvement of sensor detection limit and interference correction,” *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 231, pp. 529–538, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.03.040>.
- [21] J. Lawless, *The Encyclopedia of Essential Oils*. San Francisco, CA: Conari Press, 2013.
- [22] C. Sell, “Chemistry of Essential Oils,” in *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications*, K. H. C. Bas,er and G. Buchbauer, Eds. Boca Raton, FL: CRC Press Taylor & Francis Group, 2016, p. 2116.
- [23] W. Jäger and M. Höferl, “Metabolism of Terpenoids in Animal Models and Humans,” in *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications*, K. H. C. Bas,er and G. Buchbauer, Eds. Boca Raton, FL: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016, p. 1116.
- [24] E. Riyadi, “Profil Senyawa Volatil pada Berbagai Jenis Minyak Atsiri asal Indonesia,” Institut Pertanian Bogor, 2012.
- [25] E. Schmidt and J. Wanner, “Adulteration of Essential Oils,” in *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications*, K. H. C. Bas,er and G. Buchbauer, Eds. Boca Raton, FL: CRC Press Taylor & Francis Group, 2016, p. 1116.
- [26] S. Mestri, “Adulteration of Essential Oils And Detection Techniques,” 2016. .
- [27] I. S. Hardyanti, D. Septyaningsih, I. Nurani, and A. P. Wibowo, “Analisis Kadar Patchouli Alcohol menggunakan Gas Chromatography pada Pemurnian Minyak Nilam menggunakan Adsorben Zeolit,” in *Rekayasa Teknologi Industri dan Informasi*, 2016.
- [28] N. Barsan, D. Koziej, and U. Weimar, “Metal oxide-based gas sensor research: How to?,” *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 121, no. 1, pp. 18–35, 2007, doi: [10.1016/j.snb.2006.09.047](https://doi.org/10.1016/j.snb.2006.09.047).
- [29] C. Wang, L. Yin, L. Zhang, D. Xiang, and R. Gao, “Metal Oxide Gas Sensors: Sensitivity and Influencing Factors,” *Sensors*, vol. 10, no. 3, pp. 2088–2106, 2010, doi: [10.3390/s100302088](https://doi.org/10.3390/s100302088).
- [30] H. Nanto and J. R. Stetter, “Introduction to Chemosensors,” in *Handbook of Machine*

Olfaction, T. C. Pearce, S. S. Schiffman, H. T. Nagle, and J. W. Gardner, Eds. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003, pp. 79–104.

- [31] D. Puzzovio, “Surface interaction mechanisms in metal-oxide semiconductors for alkane detection,” Università degli Studi di Ferrara, 2008.
- [32] S. Nakata, T. Hashimoto, and H. Okunishi, “Evaluation of the responses of a semiconductor gas sensor to gaseous mixtures under the application of temperature modulation,” *Analyst*, vol. 127, no. 12, pp. 1642–8, 2002, doi: 10.1039/b208295k.
- [33] S. Nakata, H. Okunishi, and Y. Nakashima, “Distinction of gases with a semiconductor sensor under a cyclic temperature modulation with second-harmonic heating,” *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 119, no. 2, pp. 556–561, 2006, doi: 10.1016/j.snb.2006.01.009.
- [34] N. Yamazoe, G. Sakai, and K. Shimanoe, “Oxide semiconductor gas sensors,” *Catal. Surv. from Asia*, vol. 7, no. 1, pp. 63–75, 2003, doi: 10.1023/A:1023436725457.
- [35] F. Quaranta *et al.*, “Novel gas sensor based on SnO₂ / Os thin film for the detection of methane at low temperature A novel gas sensor based on SnO₂ / Os thin film for the detection of methane at low temperature,” *Sensors Actuators B*, vol. 58, no. May 2016, pp. 350–355, 1999, doi: 10.1016/S0925-4005(99)00095-7.
- [36] S. Basu and P. K. Basu, “Nanocrystalline Metal Oxides for Methane Sensors : Role of Noble Metals,” vol. 2009, 2009, doi: 10.1155/2009/861968.
- [37] S. Kiani, S. Minaei, and M. Ghasemi-Varnamkhasti, “Application of electronic nose systems for assessing quality of medicinal and aromatic plant products: A review,” *J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants*, vol. 3, no. 1, pp. 1–9, Mar. 2016, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jarmp.2015.12.002>.
- [38] S. Cui, J. Wang, L. Yang, J. Wu, and X. Wang, “Qualitative and quantitative analysis on aroma characteristics of ginseng at different ages using E-nose and GC–MS combined with chemometrics,” *J. Pharm. Biomed. Anal.*, vol. 102, pp. 64–77, 2015.
- [39] S. Mildner-Szkudlarz and H. H. Jeleń, “The potential of different techniques for volatile compounds analysis coupled with PCA for the detection of the adulteration of olive oil with hazelnut oil,” *Food Chem.*, vol. 110, no. 3, pp. 751–761, 2008.
- [40] A. M. Marina, Y. B. C. Man, and I. Amin, “Use of the SAW Sensor Electronic Nose for Detecting the Adulteration of Virgin Coconut Oil with RBD Palm Kernel Olein,” *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 87, no. 3, pp. 263–270, 2010.
- [41] A. Sudarmaji and R. Ediati, “Identifikasi Kematangan Buah Tropika Berbasis Sistem Penciuman Elektronik,” in *Seminar Nasional Perhimpunan Teknik Pertanian*, 2010.
- [42] A. Sudarmaji and A. Kitagawa, “Application of Temperature Modulation-SDP on MOS Gas Sensors: Capturing Soil Gaseous Profile for Discrimination of Soil under Different Nutrient Addition,” *J. Sensors*, vol. 2016, pp. 1–11, 2016, doi: <http://dx.doi.org/10.1155/2016/1035902>.

LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Sertifikat Pembicara “*International Symposium on Food and Agro-biodiversity (ISFA) 2021*”



LAMPIRAN B. LOA Seminar Internasional Fakultas Pertanian SFU 2021”



UNIVERSITAS JENDERAL SOEDIRMAN

FAKULTAS PERTANIAN

PANITIA SEMINAR NASIONAL FAPERTA 2021

Jl. dr. Soeparno 61 Karangwangkal – Purwokerto Kode Pos. 53123

Telpón (0281) 638791 Faksinile (0281) 638791

email: semnas.faperta@unsoed.ac.id

Laman : <http://semnas.faperta.unsoed.ac.id>



Purwokerto, 28 November 2021

Nomor : 12/LOA/SEMNAS FAPERTA/2021
Perihal : Pengumuman penerimaan abstrak

Kepada Yth

Arief Sudarmaji

Di Tempat

Dengan hormat,

Terima kasih kami sampaikan atas partisipasi Bapak/Ibu dalam SEMINAR NASIONAL FAKULTAS PERTANIAN UNSOED 2021 "PENGEMBANGAN PERTANIAN BERBASIS KEARIFAN LOKAL YANG BERKELANJUTAN PADA ERA DISRUPTI TEKNOLOGI" yang akan diselenggarakan pada hari/tanggal Selasa, 30 November 2021. Bersama ini kami sampaikan bahwa abstrak makalah Bapak/Ibu yang berjudul:

PENGUJIAN DERET SENSOR GAS MOS UNTUK IDENTIFIKASI MINYAK NILAM TERCAMPUR MINYAK KEMIRI

telah diterima untuk dipresentasikan pada SEMINAR NASIONAL FAKULTAS PERTANIAN UNSOED 2021.

Informasi lebih lanjut dapat menghubungi panitia melalui Whatsapp Ahmad Arijal Lutfi (085747554785). Atas perhatian Bapak/Ibu, kami sampaikan terima kasih.

Hormat saya,

Ketua Panitia

Seminar Nasional Faperta Unsoed 2021



Budi Dharmawan, SP., M.Si., Ph.D)

Batas Akhir Pengumpulan full paper: Senin 20 Desember 2021

Link Pengumpulan full paper: <https://bit.ly/fullpaperSemNas>

Link WhatsApp: <https://bit.ly/3rm2gGi>

LAMPIRAN C. Surat Keterangan in-Review artikel di AIP Publishing”



INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FOOD AND AGRO-BIODIVERSITY (ISFA) 2021

Office: Building B 3rd Floor, Department of Food Technology, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang Indonesia - 50275

E-mail: isfa@ift.or.id Website: www.isfa.ift.or.id



Semarang Indonesia, 11 November 2021

No. : 001/ISFA/XI/2021

Subject : Announcement on Article Peer Review Process

Dear Mr Arif Sudarmaji
Jenderal Soedirman University

Thank you for submitting your article for the symposium proceeding of **International Symposium on Food and Agro-biodiversity (ISFA) 2021 by AIP publishing**. On behalf of the Organising and Scientific Committees of ISFA 2021, we are pleased to inform you that your abstract entitled:

Characteristic of Array MOS Gas Sensors in Detection of Adulteration on Patchouli Oil with Candlenut Oil (paper ID FS-019-2021)

is currently under peer review process by our team. Please wait for us to return your article that has been reviewed by our team. Your support in this process is necessary to make sure that the quality of the articles fulfill the standard as requested by the AIP publishing.

