

Isolasi dan Identifikasi Komponen Utama Minyak Atsiri dari Kulit Buah Jeruk Manis (*Citrus sinensis* L.) Asal Timor, Nusa Tenggara Timur

Rikson Siburian

Laboratorium Kimia, FST Universitas Nusa Cendana
Jl. Adisucipto Penfui, Kupang

Diterima 31-05-2007

Disetujui 27-09-2008

ABSTRACT

Isolation and identifications of peel orange oils (*Citrus sinensis*, L.) which maserated by lard, coconut oil and mix of lard-coconut oil (2 : 1) has been done. This research aimed to obtain main component of peel orange oils from Timor, knowing influence of lard, coconut oil and mix lard-coconut oils whom using as maserate to results of chemistry components and atsiri's oil rendemen product. In this research has been done by using maseration, extraction and using FT – IR and GC – MS as characterizations instruments. The results showed D- Limonen as a main component of atsiri oil from peel orange's Timor.

Keywords: peel orange oils, lard, maseration

PENDAHULUAN

Jeruk manis (*Citrus sinensis*. L. Osbeck.) termasuk dalam family Rutaceae, salah satu jenis citrus. Jeruk manis paling cocok ditanam di daerah subtropika yang memiliki suhu rata-rata 20-25°C. Jeruk ini kebanyakan ditanam di daerah Timor, Provinsi NTT. Adapun jenis-jenis jeruk manis untuk daratan rendah adalah Kwatt 22 dari Suriname, Blod Orange, dan Rubby. Jenis-jenis jeruk ini dagingnya tidak berbintik-bintik. Untuk daerah basah dan pegunungan adalah *Valencia Late Orange*, *pineapple*, jeruk manis betawi, *Washington Navel Orange*, jeruk punten dan *valencia* (AKK 1994). Jeruk Timor memiliki bau yang khas dan tersedia dalam jumlah yang besar. Untuk meningkatkan nilai ekonomis dan pendapatan petani jeruk maka perlu dikaji pemanfaatan kulit jeruk sebagai minyak atsiri, karena kulit jeruk manis dapat menghasilkan minyak atsiri yang sangat banyak digunakan sebagai parfum, sebagai flavor dan digunakan dalam industri sabun dan kosmetika (Guenther 1990). Teknik yang digunakan untuk memperoleh minyak atsiri adalah dengan penyulingan, pengepresan, ekstraksi pelarut, enflourasi, dan maserasi (Guenther 1987). Monoterpen merupakan komponen terbesar penyusun minyak atsiri. Diantara monoterpen tersebut komponen yang relatif besar

meliputi: geranial, limonen, neral, nerol, geraniola, geranial asetat (Jantan 1996). Komposisi minyak atsiri jeruk dipengaruhi oleh metode isolasi yang digunakan untuk memperoleh minyak atsiri tersebut. Metode pengepresan, metode destilasi uap, metode ekstraksi dengan LARD dan Tellow menghasilkan minyak atsiri dengan komposisi yang berbeda (Guenther 1987). Lemak mempunyai daya absorpsi yang tinggi jika dicampur dan kontak dengan bahan yang mengandung minyak atsiri, maka lemak akan mengadsorpsi minyak atsiri yang dikandung bahan tersebut (Guenther 1987). LARD adalah lemak hewani yang bersifat surfaktan (Formo 1979) dan minyak kelapa adalah minyak nabati yang tidak bersifat surfaktan (Thleme 1968). Surfaktan merupakan suatu spesi kimia yang dapat menurunkan tegangan antar muka suatu spesi kimia, sehingga dapat menjembatani antara dua gugus yang tidak dapat bersatu, misalnya antara gugus hidrofil dan hidrofob. Surfaktan bekerja dengan menurunkan suatu bahan yang bersifat liofil sehingga dapat bersatu dengan bahan yang bersifat hidrofil. Perbedaan permukaan antara komponen utama minyak atsiri dengan bahan pengestraksi, misalnya air menyebabkan banyaknya minyak atsiri yang hilang selama proses pemisahan. Oleh karena itu perlu ditambahkan suatu surfaktan sehingga minyak atsiri tersebut terlarut dalam surfaktan, dan pada waktu proses pemisahan terjadi minyak atsiri tetap diperoleh dalam jumlah yang

