

# Karakteristik dan Komposisi Minyak Atsiri Kulit Jeruk Nipis Pada Berbagai Lama Waktu Penyulingan Menggunakan Metode Hidrodistilasi

## Composition Of Lime Peel Essential Oil at Various Times Using Hydrodistillation Method

Qonita Raihani Fakhira\*, Sarifah Nurjanah, S. Rosalinda

Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Fakultas Teknologi Industri Pertanian, Universitas Padjadjaran, Jatinangor 45363, Indonesia

\*E-mail: qonita19002@mail.unpad.ac.id

Diterima: 12 Juli 2023; Disetujui: 29 September 2023

### ABSTRAK

Kulit jeruk nipis merupakan produk sampingan yang dihasilkan dari pengolahan sari buah jeruk nipis menjadi berbagai produk olahan. Kulit buah jeruk nipis mengandung berbagai senyawa kimia bermanfaat seperti flavonoid, terpenoid, fenolat, limonoid, alkaloid dan minyak atsiri. Minyak atsiri jeruk nipis dihasilkan dari proses ekstraksi. Waktu ekstraksi merupakan salah satu kunci untuk menghasilkan minyak atsiri dengan kualitas baik. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik dan komposisi senyawa kimia yang dihasilkan minyak atsiri kulit jeruk nipis dengan metode ekstraksi air (hidrodistilasi) pada berbagai waktu untuk mendapatkan kondisi terbaik. Penelitian ini menggunakan metode eksperimen dengan menerapkan empat perlakuan yang berbeda yaitu ekstraksi dengan lama waktu 3 jam, 4 jam, 5 jam, dan 6 jam. Parameter yang diamati adalah rendemen, berat jenis, indeks bias, warna dan komposisi kimia minyak atsiri yang dihasilkan. Rendemen minyak atsiri dari waktu ekstraksi 3 jam, 4 jam, 5 jam, dan 6 jam adalah 1,715%, 0,899%, 1,975% dan 1,909%. Berat jenis minyak atsiri 3 jam, 4 jam, 5 jam, dan 6 jam adalah 0,853, 0,851, 0,840 dan 0,862. Indeks bias minyak atsiri hasil ekstraksi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, dan 6 jam adalah 1,478, 1,479, 1,48 dan 1,482. Komposisi kimia minyak atsiri dianalisis menggunakan GC-MS dimana hasil terbaik diperoleh dari waktu ekstraksi 5 jam yang mengandung 86,22% monoterpen, 5,81% sesquiterpen, 1,77% terpinena dan 2,07% aldehida alifatik.

**Kata kunci:** Waktu ekstraksi; hidrodistilasi; kulit jeruk nipis; profil kromatografi

### ABSTRACT

Lime peel is a by-product resulting from the processing of lime juice into various processed products. Lime peel contains various beneficial chemical compounds such as flavonoids, terpenoids, phenolics, limonoids, alkaloids and essential oils. Lime essential oil produced from the extraction process. The extraction time is one of the keys to producing good quality essential oil. The purpose of this study was to determine the characteristics and composition of chemical compounds produced by lime peel essential oil using hydrodistillation methods at various times to get the best conditions. This study used an experimental method by applying four different treatments namely hydrodistillation for 3 hours, 4 hours, 5 hours, and 6 hours. Parameters observed were yield, specific gravity, refractive index, color and chemical composition of the essential oil produced. The yields of essential oils from extraction times of 3 hours, 4 hours, 5 hours, and 6 hours were 1.715%, 0.899%, 1.975% and 1.909%. The specific gravity of essential oils of 3 hours, 4 hours, 5 hours, and 6 hours were 0.853, 0.851, 0.840 and 0.862. The refractive indexes of essential oils extracted at 3 hours, 4 hours, 5 hours and 6 hours were 1.478, 1.479, 1.48 and 1.482. The chemical composition of essential oils was analyzed using GC-MS where the best results obtained from an extraction time of 5 hours that contained 86,22% of monoterpenes, 5,81% of sesquiterpenes, 1,77% of terpinenes and 2.07% of aliphatic aldehydes.

**Keywords:** Extraction time; hydrodistillation; lime peel; chromatography profile

### PENDAHULUAN

Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle) merupakan tanaman yang termasuk kedalam famili Rutaceae dengan genus *Citrus* (Munawaroh, 2017). Jeruk nipis merupakan tanaman yang dapat berbuah sepanjang tahun sehingga ketersediaannya dapat terus terjamin (Huda, 2018). Buah jeruk nipis terdiri dari lapisan kulit buah yang menyelimuti daging buah dimana lapisan kulit tersusun atas bagian flavedo dan albedo (Sarwono, 2001). Lapisan flavedo pada kulit jeruk nipis mengandung banyak senyawa kimia penghasil aroma jeruk nipis. Senyawa kimia penghasil aroma tersebut dikenal dengan minyak atsiri, minyak eteris atau minyak terbang yang memiliki rasa pahit. Berdasarkan penelitian Wibaldus *et al.* (2016) diketahui bahwa terdapat 5

senyawa utama pada kulit buah jeruk nipis yakni limonene sebagai senyawa kimia paling dominan,  $\beta$ -citral (Neral),  $\beta$ -pinen, Citral (Geranial) dan  $\beta$ -phellandren. Komposisi senyawa kimia tersebut mempengaruhi kualitas mutu dan aroma minyak atsiri jeruk nipis. Peningkatan mutu minyak atsiri jeruk nipis dapat dilakukan melalui pemilihan proses ekstraksi yang sesuai dan lama waktu ekstraksi yang tepat. Menurut Sekarsari *et al.* (2019), waktu ekstraksi memiliki peran penting dalam menentukan kualitas mutu dan aroma minyak atsiri yang dihasilkan. Penggunaan waktu ekstraksi yang terlalu lama dapat menyebabkan senyawa-senyawa yang mudah teroksidasi menguap sebaliknya, senyawa kimia penting yang terkandung dalam minyak atsiri tidak akan terkestrak maksimal jika menggunakan waktu ekstraksi yang terlalu singkat (Yuliantri *et al.*, 2017).

Ekstraksi hidrodistilasi merupakan metode ekstraksi konvensional yang telah banyak digunakan oleh para peneliti. Ekstraksi hidrodistilasi adalah salah satu metode penyulingan dengan memanfaatkan air sebagai media transfer panas. Hidrodistilasi dapat didefinisikan sebagai proses pemisahan beberapa komponen yang terkandung dalam suatu campuran dua jenis cairan atau lebih menggunakan prinsip tekanan uap (Kurniawan et al., 2008). Metode hidrodistilasi kerap digunakan sebagai metode penyulingan minyak atsiri karena pada umumnya titik didih minyak atsiri berada pada suhu diatas 100°C sehingga dengan adanya penambahan media air akan menurunkan titik didihnya dan penguapan dapat terjadi pada suhu yang lebih rendah (Ariyani et al., 2017).