Should you have any question, please do not hesitate to contact us by email as mentioned earlier or by WhatsApp messenger at 08155112481 or 087719660506.

Thank in advance for your kindness.
Best regards,



Setya Budi Muhammad Abdur
Chairperson of ISFA 2021
Faculty of Animal and Agricultural Sciences
Universitas Diponegoro
Jl. Prof Soedarto, Tembalang, Semarang 50275 Indonesia
Phone: (62) 24-7474750
ISFA website: <https://isfa.ift.or.id>
ISFA email: isfa@ift.or.id

LAMPIRAN D. Artikel in-Review di AIP Publishing”

Characteristics of Array MOS Gas Sensors in Detection of Adulteration on Patchouli Oil with Candlenut Oil

Arief Sudarmaji^{1, a)}, Agus Margiwyatno^{1, b)}, and Susanto Budi Sulistyo^{1, c)}

¹ Department of Agricultural Engineering, Faculty of Agriculture, Jenderal Soedirman University, Jl. Dr. Soeparno, Karangwangkal, Purwokerto 53132 Indonesia

^{a)} Corresponding author: arief.sudarmaji@unsoed.ac.id

^{b)} agus.margiwyatno@unsoed.ac.id

^{c)} susanto.sulistyo@unsoed.ac.id

Abstract. The high price of essential oils, especially Patchouli Oil, leads to adulteration by mixing with cheaper oils. The similar color and viscosity make it difficult to be recognized or distinguished by human sensing. In general, a technique for measuring essential oils is to use capillary Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS). However, GC/MS is high cost, time-consuming (requires sample preparation), and requires adequate skill. This study aims to determine the characteristics of gas sensors made from Metal Oxide Semiconductor (MOS) which is used to detect adulteration of patchouli oil with candlenut oil. The measurement uses 9 MOS to capture gas/aroma from samples in a chamber. The output of MOS is acquired in a PC. The sample tested is pure Patchouli Oil, pure Candlenut Oil, 1% mixture, 5% mixture, 10% mixture, 15% mixture, and 20% mixture. The mixture is Patchouli Oil with Candlenut Oil. The individual response characteristics and the MOS series were analyzed using box plot graphs and Principal Component Analysis (PCA) respectively. It is found that modulation on MOS led the sensors more sensitive and PCA results showed that the system is adequate to distinguish mixing of in Patchouli Oil.

INTRODUCTION

Patchouli Oil is one of Indonesian potential export products which has high price in the international market. Indonesia holds up to 85% world market share of Patchouli Oil [1], and is the three larger of International supplier of Patchouli Oil [2,3]. Patchouli Oil has a high-priced value in the oil industry. The price of Indonesia's Patchouli Oil in August 2020 was 52.30 USD to 62.10 USD per kg for a minimum order quantity of 1000 kgs [4].

Patchouli Oil is mostly resulted by Small and Medium Enterprises (SMEs) from steam distillation of patchouli plant (*Pogostemon cablin Benth*) is obtained through a distillation process which is taken from a separator tank. In general, the separation is done by waiting for the oil to cool in order to avoid the water particles move to Patchouli Oil. Oil contaminated with water will reduce shelf life that leads to lower price. Many Patchouli Oil made by SMEs has not met the quality requirement to be exported.

The high economic value and high demand of Patchouli Oil, lead to its adulteration with other cheap oils to get economical profit. SMEs intentionally added Patchouli Oil with cheaper oils to increase the weight. The practice of adulteration becomes an issue for consumers, producers, and regulatory bodies. Candlenut Oil is one of cheaper oils and has same color which can disguise its presence in Patchouli Oil. The lack of knowledge and the availability of tools to detect the presence of impurities in Patchouli Oil cause local collector/SME to experience a lot of economic losses when selling their products to exporter or industries [1]. Thus, it is needed an instrumental technique to assure the authenticity of Patchouli Oil by indicating the presence of sufficient accuracy for the level of SME.

The determination of Patchouli Oil contents accurately and widely applied using the Gas Chromatography-Mass Spectrometry method. GC and HPLC physical-chemical analysis are the most advanced methods among them. Some adulterations can be detected simply by GC-MS tests with technology such as GC-IRMS and SNIF-NMR [5].

However, this method may not be used by SMEs because of the complexity of use and the price of the equipment is very expensive, cannot be done by SMEs.

The gases and volatiles of essential oils can be captured using an array of Metal Oxide Semiconductor (MOS) gas sensors. The MOS gas sensor is small and compact and are multi-series to detect a wide variety of compounds. Several studies that have utilized the MOS sensor gas line, including Kim *et al.* (2013) distinguished essential oils from sweet oranges, chamomile flowers, and jasmine flowers, and Gorji-chakespari *et al.* (2016) detected and classified the variety of Rosa Damascena oil into three categories. And one technique that has been studied for a long time and succeeded in increasing the sensitivity and selectivity of MOS is temperature modulation (Ortega *et al.*, 2001; Sun *et al.*, 2004; Huang *et al.*, 2004; Liu *et al.*, 2007). This technique was further developed by Sudarmaji and Kitagawa (2015) known as Temperature Modulation with Specified Detection Point (Temperature Modulation-SDP). And, the use of MOS in detection of Patchouli Oil has been also done by Sudarmaji *et al.* (2018) that successfully distinguished between Patchouli Oil and Clove Oil clearly. However, there are no studies yet that test the modulations on MOS gas sensors to detect the Patchouli Oil adulteration (such as with Candlenut Oil). Since the applied modulation leads unique response to a particular substance, it is believed that the modulations will change according to the adulterant of Patchouli Oil. Therefore, this paper presents the characterization of array MOS gas sensors that driven in Temperature Modulation to indicate the adulteration substance (i.e., Candlenut Oil) in Patchouli Oil.

MATERIAL AND METHODS

The measurement materials include MOS gas sensors, sensor chamber, sample headspace, reference headspace, bottle vial, syringe/vapor injector, mini air pump, acquisition unit, and computer unit with acquisition interface software. The solution samples consist of pure Patchouli Oil, pure Candlenut Oil, and mixture of Patchouli Oil and Candlenut (i.e. 5%, 10%, 15%, and 20%). Thus, we examined 6 categories of solution samples. While the content of Patchoulol (patchouli alcohol) of Patchouli Oil were tested using the Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) method.

The measurement setup and apparatus of measurement are shown in Figure 1 and Figure 2 respectively. The nine MOS gas sensors (Table 1), which aimed to sense several odorous gases and volatiles, were used to capture the vapor of Patchouli Oil. All sensors were put inside a sensor chamber made of 5 mm acrylic and formed into 693 cm³ square box (11x9x7) cm. MOS gas sensors are operated in dynamic mode with temperature modulation-SDP technique. We tested 3 modulations: without modulation, 0.25 Hz modulation, and 1 Hz modulation. The outputs are acquired to a computer through PSoC CY8C28445-24PVXI based interface unit and xBee wireless communication. The excel file is created to store the output data.

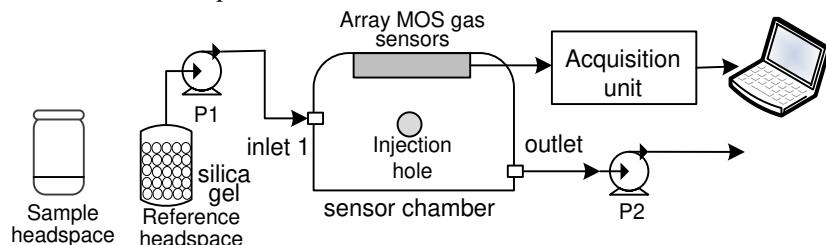


FIGURE 1. Measurement diagram for capturing vapor of Patchouli Oil sample

TABLE 1. MOS gas sensor for capturing gases and volatiles of Patchouli Oil

No	Type	Main Gas/Vapor Target	Range
1.	TGS-2602	Odorous gases (Ammonia, Ethanol)	1-100 ppm
2.	TGS-2620	Solvent (organic) vapors	50 – 5,000 ppm
3.	TGS-2600	Air Contaminants (H ₂ , CO)	1-30 ppm
4.	MQ-5	Natural gas, Coal gas	200-10,000 ppm
5.	MQ-135	Air Quality Control	10-200 ppm
6.	MQ-138	Wide volatile compound	200-10,000 ppm
7.	FIS-12A	Methane	300-7,000 ppm
8.	FIS-30SB	Alcohol	1-100 ppm
9.	FIS-AQ1	Volatile organic compound	10-10,000 ppm