banyak. Aktifitas kerja surfaktan dengan cara menurunkan tegangan permukaan karena permukaan sifat ganda dari molekul tersebut. Molekul surfaktan memiliki gugus polar yang suka air atau hidrofil dan gugus yang nonpolar yang suka minyak atau liofil (Lehniger 1988). Peran instrumentasi dalam hal ini adalah untuk mengidentifikasi komponen utama minyak atsiri yang diperoleh dari kulit jeruk manis. Salah satu instrument yang digunakan untuk mengidentifikasi komponen minyak atsiri adalah kromatografi gas. Instrumen GC-MS dan IR juga dilakukan untuk mengidentifikasi komponen kimia kulit buah jeruk manis. Permasalahan dalam penelitian ini adalah bahwa aktifitas kerja surfaktan menurunkan tegangan permukaan. Dalam hal ini ingin diketahui sejauh mana perbedaan rendamen yang diperoleh jika menggunakan lemak bersifat surfaktan, lemak yang tidak bersifat surfaktan, lemak yang tidak bersifat surfaktan dan campuran lemak yang bersifat surfaktan (perbandingan 2 : 1), sebagai pelarut untuk memaserisasi minyak atsiri dari kulit buah jeruk manis. Penelitian ini bertujuan mengetahui komponen-komponen kimia minyak atsiri kulit buah jeruk manis. Serta pengaruh perbedaan sifat lemak yang digunakan dalam maserasi terhadap kandungan kimia yang diperoleh. Sekaligus menentukan rendemen minyak atsiri yang diperoleh.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan meliputi: kulit jeruk yang berasal dari Timor, NTT, Lemak Sapi (LARD), Minyak Kelapa, etanol absolut dan aquades. Alat yang digunakan GC-MS Shimadzu QP-5000, Spektrofotometer FT-IR, blender, labu maserasi, corong, kertas saring, penyaring wagner, beaker gelas, gelas ukur, erlenmeyer, corong pisah, statip dan klem, timbangan, botol aquades, oven, rotary evaporator dan pipet tetes.

Prosedur penelitian yang dilakukan adalah 150 g kulit buah jeruk (sampel) yang telah dihaluskan dengan blender dimasukkan kedalam labu maserasi, lalu ditambahkan LARD sampai semua sampel terendam (1 : 2). Perendaman dilakukan selama 5 hari dan diaduk secara kontinu satu kali sehari. Selanjutnya, sampel yang telah direndam dengan LARD, disaring dengan penyaring wagner, dan diperoleh filtrat (lemak yang mengandung minyak atsiri). Filtrat yang diperoleh diekstraksi dengan etanol absolut menggunakan corong

pisah sampai terbentuk lapisan etanol (etanol yang mengandung minyak atsiri) dan lapisan lemak. Lapisan etanol yang terbentuk dipisahkan dan ditampung dalam gelas erlenmeyer, lalu lapisan etanol dirotaevaporasi sehingga alkoholnya terpisah dari minyak atsiri. Minyak atsiri yang diperoleh diukur volumenya, dan diidentifikasi dengan instrumen FT-IR dan GC-MS. Langkah yang sama dilakukan untuk minyak kelapa dan campuran Lard : minyak kelapa (2 : 1).