Pemilihan waktu ekstraksi yang tepat memiliki pengaruh besar dalam mendapatkan minyak atsiri dengan kualitas mutu, aroma dan rendemen yang optimal. Berdasarkan penelitian Ibrahim et al. (2018) yang meneliti tentang ekstraksi daun jeruk nipis diketahui bahwa waktu ekstraksi mempengaruhi rendemen minyak atsiri yang didapatkan. Pada penelitian tersebut diterapkan waktu ekstraksi sebesar 60 menit, 100 menit, 140 menit dan 180 menit dimana rendemen tertinggi dihasilkan dari perlakuan waktu ekstraksi 180 menit yakni sebanyak 3.115%. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu ekstraksi yang diterapkan akan meningkatkan persentase rendemen yang dihasilkan akibat adanya kontak antara sampel dengan pelarut dalam jangka waktu yang panjang. Namun demikian, penerapan waktu ekstraksi yang melebihi batas optimal akan menurunkan persentase rendemen dan nilai karakteristik minyak atsiri akibat kandungan minyak atsiri dalam sampel sudah habis terekstrak.

Penerapan waktu ekstraksi secara berlebihan dapat menyebabkan menurunnya kualitas mutu minyak atsiri yang dihasilkan akibat terjadinya degradasi pada senyawa-senyawa volatil pembentuk minyak atsiri yang pada akhirnya akan menghasilkan minyak dengan aroma yang kurang baik (Samadi et al., 2020). Oleh karena itu, efisiensi proses ekstraksi sangat dipengaruhi oleh ketepatan pemilihan waktu ekstraksi demi menghasilkan minyak atsiri dengan kualitas mutu, aroma dan rendemen yang baik (Kristian et al., 2016). Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi dengan metode hidrodistilasi menggunakan bahan yang berbeda yakni kulit jeruk nipis dengan menerapkan variabel waktu 3jam, 4 jam, 5 jam, dan 6 jam untuk mengetahui kondisi terbaik. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui komposisi senyawa kimia yang dihasilkan oleh minyak atsiri kulit jeruk nipis dengan metode ekstraksi hidrodistilasi pada berbagai waktu untuk mendapatkan kondisi terbaik.

**METODOLOGI**

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah buah jeruk nipis yang dibeli dari pasar Caringin, Kota Bandung dimana buah jeruk dikupas dan diambil kulitnya. Selanjutnya, kulit buah dikering-anginkan selama 3 hari. Bahan lainnya adalah akuades yang digunakan sebagai pelarut. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat hidrodistilasi, labu destilasi 1L, batu didih, gelas beaker, *waterchiller* dan *grinder*. Sedangkan, alat yang dibutuhkan dalam analisis karakteristik adalah piknometer untuk mengukur bobot jenis, refraktometer untuk mengukur indeks bias, kamera *handphone* dan alas foto untuk mengidentifikasi warna minyak atsiri.

**Prosedur Penelitian**

Penelitian ini dilakukan secara eksperimental dengan menggunakan metode hidrodistilasi. Metode ini dilakukan dengan variasi waktu ekstraksi. Variasi waktu yang digunakan adalah 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam yang diulang sebanyak dua kali. Tahapan penelitian diuraikan sebagai berikut:

**Persiapan Bahan Baku**

Persiapan bahan baku meliputi tiga proses yakni sortasi dan pencucian, pengeringan serta pengecilan ukuran kulit jeruk nipis. Proses sortasi dilakukan untuk memisahkan buah jeruk nipis dengan kualitas yang baik. Adapun proses pencucian dilakukan menggunakan air bersih yang mengalir untuk menghilangkan zat pengotor. Proses pengeringan dilakukan dengan cara mengeringanginkan kulit jeruk nipis dibawah sinar matahari selama 3 hari hingga mencapai kadar air 11 – 12%. Formula yang digunakan untuk menghitung kadar air disajikan pada Persamaan (1).

$$Kadar\ air\ (\%) = \frac{W1 - W2}{W1 - W0} \tag{1}$$

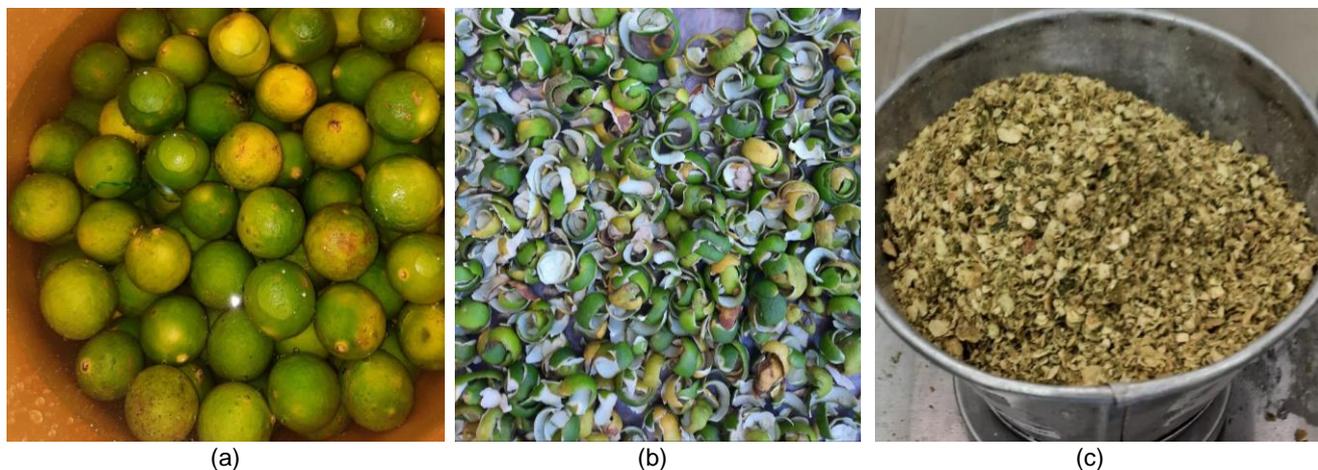
Dimana:

W0 = Massa cawan kosong (g)

W1 = Massa cawan + massa bahan sebelum di oven (g)

W2 = Massa cawan + massa bahan setelah di oven (g)