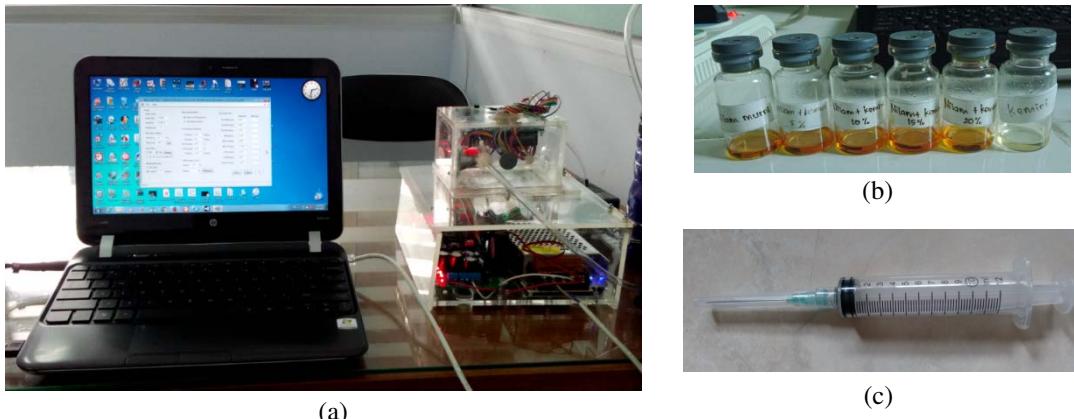


FIGURE 2. (a) Measurement apparatus, (b) sample of Patchouli Oil in a 15 ml vial headspace, (c) 10 ml syringe for transporting gas and vapor of Patchouli Oil to sensor chamber

The samples used to be detected were as follow: (1) Pure (100%) Patchouli Oil, (2) Pure (100%) Candlenut oil, (3) Mixture of 5% of Candlenut oil in Patchouli Oil, (4) Mixture of 10% of Candlenut oil in Patchouli Oil, (5) Mixture of 15% of Candlenut oil in Patchouli Oil, and (6) Mixture of 20% of Candlenut oil in Patchouli Oil. And, we tested three Modulations to drive the MOS gas sensors: (1) Without Modulation, (2) 0.25 Hz Modulation, and (3) 1 Hz Modulation. Each measurement of sample was five times repeated. Thus, we got 90 measurements.

Vapor Measurement Steps

The solution sample is prepared as follow: An aliquot (1 mL) of sample solution was put inside the static headspace vial to generate its vapor. A 15 mL glass bottle with rubber cap was used as a static headspace vial. The vapor of Patchouli Oil was manually delivered to the sensor chamber using a 10 mL syringe when measuring step. One cycle measurement consists of two steps: Patchouli Oil vapor measurement (R_g), and purging phase as shown in Figure 3.

The pumps (P1 and p2) were switched on when warming up and purging phase, and stopped when measuring the R_g . The output was defined as R_g where R_g is resistance when measuring vapor of Patchouli Oil. Dry air (filtered by silica gel) was constantly pumped to the sensor chamber when warming up and purging process. Acquisition software was developed under Visual Studio 2019 to set the temperature modulation and to show and store the MOS outputs into an MS Excel file.

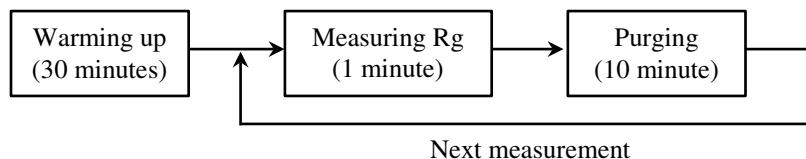


FIGURE 3. Measurement steps of Patchouli Oil.

Characterization and Analysis

We applied three ways to analysis the characteristic of MOS gas sensors in discriminating the type of samples for indicator the adulteration. They are: (1) The individual response characteristics using box plot method, (2) The significance of each MOS gas sensors to outputs in sensing samples using Loading plot of Principle Component Analysis (PCA), and (3) Classification Performance using score plot of Principle Component Analysis (PCA). PCA was performed by means of Minitab 16 Statistical Software.

RESULT AND DISCUSSION

Individual response of MOS gas sensors on various Patchouli Oil adulterations

One measurement (R_g) was acquired as many 30 data/sample, resulted from each 2 second in 1 minute measurement. We used box plot analysis to show the ability of MOS to sense and distinguish the five kinds of patchouli oil adulteration.

We found that the MOS sensors can sense vapor of patchouli oil with different adulterations. However, almost the responses of MOS gas sensors in each modulation driven were highly overlap, as exemplified in Figure 4. Therefore, there is no single MOS gas sensor used (i.e. general gases and volatiles sensor) that able to distinguish among the type of samples, especially discriminating the non-adulterated and adulterated Patchouli Oil.

The compound complexity of Patchouli Oil vapor might cause the overlapping response. Beek & Joulain (2017), reported that it is found 32 detected peaks and their odor descriptions of Patchouli Oil using GC-MS analysis. Besides, the MOS sensors tended to drift [16] and to have poor selectivity (cross-sensitivity) to other gases [17,18]. MOS sensor could be selective to a certain gas but its cross-sensitivity to other gases was not negligible [19]. Table 2 shows detected peaks using GC-MS when measuring the 2 samples of Patchouli Oil.

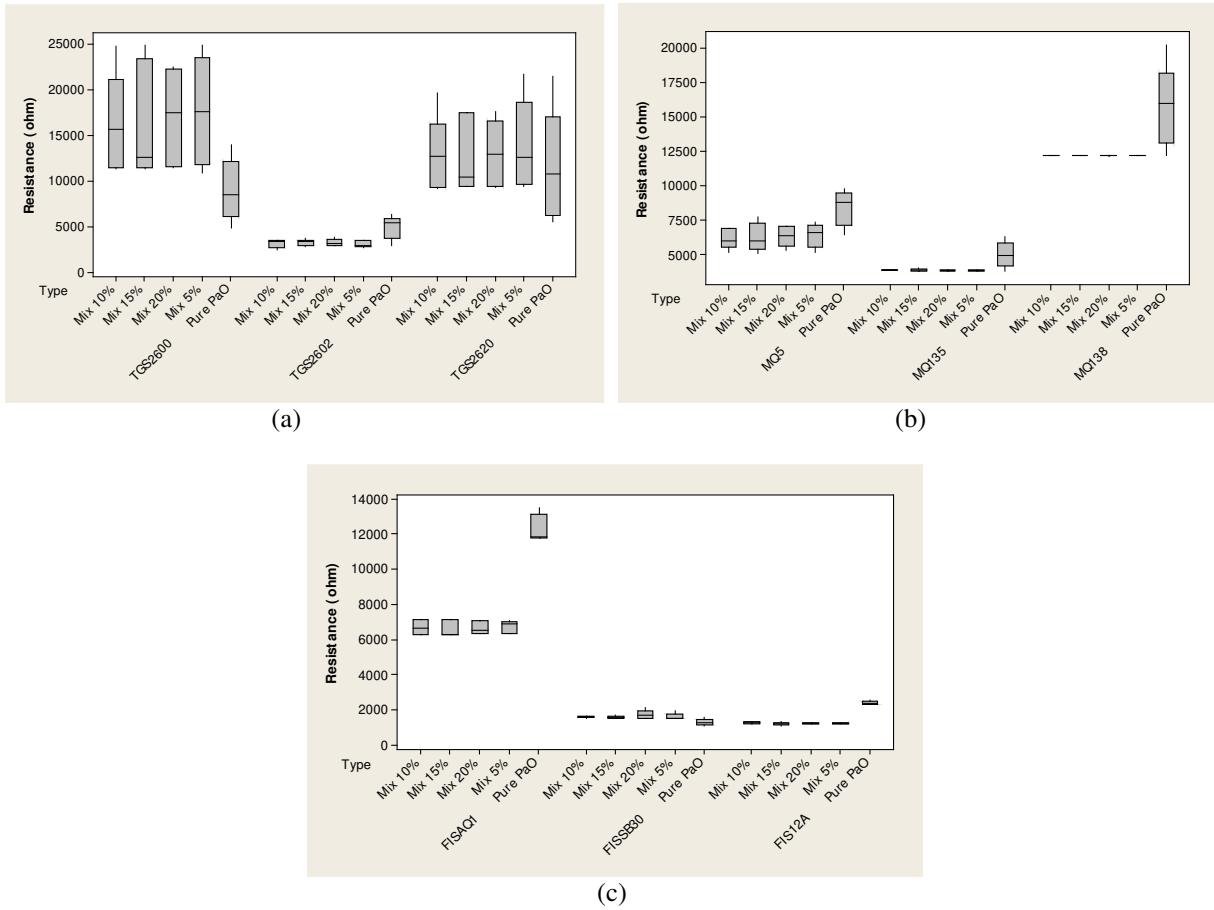


FIGURE 4. Box plot of (a) TGS series, (b) MQ series, and (c) FIS series on 0.25 Hz Modulation.