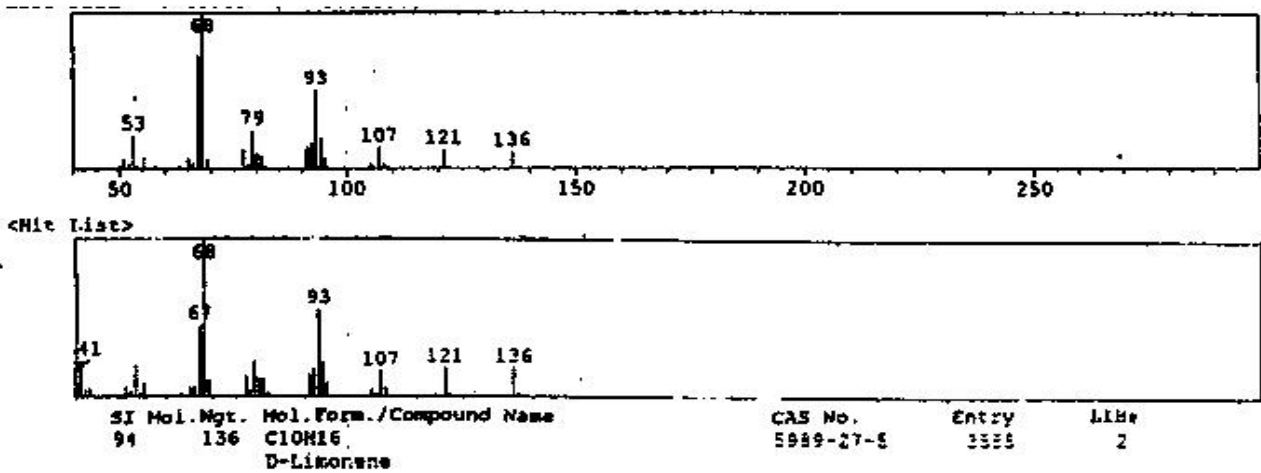
HASIL DAN PEMBAHASAN

Perolehan minyak atsiri dari hasil maserasi dengan LARD dari 150 gram kulit jeruk didapat minyak atsiri dengan volume 5 ml, dari hasil maserasi dengan minyak kelapa dari 150 gram kulit jeruk didapat minyak atsiri dengan volume 2 ml dan dari hasil maserasi dengan campuran LARD dan minyak kelapa (perbandingan 2 : 1) dari 150 gram kulit jeruk diperoleh minyak atsiri dengan volume 4 ml.