Proses pengeringan dilakukan dengan tujuan agar kadar air yang terkandung dalam kulit jeruk nipis dapat berkurang sehingga, pelarut yang mendidih pada proses ekstraksi dapat langsung memecah dinding sel yang didalamnya terkandung minyak atsiri. Penampakan bahan baku disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Tahapan persiapan bahan baku: (a) sortasi dan *cleaning*, (b) pengeringan, (c) kulit hasil pengecilan ukuran

### Proses Ekstraksi

Kulit jeruk nipis kering angin 3 hari ditimbang sebanyak 100 gram kemudian menambahkannya dengan pelarut sebanyak 700 ml rasio yang digunakan adalah 1:7. Bahan dan pelarut dimasukkan kedalam labu destilasi 1L kemudian dimasukkan batu didih sebanyak 7 buah. Proses ekstraksi dimulai dengan menempatkan labu destilasi di atas *mantel heater* lalu menyalakannya pada suhu tertinggi hingga pelarut mendidih. Setelah pelarut mendidih, suhu *mantel heater* diturunkan untuk menghindari terjadi gosong dan *bumping* selama proses ekstraksi berlangsung. *Running* proses ekstraksi dihitung dari tetesan destilat pertama. Masing-masing perlakuan lama waktu ekstraksi diulang sebanyak 2 kali pengulangan (*duplo*) untuk mendapatkan hasil yang semakin baik. Parameter yang diamati selama proses ekstraksi berlangsung adalah rendemen minyak atsiri yang dihasilkan pada setiap variabel waktu. Formula perhitungan rendemen disajikan pada Persamaan (2). Skema alat hidrodistilasi yang digunakan pada penelitian ini disajikan pada Gambar 2. Pelarut dan minyak atsiri yang terkondensasi kemudian tertampung pada kolom distilasi yang disajikan pada Gambar 3.

$$Rendemen = \frac{\text{Massa minyak atsiri (g)}}{\text{Massa sampel kulit jeruk (g)}} \quad (2)$$

### Analisis Bobot Jenis

Analisis bobot jenis minyak atsiri kulit jeruk nipis dilakukan dengan mengacu pada standar baku yakni ISO 3519:2005 dimana untuk bobot jenis minyak atsiri jeruk nipis berada pada kisaran 0,858 – 0,866. Adapun prosedur analisis bobot jenis minyak atsiri mengacu pada ISO 279:1998 dengan bantuan piknometer. Formula perhitungan bobot jenis minyak atsiri disajikan pada persamaan (3).

$$B_j = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (3)$$

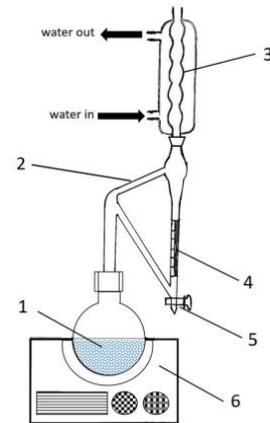
Dimana:

- B<sub>j</sub> = Bobot jenis
- m<sub>0</sub> = massa piknometer kosong (g)
- m<sub>1</sub> = massa piknometer berisi akuades (g)
- m<sub>2</sub> = massa piknometer berisi minyak atsiri (g)

### Analisis Warna Minyak Atsiri

Analisis warna pada minyak atsiri dilakukan dengan analisis kualitatif yakni membandingkan warna minyak atsiri hasil hidrodistilasi dengan acuan ISO 3519:2005. Warna minyak atsiri kulit jeruk nipis yang baik yaitu tidak berwarna

hingga kuning kehijauan. Minyak atsiri yang akan dianalisis dimasukkan dalam sebuah botol vial bening dan meletakkannya diatas alas foto berwarna putih polos lalu mengamatiya melalui jarak dekat kurang lebih 30 cm (Erliyanti et al., 2020).



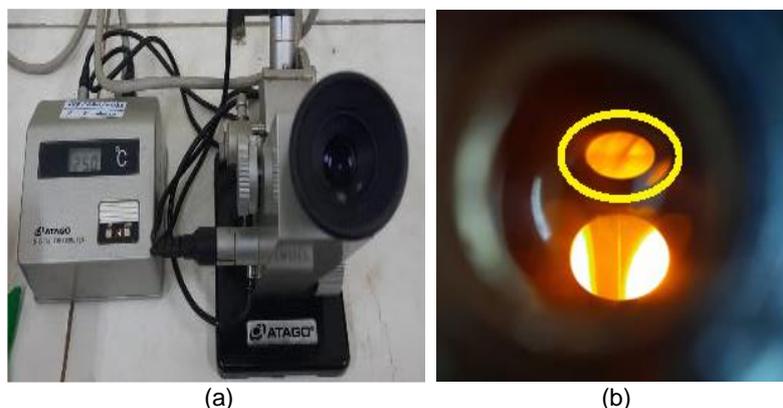
Gambar 2. Skema alat hidrodistilasi: (1) labu destilasi alas bulat, (2) kolom distilasi, (3) kondensor, (4) skala kapilaritas, (5) stopcock; (6) mantel heater (Fachrudin dan Velayas, 2016)



Gambar 3. Minyak atsiri pada kolom distilasi

### Analisis Indeks Bias

Analisis indeks bias didasarkan pada ISO 280:1999. Penentuan nilai indeks bias dilakukan dengan bantuan alat refraktometer ABBE dengan meneteskan beberapa tetes sampel minyak atsiri pada bagian prisma refraktometer hingga terlihat cahaya terang dan garis pembatas pada bagian *eyepiece*. kemudian melakukan pembacaan pada skala ketika garis bayangan pembatas antara bagian gelap dan terang memotong garis x lensa. Pembacaan nilai indeks bias oleh refraktometer disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Alat refraktometer ABBE: (a) seperangkat alat refraktometer ABBE, (b) pembacaan indeks bias pada lensa alat

Data yang tertera pada refraktometer selanjutnya dicatat dan dihitung menggunakan Persamaan (4). Standar nilai indeks bias minyak atsiri kulit jeruk nipis yang digunakan mengacu pada ISO 3519:2005 berada pada rentang 1,474 – 1.477.

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0,0004(t' - t) \quad (4)$$

Dimana:

$n_D^t$  = Nilai indeks bias sesuai dengan suhu acuan

$n_D^{t'}$  = Nilai indeks bias sesuai pada pembacaan suhu aktual

$t$  = suhu acuan

$t'$  = suhu aktual saat pengambilan data

### Analisis Profil Kromatografi

Analisis profil kromatografi dilakukan menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*) dengan menginjeksikan 1 ml sampel minyak atsiri kulit jeruk nipis pada alat. Identifikasi senyawa kimia pada sampel dilakukan dengan mengamati setiap puncak kromatogram lalu mencocokkannya dengan *data base Wiley*. Profil kromatografi yang dihasilkan kemudian dibandingkan dengan acuan baku ISO 3519:2005 untuk memastikan kualitas minyak atsiri hasil hidrodistilasi telah memenuhi standar.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Beberapa parameter yang diamati memberikan hasil yang berbeda-beda pada setiap lama waktu ekstraksi. Adapun parameter yang menunjukkan perbedaan hasil pada setiap perlakuannya adalah rendemen, nilai bobot jenis, kenampakan warna dan profil kromatografi minyak atsiri.