TABLE 2. Peaks detected by means of GC-MS method of Patchouli Oil

Sample	Patchouli level	GC-MS Peak detected
Patchouli Oil 1	26.94%	80
Patchouli Oil 2	29.52%	100

Identification of Patchouli Oil adulterations

We utilized the Principal Component Analysis (PCA) to evaluate the selectivity performance in discriminating among the 5 adulteration treatments. Figure 8 shows the PCA plot of discrimination of five categories Patchouli Oil performed by 9 MOS gas sensors used to each Modulation. It can be seen that Modulation on 0.25 Hz leads the sensors to give clear selective response to discriminate between pure and mixture of Patchouli Oil.

PCA result also reveals that the first two principal components were holding 76% of the data. PCA is commonly used as a feature extraction part to test selectivity performance and as a linear classification technique. It is usually utilized in correlation with cluster analysis and visualization of the differences among the treatments. The large dimension of interrelated variables is reduced into few important principal components. The first two or three uncorrelated components hold the most significant variation present in all variables and widely used in the various applications [20].

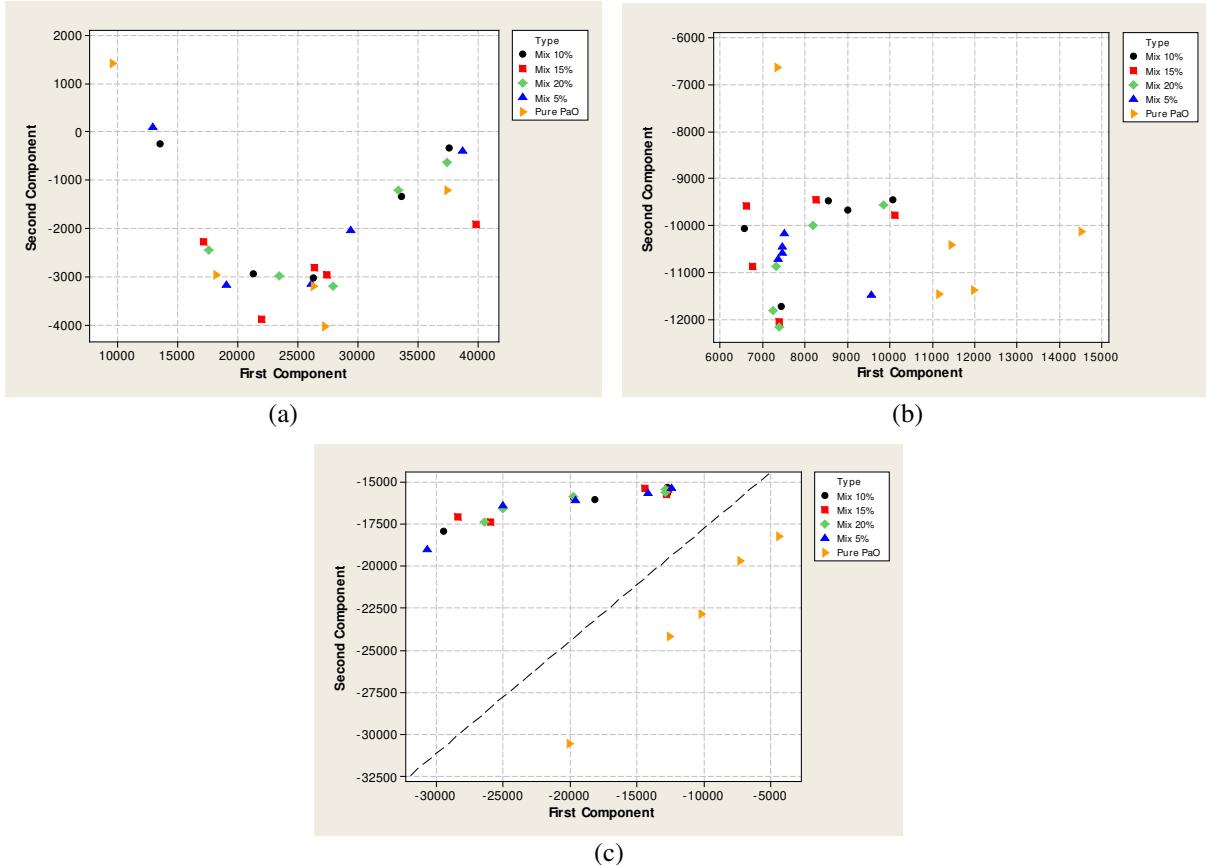


FIGURE 5. Score plots of each MOS gas sensor on (a) without modulation, (b) 1 Hz modulation, and (c) 0.25 Hz modulation

Then, we used the loading plot of Principal Component Analysis (PCA) to know the effect or significance of each MOS gas sensor to the resistance in sensing the 5 samples of adulterations. As shown in Figure 6, the length of loading plots of all MOS gas sensors were not similar.. Therefore, we chose only 6 MOS gas sensors that give high significance to evaluate their performance for indicating the presence of adulterant substance in patchouli oil. The 6 MOS gas sensors are TGS-2600, TGS-2602, TGS-2620, MQ-5, MQ-138, and FIS-AQ1.

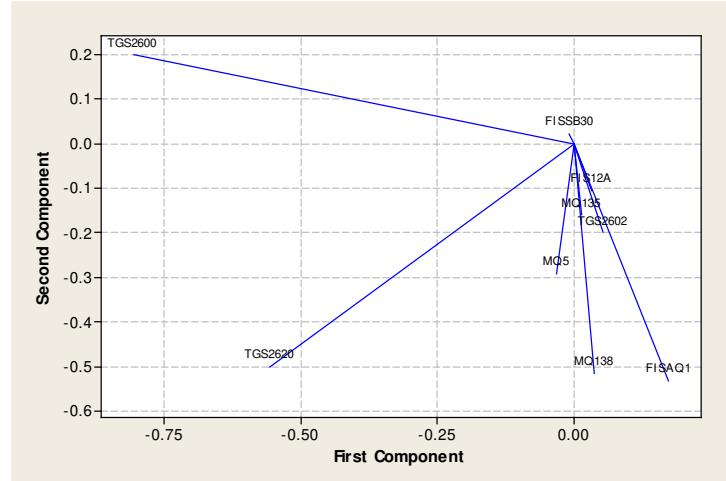


FIGURE 6. The loading plot on MOS gas sensor on 0.25 Hz Modulation

And, the performance of the 6 chosen MOS gas sensor to distinguish 6 samples of adulteration is shown in Figure 7. It can be seen that using the 6 Selected MOS gas sensors, the selectivity performance of MOS to distinguish between pure Patchouli Oil and Mixed with candle Oil is similar to all MOS. It means the eliminated MOS gas sensors really less significance, yet the system still have same performance. However, it also reveals that there are many miss-clustering among groups of Patchouli Oil with adulteration to discriminate the level of composition/percentage. It seems that there is similar substance between Patchouli Oil and Mixed with candle Oil since they are made from vegetable oil.

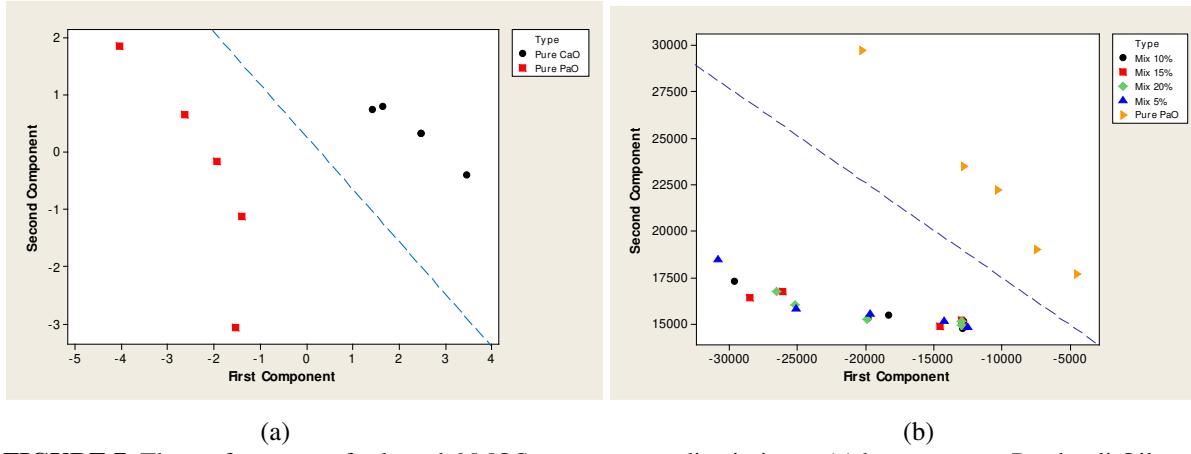


FIGURE 7. The performance of selected 6 MOS gas sensor to discriminate: (a) between pure Patchouli Oil and Candlenut Oil, and (b) between Pure Patchouli Oil and adulterated Patchouli Oil.