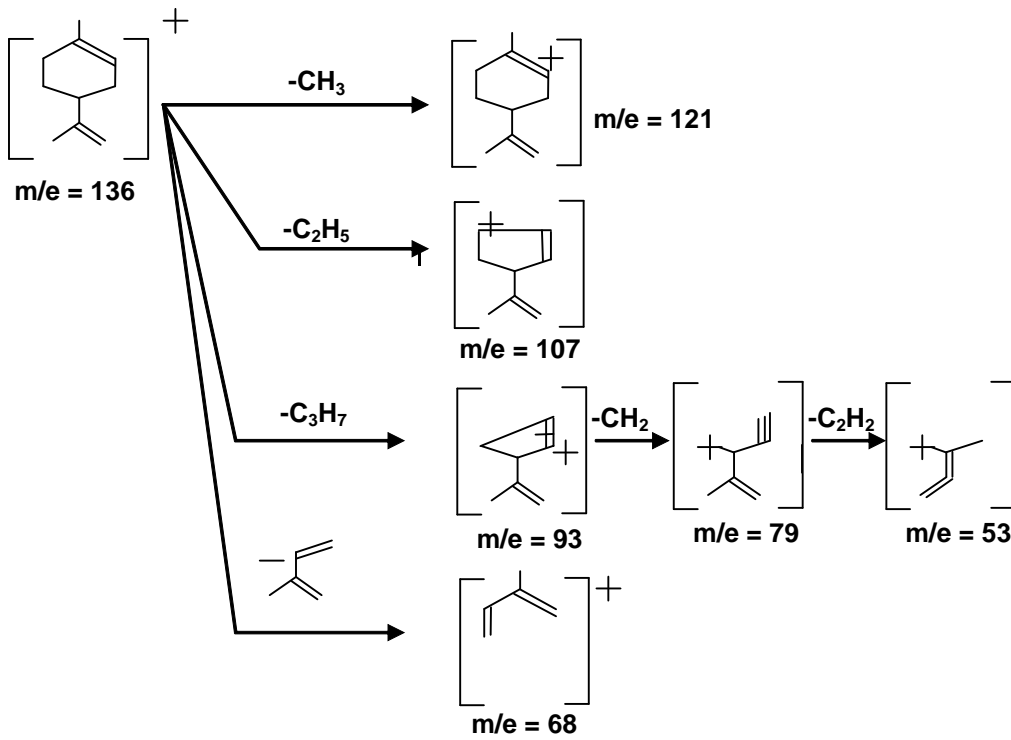
Untuk menentukan komposisi dari minyak atsiri hasil isolasi, maka hasil spektrum massa dari masing-masing *peak unknown* dibandingkan dengan spektrum massa senyawa yang ada pada daftar library yang juga ada pada lampiran, dan juga berdasarkan pada spektrum infra merah serta dengan mengacu kepada literatur yang ada. Data GC-MS menunjukkan adanya 7 buah peak untuk minyak atsiri hasil maserasi dengan LARD, 7 buah peak untuk minyak atsiri hasil maserasi dengan campuran LARD dan minyak kelapa (perbandingan 2 : 1), dan 3 buah peak untuk minyak atsiri hasil maserasi dengan minyak kelapa.

Dari data GC-MS masing - masing diambil 1 buah peak dari 7 buah peak minyak atsiri hasil maserasi dengan LARD, 1 buah peak dari 7 buah peak minyak atsiri hasil maserasi dengan campuran LARD dan minyak kelapa (perbandingan 2 : 1) dan 1 buah peak minyak atsiri hasil dengan minyak kelapa, dan diperoleh hasil sebagai berikut :

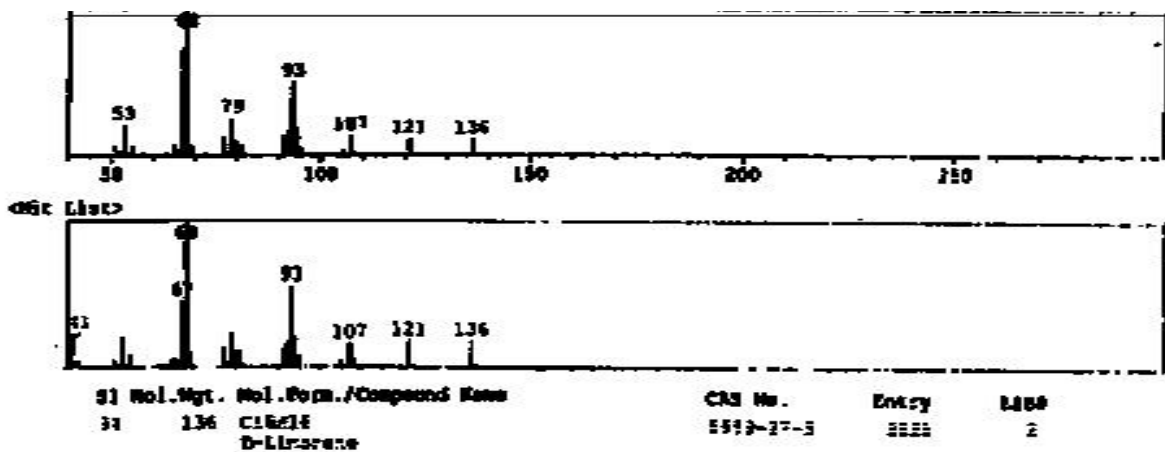
- A. Komponen minyak atsiri dari hasil maserasi dengan LARD adalah $C_{10}H_{16}$ dengan RT (waktu retensi) 9,533 (Gambar 1)
- B. Komponen minyak atsiri dari hasil maserasi dengan minyak kelapa adalah $C_{10}H_{16}$ dengan RT 9,536 (Gambar 2)
- C. Komponen minyak atsiri dari hasil maserasi dengan campuran LARD dan minyak kelapa (perbandingan 2 : 1) adalah $C_{10}H_{16}$ dengan RT 9,519 (Gambar 3) .