### Rendemen Minyak Atsiri Kulit Jeruk Nipis Hasil Hidrodistilasi

Massa bahan kulit jeruk nipis yang digunakan dan massa minyak atsiri yang dihasilkan pada setiap perlakuan disajikan pada Tabel 1. Minyak atsiri yang dihasilkan dari berbagai perlakuan tidak menunjukkan perbedaan warna yang signifikan. Namun demikian, warna minyak atsiri akan semakin jernih seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Hal ini selaras dengan penelitian Ibrahim et al. (2015) yang meneliti tentang pengaruh suhu dan lama waktu ekstraksi terhadap sifat kimia dan fisik minuman sari jahe merah dimana waktu ekstraksi yang semakin lama akan menyebabkan semakin banyak komponen senyawa kimia

yang terekstrak. Senyawa kimia yang terekstrak dalam jumlah banyak akan menyebabkan warna minyak atsiri menjadi semakin jernih. Pada penelitian Erliyanti et al. (2020) juga menyebutkan terkait pengaruh lama waktu ekstraksi terhadap warna dan rendemen daun jambu kristal dimana warna minyak atsiri akan semakin jernih seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi.

Hasil perhitungan persentase rendemen disajikan pada Gambar 5. Hasil rendemen yang diperoleh menunjukkan persentase rendemen tertinggi didapatkan pada 5 jam waktu ekstraksi yakni sebanyak 1,975%. Hasil rendemen pada diagram pun menunjukkan peningkatan hingga 5 jam waktu ekstraksi namun, mengalami penurunan pada 6 jam waktu ekstraksi. Peristiwa ini selaras dengan penelitian Yulianti et al. (2014) yang meneliti tentang ekstrak daun stevia dimana penentuan waktu ekstraksi dapat mempengaruhi hasil rendemen yang didapatkan.

Semakin lama waktu ekstraksi maka akan meningkatkan rendemen hasil hingga pada titik maksimal senyawa kimia yang terdapat didalamnya habis dan tidak dapat terekstrak lagi. Peristiwa ini juga dapat disebabkan oleh jenuhnya larutan dan menurunnya daya ekstrak akibat kontak antara pelarut dan bahan dalam waktu lama sehingga, konsentrasi tidak akan bertambah secara nyata meskipun waktu ekstraksi bertambah. Selain itu, penurunan rendemen akibat adanya penambahan waktu ekstraksi dapat disebabkan oleh adanya penguapan senyawa penting yang bersifat *volatile* serta degradasi senyawa kimia atsiri (Sawamura et al., 2010).

### Bobot Jenis Minyak Atsiri Kulit Jeruk Nipis Hidrodistilasi

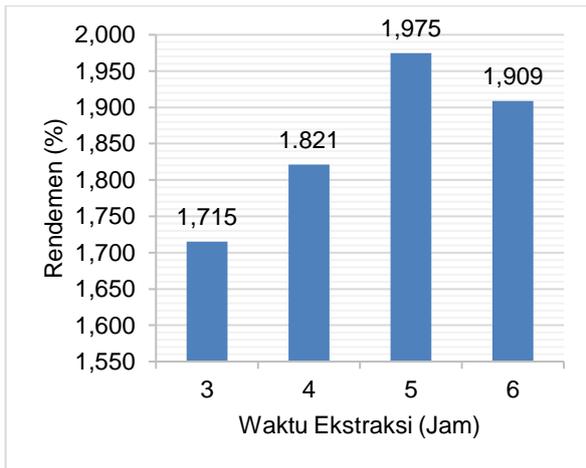
Bobot jenis atau densitas adalah perbandingan berat suatu minyak atsiri terhadap berat air ketika suhu dan volume berada pada keadaan yang sama. Data yang digunakan untuk menghitung nilai bobot jenis pada setiap perlakuan disajikan pada Tabel 2. Data yang tertera pada Tabel 2 selanjutnya dihitung menggunakan persamaan 3 untuk mendapatkan nilai bobot jenis pada setiap perlakuan. Nilai bobot jenis kerap dikaitkan dengan jumlah fraksi berbobot molekul tinggi dan kandungan zat pengotor dalam minyak dimana semakin banyak fraksi dengan bobot molekul tinggi maka nilai bobot jenis akan semakin tinggi pula. Peningkatan nilai bobot jenis juga dapat diakibatkan oleh kandungan zat pengotor yang terdapat dalam bahan. Berdasarkan ISO 3519:2005 nilai bobot jenis yang baik untuk minyak atsiri kulit jeruk nipis pada suhu 20°C adalah 0.858 – 0.866. Nilai bobot jenis yang dihasilkan pada setiap perlakuan disajikan pada Gambar 6.

Tabel 1. Data perhitungan rendemen pada setiap perlakuan

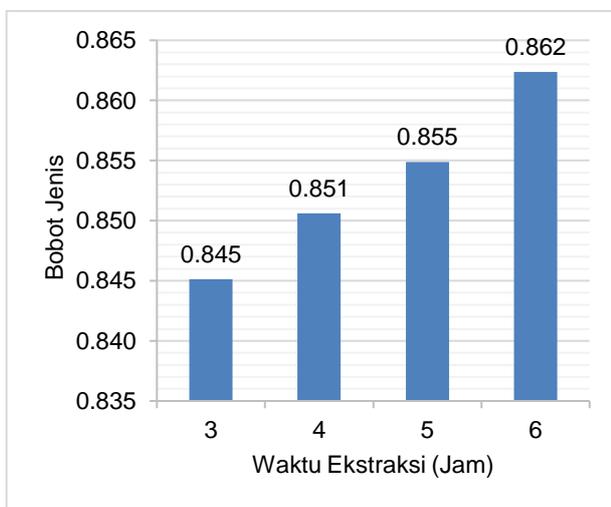
Perlakuan	Massa Bahan Kulit Jeruk Nipis (g)	Massa Minyak Atsiri (g)	Persentase Rendemen (%)
3 jam	100.033	1.716	1.715
4 jam	100.278	1.826	1.821
5 jam	100.031	1.976	1.975
6 jam	100.076	1.909	1.909