CONCLUSION

The research presents a test of MOS gas sensors (TGS-2600, TGS-2602, TGS-2620, MQ-5, MQ-135, MQ-138, FIS-AQ1, FIS-SB30, and FIS-12A) for measuring vapor of Patchouli Oil in mixture Candlenut Oil by 5%, 10%, and 15%. It is found that the 6 most significant MOS gas sensors to discriminate between pure Patchouli Oil and mixture Patchouli Oil are TGS-2600, TGS-2602, TGS-2620, MQ-5, MQ-138, and FIS-AQ1. By PCA classification, the system which applied modulation of 0.25 Hz on MOS gas sensors is proper to distinguish clearly between pure Patchouli Oil and adulterated Patchouli Oil (mixed with Candlenut oil). However, it has not been able to determine the classification of the mixture level of the adulterated Patchouli Oil.

ACKNOWLEDGMENTS

Authors thank to Universitas Jenderal Soedirman and DIKTI for providing fund for this research through scheme of Riset Unggulan 2021.

REFERENCES

- [1] Haryono W. Export News Indonesia: patchouli oil. Jakarta, Indonesia: 2015.
- [2] Schmidt E. *Production of Essential Oils*. In: Bas, er KHC, Buchbauer G, editors. *Handb. Essent. Oils Sci. Technol.* (Appl., Boca Raton, FL, CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016), p. 1116.
- [3] Hapsari A. Indonesia Pensuplai Utama Tiga Komoditi Minyak Atsiri. Suara Merdeka News 2018.
- [4] Jandico. Aroma Atsiri: Price List August 2020. 2020.
- [5] Schmidt E, Wanner J. *Adulteration of Essential Oils*. In: Bas, er KHC, Buchbauer G, editors. *Handb. Essent. Oils Sci. Technol.* (Appl., Boca Raton, FL: CRC Press Taylor & Francis Group, 2016), p. 1116.
- [6] S. Kim, H. Kim, I. C. Lee, K. Cheong, M. Lim. The quantitative analysis of aroma gas with gas sensors, Kor J. Aesthet Cosmetol. **11**, 1163–1179 (2013).
- [7] A. Gorji-chakespari, A. M. Nikbakht, F. Sefidkon, M. Ghasemi-varnamkhasti, E. L. Valero. Classification of essential oil composition in Rosa damascena Mill. genotypes using an electronic nose. J Dermatol Sci **4**, 27-34 (2016).
- [8] X. Huang, F. Meng, Z. Pi, W. Xu, J. Liu. Gas sensing behavior of a single tin dioxide sensor under dynamic temperature modulation. Sensors Actuators, B Chem **99**, 444–50 (2004).
- [9] J. Liu, X. Huang, F. Meng. The Dynamic Measurements of SnO₂ Gas Sensors and Their Applications. (Nova Science Publishers, New York, NY, USA, 2007), p. 177–214.
- [10] A. Ortega, S. Marco, A. Perera, T. Šundic, A. Pardo, J. Samitier. An intelligent detector based on temperature modulation of a gas sensor with a digital signal processor. Sensors Actuators, B Chem. **78**, 32–9 (2001).
- [11] Y. Sun, X. Huang, F. Meng, J. Liu, Study of influencing factors of dynamic measurements based on SnO₂ gas sensor. Sensors. **4**, 95–104 (2004).
- [12] A. P. Lee, B. J. Reedy, Temperature modulation in semiconductor gas sensing. Sensors Actuators, B Chem **60**, 35–42 (1999).
- [13] A. Sudarmaji, A. Kitagawa, Sensors & transducers temperature modulation with specified detection point on metal oxide semiconductor gas sensors for e-nose application. Sensors & Transducers, **186**, 93–103 (2015).
- [14] A. Sudarmaji, A. Margiwiyatno, R. Ediati, A. Mustofa, Vapor measurement system of essential oil based on mos gas sensors driven with advanced temperature modulation technique, IOP Conf Ser Earth Environ Sci 2018;147:10. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/147/1/012046>.
- [15] T. A. V. Beek, D. Joulain, The essential oil of patchouli, Pogostemon cablin: A review. Flavour Fragr J 33, 6–51 (2017).
- [16] A. Hierlemann, R. Gutierrez-Osuna, Higher-order chemical sensing, Chem Rev. **108**, 563–613.
- [17] A. Bermak, S. B. Belhouari, M. Shi, D. Martinez. Pattern Recognition Techniques for Odor Discrimination in Gas Sensor Array. Encycl Sensors. **10**, 1–17 (2005).
- [18] S. Di Carlo, M. Falasconi, Drift Correction Methods for Gas Chemical Sensors in Artificial Olfaction Systems: Techniques and Challenges, Adv Chem Sensors 2012:305–26. <https://doi.org/10.5772/33411>.
- [19] A. Wilson, M. Baietto, Applications and advances in electronic-nose technologies, Sensors. **9**, 99–148 (2009).
- [20] Z. Haddi, M. Bougrini, K. Tahri, Y. Braham, M. Souiri, N. El Bari, et al. A hybrid system based on an electronic nose coupled with an electronic tongue for the characterization of moroccan waters, Sensors & Transducers. **27**, 190–197 (2014).

Measurement of Patchouli oil vapor using array of MOS gas sensors in various adulteration substances and concentrations

^{1,*}Sudarmaji, A., ¹Margiwiyatno, A., ¹Sulistyo, S.B. and ²Saparso

¹Study Program of Agricultural Engineering, Agriculture Faculty, Jenderal Soedirman University, Dr.Soeparno, Karangwangkal, Purwokerto, Indonesia

²Department of Agrotechnology, Agriculture Faculty, Jenderal Soedirman University, Dr.Soeparno, Karangwangkal, Purwokerto, Indonesia

Article history:

Received: 7 December 2020

Received in revised form: 21 June 2021

Accepted: 23 June 2021

Available Online: 4 July 2021

Keywords:

Patchouli Oil,
Adulteration,
MOS gas sensor,
Essential oil,
PCA

DOI:

[https://doi.org/10.26656/fr.2017.5\(S2\).016](https://doi.org/10.26656/fr.2017.5(S2).016)

Abstract

Indonesia is one of the main suppliers of Patchouli oil in the world market. It has high economical value. Indonesian Patchouli oil is mostly produced by SMEs using the distillation technique. However, the high demand and price of Patchouli oil led to the fraud of adulteration. SMEs intentionally mixed Patchouli oil with cheaper oils. This paper presented the vapor measurement of Patchouli oil by using an array of metal oxide semiconductor gas sensors (MOS) which may apply to indicate the presence of adulteration substance in Patchouli oil. A total of nine MOS gas sensors were tested. All MOS are driven with temperature modulation technique. We built an acquisition unit based on the PSoC device to acquire the MOS outputs to a computer. We tested two adulteration substances (palm oil and biodiesel oil), and two compositions (1:3 and 1:5) on two levels of Patchouli oil. Individual response of MOS was examined. The Principle Component Analysis (PCA) method was used to show the classification performance to distinguish the adulteration types in Patchouli oil. We found that there was no single MOS that able to distinguish the adulteration individually, and there were many overlapping responses to adulteration substances and compositions. The PCA results showed that on each level of Patchouli oil, nine MOS gas sensors can distinguish clearly between the with and without adulteration substances (palm oil and biodiesel oil).

1. Introduction

Patchouli oil is a leading export commodity in Indonesia. Indonesia is the three larger suppliers to the world market of Patchouli oil (Hapsari, 2018; Schmidt, 2016). Among the various essential oils in Indonesia, Patchouli oil has good prospect and price in the international market. The quality of Indonesia's Patchouli oil is known to be the best and holds a world market share of up to 85%. (Haryono, 2015). Patchouli oil has a high priced value in the oil industry. The price of Indonesia's Patchouli oil in August 2020 was 52.30 USD to 62.10 USD per kg for a minimum order quantity of 1000 kgs (Jandico, 2020).

In Indonesia, Patchouli oil is mostly resulted by SMEs from steam distillation of leaves, stems and branches of patchouli plant (*Pogostemon cablin* Benth.). The Patchouli oil has a fresh and distinctive aroma of the plant which cannot be substituted by synthetic material. Patchouli oil is obtained through a distillation process

which is taken from a separator tank. In general, the separation is done by waiting for the oil to cool in order to avoid the water particles move to Patchouli oil. Oil contaminated with water will reduce shelf life that leads to lower price. However, the quality of Patchouli oil produced by many SMEs has not been met the requirement.