Gambar 1. Spektra GC-MS minyak atsiri hasil Maserasi dengan LARD



Gambar 2. Fragmentasi ion molekul D-Limonene



Gambar 3. Spektra GC-MS Minyak Atsiri Hasil Maserasi dengan Minyak Kelapa

Komponen utama minyak atsiri dari hasil maserasi dengan LARD. Komponen utama minyak atsiri dari hasil maserasi dengan lard ditunjukkan pada Gambar 1.

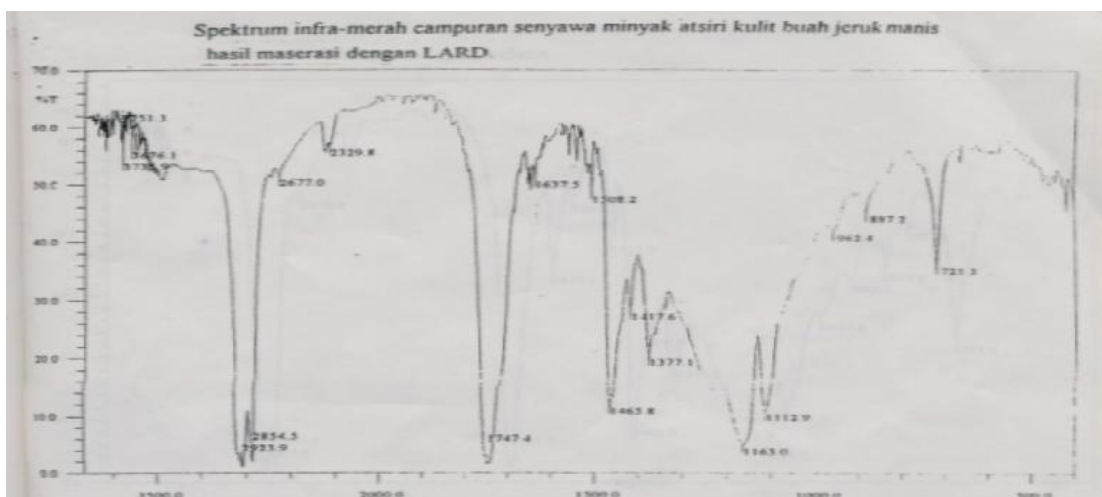
Data spektrum massa menunjukkan ion molekul 136. Dengan membandingkan data spektrum unknown dengan Library yang lebih mendekati, maka kemungkinan senyawa tersebut adalah D-Limonen. Hal ini diperkuat lagi dari data spektrum infra-merah Gambar 4) yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang 163 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan C=C. Kemudian adanya serapan pada bilangan gelombang 1465,8 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan CH_2 bending. Adanya serapan pada bilangan gelombang 2854,5 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan C-H stretching CH_3 , dan serapan pada bilangan gelombang 1377,1 cm^{-1} C-H bending simetrik CH_3 . Merujuk ke data spektrum massa terlihat sebagai berikut: puncak ion molekul adalah m/e 136 menunjukkan BM dari D-Limonen. Kemudian terdapat peak pada m/e = 68 menunjukkan

hilangnya $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}=\text{CH}_2$ dari ion molekul. CH_3 .