Tabel 2. Data perhitungan bobot jenis pada setiap perlakuan

Perlakuan	$m_0$	$m_1$	$m_2$	BJ
3 jam	8.046	8.952	8.819	0.845
4 jam	7.462	8.727	8.538	0.851
5 jam	8.046	9.376	9.183	0.855
6 jam	7.462	8.777	8.596	0.862



Gambar 1. Rendemen minyak atsiri pada setiap perlakuan



Gambar 2. Hubungan waktu ekstraksi terhadap bobot jenis

Nilai bobot jenis yang dihasilkan pada minyak atsiri dengan lama waktu ekstraksi 3, 4, 5 dan 6 jam tidak memiliki perbedaan yang signifikan yakni berada pada rentang 0,84 - 0,86. Persentase nilai bobot jenis minyak atsiri yang disarankan pada ISO 3519:2005 adalah 0,858 – 0,866. Berdasarkan data pada Tabel 2 hanya minyak atsiri hasil ekstraksi selama 6 jam yang berada pada rentang acuan minyak atsiri ISO 3519:2005. Nilai bobot jenis mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Peristiwa ini selaras dengan penelitian Kristian et al. (2016) yang meneliti tentang pengaruh lama ekstraksi terhadap rendemen dan mutu minyak bunga Melati putih dimana nilai bobot jenis yang dihasilkan dari pengujian minyak bunga melati menunjukkan hasil antara 0,8446 - 0,8675. Peristiwa ini menunjukkan bahwa lama waktu ekstraksi mempengaruhi nilai bobot jenis dimana semakin lama proses ekstraksi maka nilai bobot jenis akan semakin tinggi akibat terekstraksinya molekul berfraksi tinggi.

#### Kenampakan Warna Minyak Atsiri Hidrodistilasi

Minyak atsiri hasil hidrodistilasi memiliki kenampakan warna yang berbeda-beda meskipun perbedaan yang terlihat tidak signifikan. Mengacu pada standar ISO 3519:2005 kenampakan warna minyak atsiri jeruk nipis yang baik yaitu tidak berwarna hingga kuning kehijauan. Kenampakan warna minyak atsiri hidrodistilasi pada berbagai perlakuan waktu disajikan pada Tabel 3.

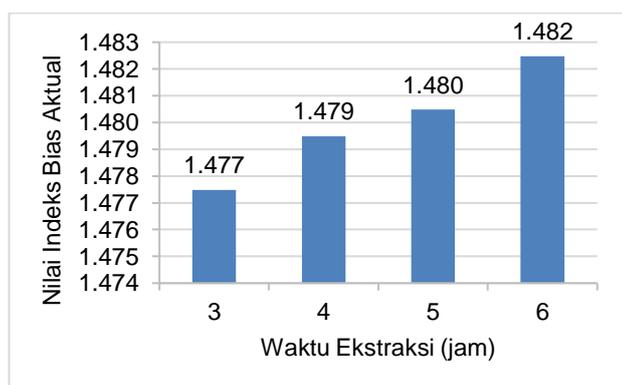
Tabel 3. Kenampakan warna minyak atsiri jeruk nipis pada berbagai perlakuan waktu

Waktu Ekstraksi	Gambar	Warna
3 jam ulangan 1		Bening sedikit kuning
3 jam ulangan 2		Bening sedikit kuning
4 jam ulangan 1		Bening kekuningan
4 jam ulangan 2		Bening kekuningan
5 jam ulangan 1		Bening
5 jam ulangan 2		Kuning pekat
6 jam ulangan 1		Bening sedikit kuning
6 jam ulangan 2		Kuning

Warna minyak atsiri yang menjadi kuning pekat merupakan salah satu tanda bahwa minyak atsiri yang terekstrak oleh pelarut air mengalami oksidasi sehingga terjadi degradasi senyawa kimia minyak atsiri. Hal ini selaras dengan penelitian Adiandarsi et al. (2021) yang meneliti tentang pengaruh suhu dan waktu terhadap proses minyak sereh wangi dimana minyak atsiri daun sereh wangi yang awalnya berwarna jernih mengalami perubahan menjadi kuning kecoklatan akibat senyawa kimia berupa citronella, geranial, neral dan  $\beta$ -myrcene mengalami oksidasi. Warna minyak atsiri yang berubah menjadi lebih kuning juga dapat disebabkan oleh pengaruh suhu ekstraksi yang terlalu tinggi dalam waktu yang cukup lama sehingga komponen senyawa kimia dalam minyak atsiri mengalami degradasi. Hal ini selaras dengan penelitian Erliyanti et al. (2020) yang meneliti tentang karakteristik minyak atsiri daun jambu kristal dimana minyak atsiri yang terkena suhu tinggi dan proses ekstraksi dalam waktu lama akan menyebabkan degradasi senyawa penting.

**Nilai Indeks Bias Minyak Atsiri Kulit Jeruk Nipis Hidrodistilasi**

Nilai indeks bias minyak atsiri merupakan nilai yang didapatkan dari hasil pengukuran terhadap kemampuan cahaya untuk menembus minyak atsiri yang diuji. Semakin jernih minyak atsiri maka akan menghasilkan nilai indeks bias yang semakin kecil dimana hal ini juga dapat mengindikasikan banyaknya kandungan air dalam minyak atsiri. Data nilai indeks bias disajikan pada Tabel 4. Berdasarkan hasil pembacaan nilai indeks bias oleh refraktometer ABBE pada sampel minyak atsiri kulit jeruk nipis di setiap perlakuan, diketahui bahwa terdapat tren nilai yang terus meningkat seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Data indeks bias yang terbaca pada alat kemudian dihitung menggunakan persamaan 4 sehingga didapatkan nilai indeks bias aktual yang tertera pada Gambar 7. Indeks bias aktual hasil perhitungan yang terdapat pada tabel menunjukkan tren nilai yang terus meningkat pula seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi.



Gambar 3. Nilai indeks bias pada setiap perlakuan

Peningkatan nilai indeks bias seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi ini sesuai dengan penelitian Ibrahim et al. (2018) mengenai ekstraksi daun jeruk nipis dimana digunakan waktu ekstraksi 60, 100, 140 dan 180 menit. Berdasarkan pengamatan diketahui bahwa nilai indeks bias meningkat seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi dengan nilai tertinggi dihasilkan dari waktu ekstraksi 180 menit yakni sebesar 1,472. Adanya peningkatan nilai indeks bias seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi ini disebabkan oleh meningkatnya komposisi rantai karbon seperti seskuiterpen dan panjangnya ikatan rangkap pada minyak atsiri hasil ekstraksi. Komposisi

tersebut menyebabkan nilai indeks bias semakin besar. Nilai indeks bias yang semakin besar menunjukkan kualitas minyak atsiri yang semakin baik karena hal ini menandakan bahwa minyak atsiri kaya akan komponen senyawa kimia (Wibowo, 2016).