Due to the high economic value and high demand of Patchouli oil, the Patchouli oil is subjected to be adulterated with other cheap oils to get economical profit. SMEs intentionally added Patchouli oil with cheaper oils to increase the weight. The practice of adulteration becomes an issue for consumers, producers, and regulatory bodies. The lack of knowledge and the availability of tools to detect the presence of impurities in Patchouli oil cause local collector/SME to experience a lot of economic losses when selling their products to exporter or industries (Haryono, 2015). Thus, it is needed an instrumental technique to assure the authenticity of Patchouli oil by indicating the presence of

*Corresponding author.

Email: arief.sudarmaji@unsoed.ac.id

sufficient accuracy for the level of SME.

Currently, the determination of Patchouli oil contents accurately and widely applied is using the Gas Chromatography-Mass Spectrometry method. GC and HPLC physico-chemical analysis are the most advanced methods among them. Some adulterations can be detected simply by GC-MS tests with technology such as GC-IRMS and SNIF-NMR (Schmidt and Wanner, 2016). However, this method may not be used by SMEs because of the complexity of use and the price of the equipment is very expensive, beyond the ability of SMEs.

The gases and volatiles of essential oils can be captured using an array of Metal Oxide Semiconductor (MOS) gas sensors. The MOS gas sensor is small and compact, and are multi-series to detect a wide variety of compounds. Several studies that have utilized the MOS sensor gas line, including Kim *et al.* (2013) distinguished essential oils from sweet oranges, chamomile flowers, and jasmine flowers, and Gorji-Chakespari *et al.* (2016) detected and classified the variety of Rosa Damascena oil into three categories. And one technique that has been studied for a long time and succeeded in increasing the sensitivity and selectivity of MOS is temperature modulation (Ortega *et al.*, 2001; Sun *et al.*, 2004; Huang *et al.*, 2004; Liu *et al.*, 2007). This technique was further developed by Sudarmaji and Kitagawa (2015) known as Temperature Modulation with Specified Detection Point (Temperature Modulation-SDP). Sudarmaji *et al.* (2018) used this technique to measure volatility and were able to clearly distinguish between Patchouli oil and clove oil. This paper presents the vapor measurement of Patchouli oil by using an array of MOS gas sensors operated in Temperature Modulation that may indicate the presence of adulteration substance in Patchouli oil as adulterated or unadulterated Patchouli oil.

2. Materials and methods

2.1 Sample of Patchouli oil

The samples of pure Patchouli oil are from SMEs in Banyumas regency, Central Java, Indonesia. The samples have tested the level of Patchouli oil using the

Gas Chromatography-Mass Spectrometry method. We chose two levels of Patchouli oil (26.94%, and 29.52%). Patchouli oil content is defined from the content of Patchoulol (patchouli alcohol). And, we used palm oil and biodiesel oil as the impurities of Patchouli oil. We tested two portions of the impurity oil to Patchouli oil, namely 1:3 and 1:5. Thus, we had 5 categories of each level of Patchouli oil, i.e. without adulteration (pure), Patchouli oil + palm oil (1:3), Patchouli oil + palm oil (1:5), Patchouli oil + biodiesel oil (1:3), and Patchouli oil + biodiesel oil (1:5). Each measurement of the sample was five times repeated.

2.2 Measurement and experiment setup

The measurement diagram of Patchouli oil using static headspace and static measurement can be seen in Figure 1. The nine MOS gas sensors (Table 1), which pointed to sense several odorous gases and volatiles, were employed to capture the vapor of Patchouli oil. All MOS have operated in dynamic mode with temperature modulation-SDP technique. The temperature Modulation -SDP used was square modulation on 0.25 Hz. All sensors were put inside a sensor chamber made of 5 mm acrylic and formed into 693 cm³ square box (11x9x7) cm. The outputs are acquired to a computer through PSoC CY8C28445-24PVXI based interface unit.

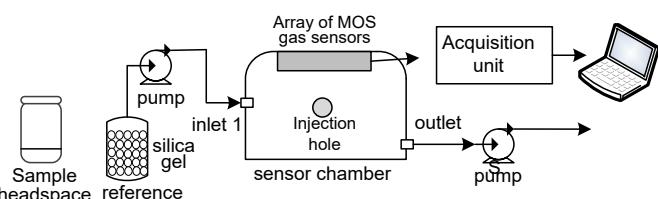


Figure 1. Diagram of static measurement for capturing vapor of Patchouli oil

A 15 mL glass bottle with rubber cap was used as a static headspace vial. An aliquot (1 mL) of Patchouli oil solution was put inside the static headspace vial. The sample was heated to the boiling point of Patchouli oil (280°C) for 5 mins. The vapor of Patchouli oil was manually delivered to the sensor chamber using a 3 mL syringe. One cycle measurement consists of three steps: heating the sample, Patchouli oil vapor measurement

Table 1. MOS gas sensor for capturing gases and volatiles of Patchouli oil

No	Type	Gas Target	Range
1	TGS-2602	Odorous gases (Ammonia, Ethanol)	1-100 ppm
2	TGS-2620	Solvent (organic) vapors	50 – 5,000 ppm
3	TGS-2600	Air Contaminants (H ₂ , CO)	1-30 ppm
4	MQ-5	Natural gas, Coal gas	200-10,000 ppm
5	MQ-135	Air Quality Control	10-200 ppm
6	MQ-138	Wide volatile compound	200-10,000 ppm
7	FIS-12A	Methane	300-7,000 ppm
8	FIS-30SB	Alcohol	1-100 ppm
9	FIS-AQ1	Volatile organic compound	10-10,000 ppm

(R_g), and purging phase as shown in Figure 2. The pumps were switched on when measuring the R_o and purging phase, while the pumps were stopped when measuring the R_g. The output was defined as R_g where R_g is resistance when measuring vapor of Patchouli oil. Dry air (filtered by silica gel) was constantly pumped to the sensor chamber and was used as a reference. An acquisition software was developed under Visual Studio 2019 to set the temperature modulation and to show and store the MOS outputs into an MS Excel file.

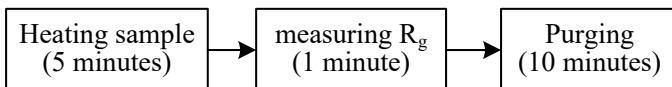


Figure 2. Measurement steps of Patchouli oil.

3. Results and discussion

3.1 Measurement system of Patchouli oil

Figure 3 shows the measurement apparatus, software interface, sample of Patchouli oil inside the static headspace vial, and injection step. The interface unit, PSoC CY8C28445-24PVXI, was programmed to generate the temperature modulation signal and acquired the output of MOS gas sensors. We configured the pair of XBee (IEEE 802.15.4) into direct transmission (point to point) using XCTU software, as coordinator and as a router (Digi, 2008). Both XBees were configured on 19200 bps, 8 bit, no parity, 1 stop bit and none flow control which accorded with PSoC serial communication. Sudarmaji *et al.* (2018) applied these configurations to measure the Clove Oil and Patchouli oil, and the use of 0.25 Hz temperature modulation led to distinguish between Clove Oil and Patchouli oil clearly.

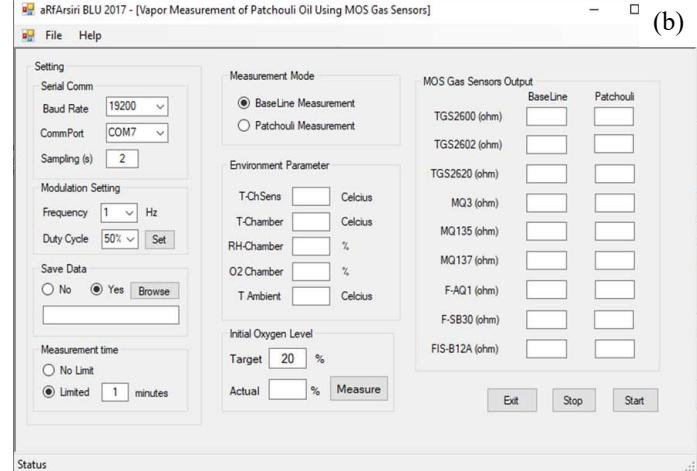
The Temperature Modulation signals are settable and the output sensors are acquired respectively into personal computer wirelessly using developed software under Visual Basic.Net 2019. The software creates a file (Excel) to store data and determine automatically the average value of each sensor for each measurement. The acquisition software creates automatically 3 worksheets to store the values of R_o, R_g, and their ratio.

3.2 Individual response of MOS gas sensors on various Patchouli oil adulterations

We investigated the response of each MOS gas sensor on 5 kinds of adulteration Patchouli oils, namely: pure Patchouli oil, 1:3 Patchouli oil with palm oil, 1:5 Patchouli oil with palm oil, 1:3 Patchouli oil with biodiesel oil, and 1:5 Patchouli oil with biodiesel oil. The measurements were acquired 150 data/sample of Patchouli oil (30 data and repeated 5 times). For the individual response of MOS gas sensor, we used box plot analysis to show the ability of MOS to sense and distinguish the five kinds of Patchouli oil adulteration.