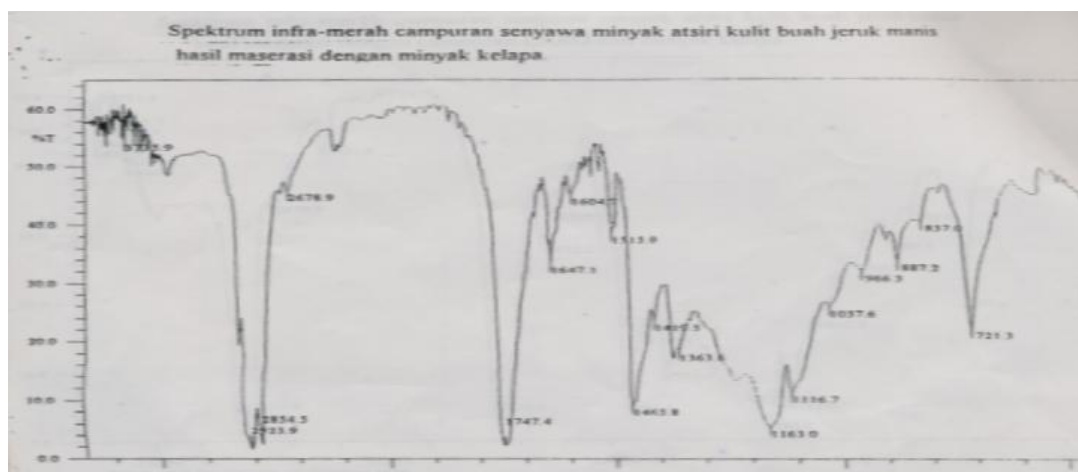
Peak pada m/e = 68 ini menunjukkan peak khas dari D-Limonen yakni terjadinya pemecahan sejenis reaksi homolitik *retro Diels-Alder*. Adapun fragmentasi dari ion molekul D-Limonen hingga menghasilkan puncak-puncak m/e 121, m/e 107, m/e 93, m/e 79, m/e 68 dan m/e 53 (Gambar 2).

Di samping data-data yang telah ada berdasarkan literatur juga menunjukkan bahwa minyak atsiri dari kulit buah jeruk manis mengandung D-Limonen.

Komponen utama minyak atsiri dari hasil maserasi dengan minyak kelapa. Komponen utama minyak atsiri hasil maserasi dengan minyak kelapa ditunjukkan pada Gambar 3. Data spektrum massa menunjukkan ion molekul m/e = 136. Dengan membandingkan data spectrum *unknown* dengan data *library* yang lebih mendekati, maka kemungkinan senyawa tersebut adalah D-Limonen. Hal ini dapat diperkuat dari data spektrum infra-merah (Gambar 5)



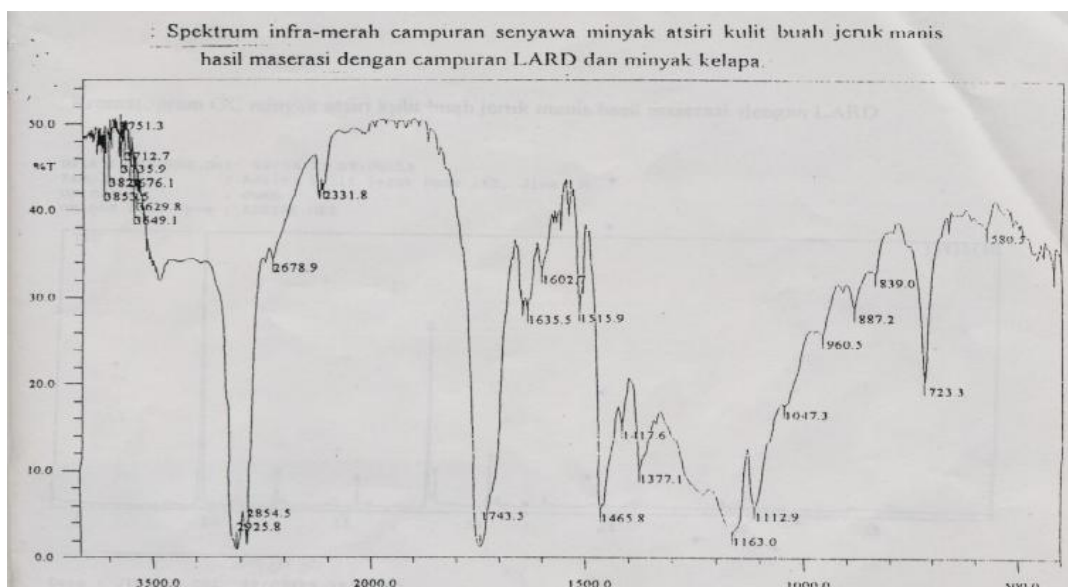
Gambar 4. Spektra IR minyak atsiri kulit jeruk hasil maserasi dengan LARD