**Profil Kromatografi Minyak Atsiri Kulit Jeruk Nipis Hidrodistilasi**

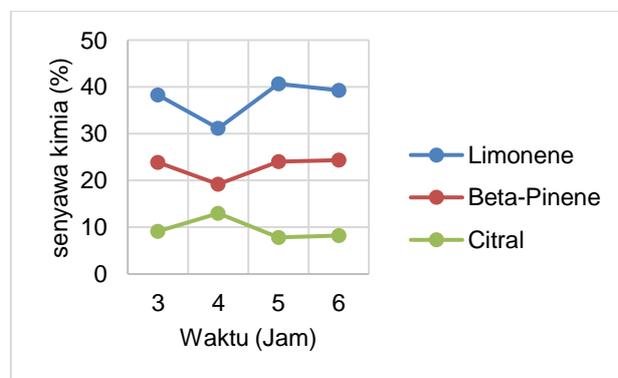
Profil kromatografi merupakan data yang didapatkan dari hasil pengujian minyak atsiri menggunakan bantuan GC-MS. Data pada profil kromatografi dapat menggambarkan persentase masing-masing komponen senyawa kimia yang terkandung. Persentase tiga senyawa kimia penting minyak atsiri kulit jeruk nipis dengan kadar tertinggi disajikan pada Gambar 7. Mengacu pada ISO 3519:2005 kandungan senyawa kimia limonene atau dipentene pada minyak atsiri kulit jeruk nipis sudah sesuai pada waktu ekstraksi 3 jam, 5 jam dan 6 jam yang berada pada rentang 36,00% – 46,00% dimana kandungan limonene tertinggi dihasilkan dari minyak atsiri dengan lama waktu ekstraksi 5 jam.

Tabel 4. Data nilai indeks bias pada setiap perlakuan

Sampel	Indeks bias pada alat	suhu pada alat (°C)	suhu acuan n (°C)	Indeks bias aktual
3 jam	1,476	23,7	20	1,477
4 jam	1,478	23,7	20	1,479
5 jam	1,479	23,7	20	1,480
6 jam	1,481	23,7	20	1,482

Berdasarkan diagram tersebut diketahui bahwa 3 kandungan senyawa kimia tertinggi minyak atsiri hidrodistilasi selama 3, 4, 5 dan 6 jam adalah limonene, beta-pinene dan citral. Ketiga senyawa tertinggi tersebut merupakan senyawa pembentuk aroma khas jeruk nipis. Persentase komposisi tiga senyawa kimia tertinggi pada setiap perlakuan waktu disajikan pada Tabel 5.

Mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Setiawan (2022), kandungan beta-pinene memiliki keselarasan dimana persentase beta-pinene yang dihasilkan berada pada rentang 22,39% – 23,84% tergantung ketinggian tempat tumbuh pohon jeruk nipis. Sedangkan, nilai beta-pinene yang dihasilkan dari minyak atsiri hidrodistilasi berada pada rentang 19,2% – 24,34%.



Gambar 4. Diagram profil kromatografi pada setiap perlakuan

### Profil Kromatografi Pada Waktu Ekstraksi 3 Jam

Berdasarkan hasil pengecekan komposisi senyawa kimia dari minyak atsiri dengan lama waktu ekstraksi 3 jam diketahui bahwa terdapat tiga senyawa kimia secara umum yang terekstrak yaitu monoterpen, seskuiterpen dan 1-terpinen-4-ol. Persentase senyawa kimia monoterpen yang dihasilkan dari waktu ekstraksi selama 3 jam adalah sebesar 88,19%, seskuiterpen sebesar 5,32% dan 1-terpinen-4 ol sebesar 1,51%. Banyaknya senyawa monoterpen yang terekstrak disebabkan oleh kandungan senyawa monoterpen pada kulit jeruk nipis yang melimpah. Berat molekul senyawa monoterpen pun lebih ringan dibandingkan senyawa kimia lain seperti seskuiterpen yang

memiliki berat molekul sebesar 480,8 g/mol. Kandungan senyawa monoterpen dan berat molekul masing-masing senyawa monoterpen yang terkandung dalam minyak atsiri hasil ekstraksi selama 3 jam antara lain sabinene, alpha-pinene, beta-pinene, dipentene yang memiliki berat molekul sama yaitu 136,23 g/mol, beta Myrcene dengan berat molekul 142,27 g/mol, citral dan beta-citral dengan berat molekul 152,23 g/mol dan lavandulyl acetate dengan berat molekul 196,29 g/mol. Selain itu, titik didih senyawa monoterpen lebih rendah yakni berada pada kisaran 140 – 180°C. Profil kromatografi minyak atsiri pada lama waktu ekstraksi 3 jam disajikan pada Tabel 6.

Tabel 5. Persentase kandungan senyawa kimia pada setiap perlakuan

Senyawa	Waktu (Jam)	Kandungan (%)
Dipentene	3	38,31
	4	31,14
	5	40,67
	6	39,3
Beta Pinene	3	23,83
	4	19,2
	5	24,01
	6	24,34
Citral	3	9,16
	4	12,98
	5	7,83
	6	8,25

Tabel 6. Persentase kandungan senyawa kimia pada setiap perlakuan

Senyawa	Waktu (Jam)	Kandungan (%)
Dipentene	3	38,31
	4	31,14
	5	40,67
	6	39,3
Beta Pinene	3	23,83
	4	19,2
	5	24,01
	6	24,34
Citral	3	9,16
	4	12,98
	5	7,83
	6	8,25

Tabel 7. Profil kromatografi minyak atsiri pada lama waktu ekstraksi 3 jam

Senyawa	Kandungan (%)
Alpha Pinene	2,90
Beta Pinen	23,83
Sabinene	3,68
Beta Myrcene	1,09
Dipentene	38,31
Caryophyllene	2,03
1-Terpinen-4-ol	1,51
Beta Citral	5,77
Beta.Fenchyl.Alcohol	1,88
Citral	9,16
(E,E) Alpha Farnesene	2,04
Lavandulyl Acetate	1,57
Germacrene B	1,25

Tabel 8. Profil kromatografi minyak atsiri pada waktu ekstraksi 4 jam

Senyawa	Kandungan (%)
Alpha Pinene	1,93
Beta Pinen	19,2
Sabinene	2,71
Linalool	1,13
Dipentene	31,14
Alpha Bergamotene	1,55
Caryophyllene	3,00
1-Terpinen-4-ol	1,24
Beta Citral	7,89
Beta.Fenchyl.Alcohol	2,51
Citral	12,98
(E,E) Alpha Farnesene	2,98
Cis-Geraniol	2,59
Germacrene B	1,87
Cis-Geraniol	1,13