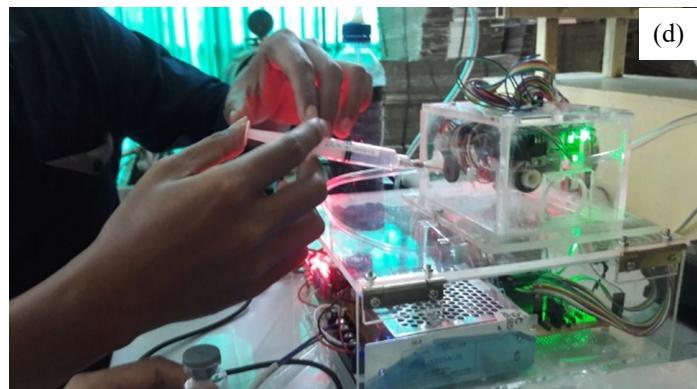
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 3. (a) measurement apparatus, (b) software interface, (c) static headspace vial, and (d) vapor injection process.

For example, the box plot graphs of resistances of each MOS gas sensor to sense the 5 adulterations on Patchouli oil of 26.94% are shown in Figure 4, 5, and 6. It can be seen that the MOS sensors can sense vapor of

Patchouli oil with different adulterations. We found that among the MOS tested, the TGS and MQ series tended to have a lower resistance value when sensing Patchouli oil without adulteration than when sensing Patchouli oil with adulteration. Meanwhile, the FIS series tended to give the opposite response. And, Figure 5 also reveal that MQ5 was the least sensitive to the various adulteration types which its box plots show almost at the same range of resistance for the 5 treatment of adulteration.

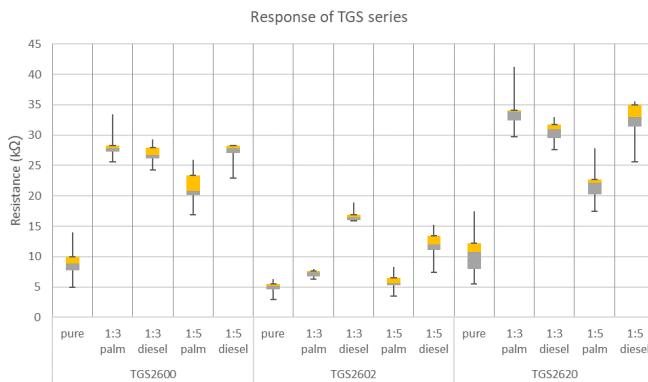


Figure 4. Response of individual TGS Series on 5 adulterations of 26.94% Patchouli oil

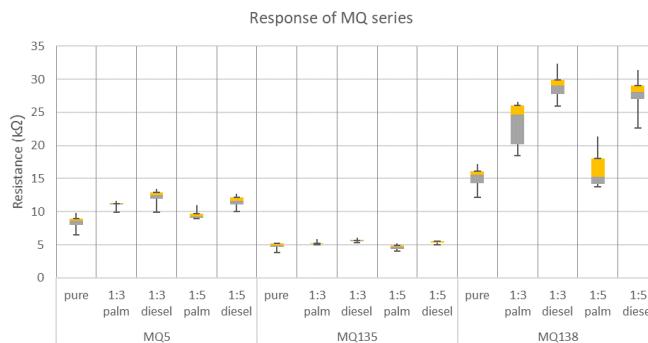


Figure 5. Response of individual MQ series on 5 adulterations of 26.94% Patchouli oil

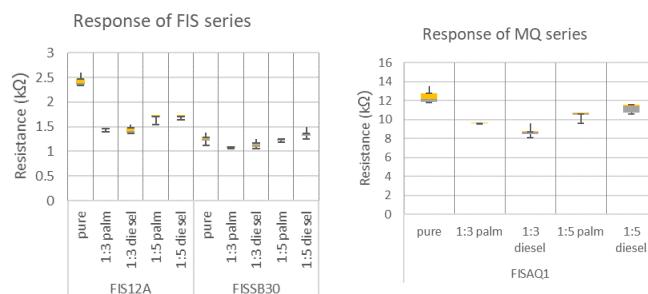


Figure 6. Response of individual FIS series on 5 adulterations of 26.94% Patchouli oil

However, it also clearly seen that almost all MOS gas sensor has high overlap response among 5 kinds of adulteration. So that there is no single MOS gas sensor used (i.e. general gases and volatiles sensor) that able to distinguish them. It might be caused by the compound complexity of Patchouli oil vapor. Table 2 shows detected peaks using GC-MS when measuring the 2 samples of Patchouli oil. Van Beek and Joulain (2017) reported that it is found 32 detected peaks and their odor descriptions of Patchouli oil using GC-MS analysis.

Besides, the MOS sensors tended to drift (Hierlemann and Gutierrez-Osuna, 2008) and to have poor selectivity (cross-sensitivity) to other gases (Bermak *et al.*, 2005; Di Carlo and Falasconi, 2012). MOS sensor could be selective to a certain gas but its cross-sensitivity to other gases was not negligible (Wilson and Baietto, 2009).

Table 2. Peaks detected by means of GC-MS method of Patchouli oil

Sample	Patchouli level	GC-MS Peak detected
Patchouli oil 1	26.94%	80
Patchouli oil 2	29.52%	100

3.3 Identification of Patchouli oil adulterations

We used the loading plot of Principal Component Analysis (PCA) to know the effect or significance of each MOS gas sensor to the resistance in sensing the 5 samples of adulteration. As shown in Figure 7, the length of loading plots of all MOS gas sensors was closely similar, either on 26.94% Patchouli oil or 29.52% Patchouli oil. Therefore, we applied the 9 MOS gas sensors to evaluate their performance for indicating the presence of adulterant substance in Patchouli oil.

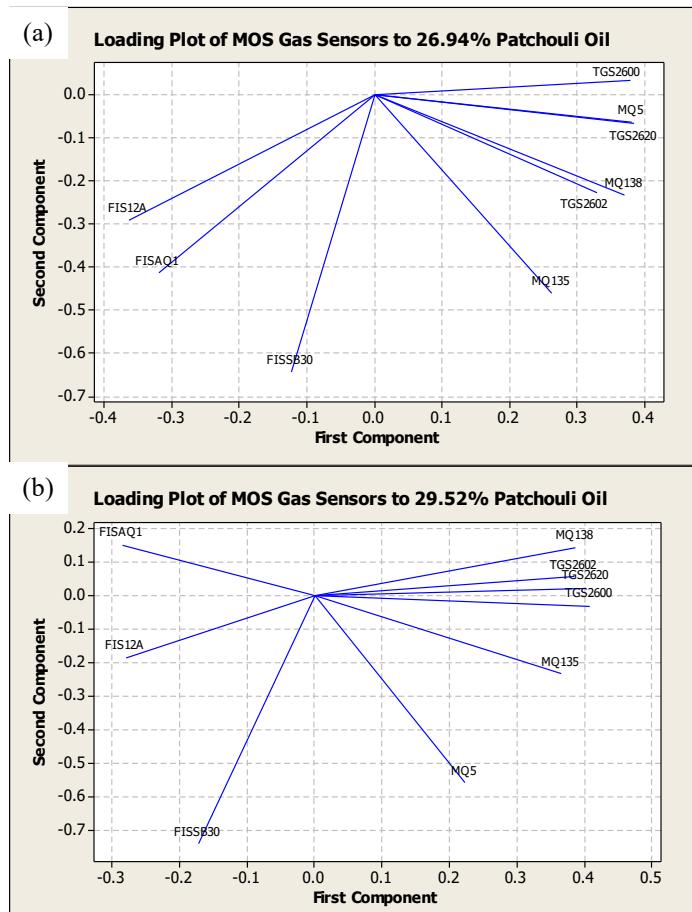


Figure 7. Loading plot of MOS gas sensors to (a) 26.94% Patchouli oil and (b) 29.52% Patchouli oil

We utilized the Principal Component Analysis (PCA) to evaluate the selectivity performance in discriminating among the 5 adulteration treatments.

Figure 8 shows the PCA plot of discrimination of five categories on 26.94% Patchouli oil and 29.52% Patchouli oil. The first two principal components were holding 75.4% of the data. PCA is commonly used as a feature extraction part to test selectivity performance and as a linear classification technique. It is usually utilized in correlation with cluster analysis and visualization of the differences among the treatments. The large dimension of interrelated variables is reduced into few important principal components. The first two or three uncorrelated components hold the most significant variation present in all variables and widely used in the various application (Haddi *et al.*, 2014).

Figure 8 depicts that by using the first two principal components, the nine MOS gas sensors able to discriminate clearly the Patchouli oil with adulteration or Patchouli oil without adulteration (separated by a linear dash line). However, it also reveals that there are some miss-clustering among groups of Patchouli oil with adulteration to discriminate the kind of substance and composition. It seems that there is similar substance between palm oil and biodiesel oil since the biodiesel is made from vegetable oil. Recent Indonesian biodiesel is a mix of 20% palm oil-based biodiesel with 80% fossil fuel (called B20) (Silalahi *et al.*, 2020).

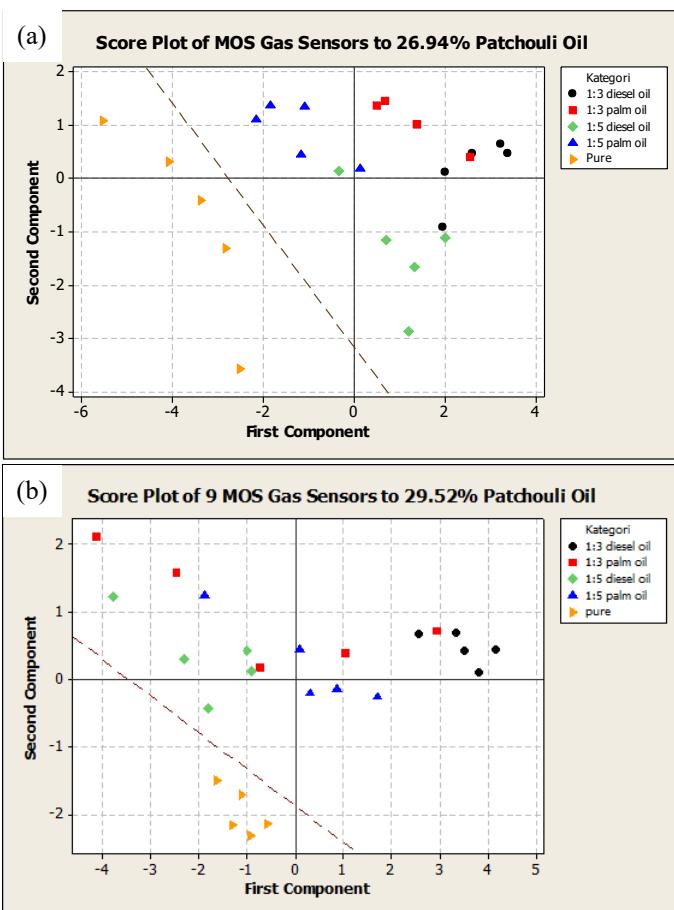


Figure 8. PCA discrimination plot of (a) 26.94% Patchouli oil and (b) 29.52% Patchouli oil

4. Conclusion

This paper presents a test of MOS gas sensors (TGS-2600, TGS-2602, TGS-2620, MQ-5, MQ-135, MQ-138, FIS-AQ1, FIS-SB30, and FIS-12A) for measuring Patchouli oil in various impurities and concentrations. Those MOS gas sensors, which basically designed to sense odorous gases, volatile compound, and organic solvent, had a good response for indicating the presence of impurity substances (palm oil and biodiesel oil) in Patchouli oil as adulteration. The impurity compositions for Patchouli oil were 1:3 and 1:5. By using the PCA tool, the MOS gas sensors had a strong performance to discriminate the Patchouli oil with adulteration or Patchouli oil without adulteration.

Conflict of interest

The authors declare no conflict of interest.

Acknowledgments

Authors thank to Universitas Jenderal Soedirman and DIKTI for providing fund for this research through scheme of Riset Unggulan 2020.

References

- Beek, T.A.V. and Joulain, D. (2017). The essential oil of patchouli, *Pogostemon cablin*: A review. *Flavour and Fragrance Journal*, 33(1), 6-51. <https://doi.org/10.1002/ffj.3418>
- Bermak, A., Belhouari, S.B., Shi, M. and Martinez, D. (2005). Pattern Recognition Techniques for Odor Discrimination in Gas Sensor Array. *The Encyclopedia of Sensors*, X, 1–17.
- Di Carlo, S. and Falasconi, M. (2012). Drift Correction Methods for Gas Chemical Sensors in Artificial Olfaction Systems: Techniques and Challenges. In Wang, W. (Ed.). *Advances in Chemical Sensors*. InTech Open E-Book. <https://doi.org/10.5772/33411>
- Digi. (2008). X-CTU Configuration and Test Utility Software: User's Guide. Retrieved from Digi website: <https://www.digi.com/resources/documentation/digidocs/PDFs/90001458-13.pdf>
- Gorji-Chakespari, A., Nikbakht, A.M., Sefidkon, F., Ghasemi-Varnamkhasti, M. and Valero, E.L. (2016). Classification of essential oil composition in *Rosa damascena* Mill. genotypes using an electronic nose. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, 4, 27-34. <https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2016.07.004>
- Haddi, Z., Bougrini, M., Tahri, K., Braham, Y., Souiri, M., Bari, N. El, Maaref, A., Othmane, A., Jaffrezic-Renault, N. and Bouchikhi, B. (2014). A hybrid

- FULL PAPER
- system based on an electronic nose coupled with an electronic tongue for the characterization of moroccan waters. *Sensors and Transducers*, 27 (May), 190–197.
- Hapsari, A. (2018, April). Indonesia Pensuplai Utama Tiga Komoditi Minyak Atsiri. Suara Merdeka News. [In Bahasa Indonesia].
- Haryono, W. (2015). Export News Indonesia: Patchouli oil. Indonesia: Directorate General of National Export Development, Ministry of Trade of The Republic of Indonesia.
- Hierlemann, A. and Gutierrez-Osuna, R. (2008). Higher-order chemical sensing. *Chemical Reviews*, 108, 563 –613. <https://doi.org/10.1021/cr068116m>
- Huang, X., Meng, F., Pi, Z., Xu, W. and Liu, J. (2004). Gas sensing behavior of a single tin dioxide sensor under dynamic temperature modulation. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 99(2–3), 444–450. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2003.12.013>
- Jandico. (2020). Price List August 2020. Retrieved from Jandico website: http://jandico.co.uk/wp-content/uploads/2020/08/Atsiri_August_2020.pdf
- Kim, S.T., Kim H.S., Lee, I.C., Cheong, K.J. and Lim, M.H. (2013). The Quantitative Analysis of Aroma Gas with Gas Sensors. *Korean Journal of Aesthetics and Cosmetology*, 11(6), 1163–1169.
- Liu, J., Huang, X. and Meng, F. (2007). The Dynamic Measurements of SnO₂ Gas sensors and their Applications. In Aswal, D.K. and Gupta, S.K. (Eds.). *Science and Technology of Chemiresistor Gas Sensors*, p. 177–214. New York, USA: Nova Science Publishers.
- Ortega, A., Marco, S., Perera, A., Šundic, T., Pardo, A. and Samitier, J. (2001). An intelligent detector based on temperature modulation of a gas sensor with a digital signal processor. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 78(1–3), 32–39. [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(01\)00788-2](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(01)00788-2)
- Schmidt, E. (2016). Production of Essential Oils. In Baser, K.H.C. and Buchbauer, G. (Eds.), *Handbook of Essential Oils: Science, Technology and Applications*. 2nd ed., p. 1116. Boca Raton, USA: CRC Press.
- Schmidt, E. and Wanner, J. (2016). Adulteration of Essential Oils. In Baser, K.H.C. and Buchbauer, G. (Eds.), *Handbook of Essential Oils: Science, Technology and Applications*. 2nd ed., p. 1116. Boca Raton, USA: CRC Press.
- Silalahi, F.T.R., Simatupang, T.M. and Siallagan, M.P. (2020). Biodiesel produced from palm oil in Indonesia: Current status and opportunities. *AIMS Energy*, 8(1), 81–101.
- Sudarmaji, A. and Kitagawa, A. (2015). Sensors and Transducers Temperature Modulation with Specified Detection Point on Metal Oxide Semiconductor Gas Sensors for E-Nose Application. *Sensors and Transducers*, 186(3), 93–103.
- Sudarmaji, A., Margiwiyatno, A., Ediati, R. and Mustofa, A. (2018). Vapor Measurement System of Essential Oil Based on MOS Gas Sensors Driven with Advanced Temperature Modulation Technique. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 147, 012046. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/147/1/012046>
- Sun, Y., Huang, X., Meng, F. and Liu, J. (2004). Study of Influencing Factors of Dynamic Measurements Based on SnO₂ Gas Sensor. *Sensors*, 4(6), 95–104. <https://doi.org/10.3390/s40670095>
- Wilson, A.D. and Baietto, M. (2009). Applications and advances in electronic-nose technologies. *Sensors*, 9 (7), 5099–5148. <https://doi.org/10.3390/s90705099>