Tabel 9. Profil kromatografi lama waktu ekstraksi 5 jam

Senyawa	Kandungan (%)
Alpha Pinene	3,06
Beta Pinen	24,01
Sabinene	3,57
Beta Myrcene	1,11
Dipentene	40,67
Zingiberene	1,00
Caryophyllene	1,96
1-Terpinen-4-ol	1,77
Beta Citral	4,56
2-(4-Methyl-3-Cyclohexen-1-YL)-2-Propanol	2,07
Citral	7,83
(E,E) Alpha Farnesene	1,74
Lavandulyl Acetate	1,41
Germacrene B	1,11

Tabel 10. Profil kromatografi minyak atsiri pada waktu ekstraksi 6 jam

Senyawa	Kandungan (%)
Alpha Pinene	2,84
Beta Pinen	24,34
Sabinene	4,21
Beta Myrcene	1,13
Dipentene	39,30
Caryophyllene	2,01
1-Terpinen-4-ol	1,27
Beta Citral	4,86
Beta.Fenchyl.Alcohol	1,80
Citral	8,25
(E,E) Alpha Farnesene	1,85
Lavandulyl Acetate	1,48
Germacrene B	1,10

#### Profil Kromatografi Pada Waktu Ekstraksi 4 Jam

Berdasarkan hasil pengecekan komposisi senyawa kimia menggunakan GC-MS diketahui bahwa terdapat tiga senyawa kimia secara umum yang terekstrak yakni monoterpen, seskuiterpen dan 1-terpinen-4-ol yang masing-masing diuraikan menjadi 15 senyawa kimia. Persentase senyawa kimia monoterpen yang terkandung dalam minyak atsiri hasil ekstraksi 4 jam lebih sedikit dibandingkan dengan minyak atsiri hasil ekstraksi selama 3 jam yaitu sebesar 79,49%. Namun, kandungan seskuiterpen dan terpinene-4-ol yang didapatkan lebih besar yakni 9,4% dan 4,96%.

Peningkatan komposisi seskuiterpen dan terpinene-4-ol pada minyak atsiri hasil ekstraksi selama 4 jam

disebabkan oleh kontak antara sampel dengan pelarut yang dipanaskan lebih lama sehingga menyebabkan peningkatan tekanan yang dapat menurunkan titik didih senyawa tersebut sehingga lebih mudah untuk terekstrak. Titik didih sebenarnya senyawa kimia seskuiterpen dan 1-Terpinen-4-ol berada di atas 200°C namun setelah mengalami kontak langsung dengan pelarut mendidih dalam labu destilasi selama beberapa waktu dapat menurunkan titik didih senyawa tersebut akibat tekanan dalam labu didih yang meningkat seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Profil kromatografi minyak atsiri hasil ekstraksi selama 4 jam disajikan pada Tabel 7.

#### Profil Kromatografi Pada Waktu Ekstraksi 5 Jam

Berdasarkan hasil pengecekan komposisi senyawa kimia diketahui bahwa pada minyak atsiri dengan proses ekstraksi selama 5 jam menghasilkan minyak dengan komposisi senyawa kimia yang lebih beragam yang secara detail terbagi menjadi 14 senyawa kimia. Pada minyak atsiri hasil ekstraksi selama 5 jam dapat terdefinisi senyawa kimia *aliphatic aldehydes* dan senyawa kimia dengan sifat mirip senyawa zingiberene didalamnya yang tidak dapat terdefinisi pada minyak atsiri yang dihasilkan dari perlakuan lain. Senyawa kimia *aliphatic aldehydes* ini berperan dalam menghasilkan aroma segar mirip jeruk nipis segar sehingga merupakan salah satu senyawa kimia penting untuk menghasilkan minyak atsiri dengan aroma yang baik. Selain itu, komposisi beberapa senyawa dihasilkan lebih besar seperti persentase limonene yang mencapai 40,67%. Keberagaman senyawa kimia yang terekstrak dan komposisi senyawa esensial yang tinggi memberikan aroma khas jeruk nipis menyengat pada minyak atsiri yang dihasilkan dari perlakuan waktu ekstraksi 5 jam. Penerapan perlakuan waktu ekstraksi selama 5 jam ini dapat dikatakan sebagai perlakuan terbaik mengacu pada beberapa parameter yang diamati. Profil kromatografi senyawa kimia pada waktu ekstraksi 5 jam disajikan pada Tabel 8.

#### Profil Kromatografi Pada Waktu Ekstraksi 6 Jam

Berdasarkan hasil pengamatan terhadap komposisi senyawa kimia yang dihasilkan oleh minyak atsiri dengan lama waktu ekstraksi 6 jam dihasilkan 3 komposisi kimia yang secara umum terbagi menjadi monoterpen, seskuiterpen dan 1-terpinen-4-ol. Kandungan senyawa kimia yang paling dominan adalah monoterpen dengan jumlah 88,21%. Berkurangnya keragaman senyawa kimia yang terekstrak pada waktu ekstraksi 6 jam ini dapat disebabkan oleh waktu ekstraksi yang terlalu lama sehingga menyebabkan terjadinya degradasi pada komponen penyusun minyak atsiri. Profil kromatografi pada waktu ekstraksi 6 jam disajikan pada Tabel 9.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian karakteristik dan komposisi minyak atsiri kulit jeruk nipis pada beberapa waktu ekstraksi dapat disimpulkan bahwa lama waktu ekstraksi 5 jam menghasilkan karakteristik dan komposisi minyak atsiri yang paling baik. Hasil rekapitulasi data pengujian pada minyak atsiri hasil ekstraksi 5 jam menunjukkan persentase rendemen sebesar 1.975%, nilai bobot jenis sebesar 0.855, nilai indeks bias sebesar 1.480, berwarna kuning bening dan memiliki komposisi senyawa kimia paling kompleks.

#### DAFTAR PUSTAKA

Adiandari, J., Wusnah, & Azhari. (2021). Pengaruh Suhu dan Waktu Terhadap Proses Penyulingan Minyak Sereh Wangi (*Cymbopogon nardus* L.). *Chemical Engineering Journal Storage*, 1(1), 22–28. <https://doi.org/https://doi.org/10.29103/cejs.v1i1.1493>

Ariyani, F., Setiawan, L. E., & Soetaredjo, F. E. (2017). Ekstraksi Minyak Atsiri dari Tanaman Sereh dengan Menggunakan Pelarut Metanol, Aseton, dan N-Heksana. *Widya Teknik*, 7(2), 124–133. <https://doi.org/10.33508/WT.V7I2.1267>

Erliyanti, N. K., Priyanto, A. D., Pujiastuti, C. (2020). Karakteristik Densitas dan Indeks Bias Minyak Atsiri Daun Jambu Kristal (*Psidium Guajava*) Menggunakan Metode Microwave Hydrodistillation dengan Variabel

Daya dan Rasio Bahan : Pelarut. *Jurnal Rekayasa Mesin* 11(2), 247 – 255.

Fachrudin, Velayas, A. I., Mahfud, & Qadariah, L. (2016). Ekstraksi Minyak Bunga Cempaka dengan Metode Hidrodistilasi dan Hidrodistilasi dengan Aliran Udara. *Jurnal Teknik ITS*, 5(2), 10.12962/j23373539.v5i2.16788

Golmakani, M. T., & Moayyedi, M. (2016). Comparison of microwave-assisted hydrodistillation and solvent-less microwave extraction of essential oil from dry and fresh Citruslimon (Eureka variety) peel. *Journal of Essential Oil Research*, 28(4), 272–282. <https://doi.org/10.1080/10412905.2016.1145606>

Huda, Z. M. (2018). *Efektifitas Ekstrak jeruk Nipis (Citrus aurantifolia) Terhadap Kumbang Beras (Sitophilus sp) dan Kualitas Nasi*.

Ibrahim, A. M., Yuniarta, & Sriherfyna, F. H. (2015). Pengaruh Suhu dan Lama Waktu Ekstraksi Terhadap Sifat Kimia dan Fisik Pada Pembuatan Minuman Sari Jahe Merah (*Zingiber officinale* var. *Rubrum*) dengan Kombinasi Penambahan Madu Sebagai Pemanis. *Jurnal Pangan Dan Agroindustri*, 3(2), 530–541.

Ibrahim, N., Jalaludin, & Rahmah, N. (2018). Pengaruh Waktu Ekstraksi Daun Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*) Menggunakan Pelarut n-Heksana terhadap Rendemen Minyak. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 7(2), 163–171. <https://doi.org/10.29103/jtku.v7i2.1251>

Kristian, J., Zain, S., Nurjanah, S., Widyasanti, A., & Putri, S. H. (2016). Pengaruh Lama Ekstraksi Terhadap Rendemen dan Mutu Minyak Bunga Melati Putih menggunakan Metode Ekstraksi Pelarut Menguao (Solvent Extraction). *Jurnal Teknotan*, 10(2), 34–42.

Kurniawan, A., Kurniawan, C., & Indraswati, N. (2008). Ekstraksi Minyak Kulit Jeruk dengan Metode Distilasi, Pengepresan dan Leaching. *Widya Teknik*, 7(1), 15–24. <https://doi.org/10.33508/wt.v7i1.1257>

Munawaroh, R., Yani, J. A., Pos, T., & Kartasura, P. (2017). Optimum Conditions for Extraction of Antibacterial Compounds from Citrus Aurantifolia Fruit Peel Waste. In *PHARMACON* (Vol. 18), 10.23917/pharmacn.v14i1.5779

Samadi, M., Zainal Abidin, Z., Yoshida, H., Yunus, R., & Biak, D. R. A. (2020). Towards Higher Oil Yield and Quality of Essential Oil Extracted From *Aquilaria Malaccensis* Wood Via The Subcritical Technique. *Molecules*, 25(17). <https://doi.org/10.3390/molecules25173872>

Sarwono, B. (2001). *Khasiat dan Manfaat Jeruk Nipis*. Jakarta: Agromedia Pustaka. pp: 1- 12.

Sawamura, Masayoshi. (2010). *Citrus essential oils: flavor and fragrance*. Wiley.

Sekarsari, S., Widarta, I. W. R., & Jambe, A. A. G. N. A. (2019). Pengaruh Suhu dan Waktu Ekstraksi dengan Gelombang Ultrasonik Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.). *Jurnal Ilmu Dan Teknologi Pangan*, 8(3), 267–277. <https://doi.org/10.24843/itepa.2019.v08.i03.p05>

Stiawan, Y. A. (2022). Analisis Komponen Minyak Atsiri dari Kulit Buah Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*) dan Jeruk Purut (*Citrus hystrix*) Berdasarkan Ketinggian Lokasi Tumbuh Menggunakan GC-MS.

Tran, T. H., Tran, T. K. N., Ngo, T. C. Q., Pham, T. N., Bach, L. G., Phan, N. Q. A., & Le, T. H. N. (2021). Color and Composition of Beauty Products Formulated with Lemongrass Essential Oil: Cosmetics Formulation With Lemongrass Essential Oil. *Open Chemistry*, 19(1), 820–829. <https://doi.org/10.1515/chem-2021-0066>

Wibaldus, Jayuska, A., & Ardiningsih, P. (2016). Bioaktivitas Kulit Buah Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*) Terhadap Rayap Tanah (*Coptotermes* sp.). *JKK*, 5(1), 44–51.

- Wibowo, D. P., Rustamsyah, A., & Kurniawan, Y. (2016). *Karakterisasi dan Aktivitas Repelen Minyak Atsiri Sereh Wangi (Cymbopogon nardus L), Akar Wangi (Vetiveria zizanoides L.), Nilam (Pogostemon Cablin), Cengkeh (Syzygium aromaticum) Asal Kabupaten Garut Terhadap Aedes aegypti Betina*. <http://dx.doi.org/10.31942/jiffk.v13i2.1702>
- Yuliantari, N. W. A., Widarta, I. W. R., & Permana, I. D. G. M. (2017). Pengaruh Suhu dan Waktu Ekstraksi Terhadap Kandungan Flavonoid dan Aktivitas Antioksidan Daun Sirsak (*Annona muricata L.*) Menggunakan Ultrasonik. *Scientific Journal of Food Technology*, 4(1), 35–42. <https://ojs.unud.ac.id/index.php/pangan/article/view/29815>
- Yulianti, D., Susilo, B., & Yulianingsih, R. (2014). Pengaruh Lama Ekstraksi dan Konsentrasi Pelarut Ethanol Terhadap Sifat Fisika-Kimia Ekstrak Daun Stevia (*Stevia Rebaudiana Bertoni M.*) dengan Metode Microwave Assisted Extraction (MAE) Influence of Extraction Time and Ethanol Solvent Concentration to Physical-Chemical Properties Stevia Leaf Extract (*Stevia Rebaudiana Bertoni M.*) Using Microwave Assisted Extraction Method. *Jurnal Bioproses Komoditas Tropis*, 2(1).