Gambar 5. Spektra IR minyak atsiri kulit jeruk hasil maserasi dengan minyak kelapa



Gambar 6. Spektra GC-MS Minyak Atsiri Hasil Maserasi dengan Lard : Minyak Kelapa



Gambar 7. Spektra IR minyak atsiri kulit jeruk hasil maserasi dengan campuran LARD dan minyak kelapa

yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang $1647,1 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan $\text{C}=\text{C}$. Kemudian adanya serapan pada bilangan gelombang $1465,8 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan CH_2 bending. Adanya serapan pada bilangan gelombang $2854,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan $\text{C-H stretching CH}_3$, dan serapan pada bilangan gelombang $1363,6 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan $\text{C-H bending simetris CH}_3$. Merujuk ke data spektrum massa terlihat sebagai berikut: peak ion molekul adalah $m/e = 136$ menunjukkan BM D-Limonen. Kemudian terdapat peak pada $m/e=68$ menunjukkan hilangnya $\text{CH}_2 = \text{CH-CH}=\text{CH}_2$ dari ion molekul.

Peak pada $m/e = 68$ menunjukkan peak khas dari D-Limonen karena terjadinya pemecahan sejenis reaksi homolitik *retro-Diels-Alder* (Gambar 2).

Disamping data-data yang telah ada berdasarkan literatur juga menunjukkan bahwa minyak atsiri dari kulit buah jeruk manis mengandung D-Limonen.

Komponen utama minyak atsiri dari hasil maserasi dengan campuran LARD dengan minyak kelapa. Gambar 6 menunjukkan komponen utama minyak atsiri dari hasil maserasi dengan campuran LARD dengan minyak kelapa (perbandingan 2 : 1)

Data spektrum massa menunjukkan ion molekul 136. Dan membandingkan data spektrum unknown dengan data Library yang lebih mendekati, maka kemungkinan senyawa tersebut adalah D-Limonen.

Dan hal ini diperkuat data spektrum infa-merah (Gambar 7) yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang $1635,5 \text{ cm}^{-1}$ yaitu serapan $\text{C}=\text{C}$. Kemudian adanya serapan pada bilangan gelombang $1645,8 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan C-H bending CH_2 . Adanya serapan pada bilangan gelombang $2854,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan $\text{C-H stretching CH}_3$, dan serapan pada bilangan gelombang $1377,1 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan $\text{C-H bending simetris CH}_3$. Merujuk ke data spektrum massa terlihat sebagai berikut : peak

ion molekul adalah 136, menunjukkan BM D-Limonen. Kemudian terdapat puncak pada $m/e = 68$ menunjukkan hilangnya gugus berikut $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}=\text{CH}_2$



dari molekul. Puncak $m/e = 68$ ini menunjukkan puncak khas dari D-Limonen. Adapun fragmentasi dari ion molekul D-Limonen tersebut dapat dilihat sebagai berikut:

Disamping data-data yang telah ada berdasarkan literatur juga menunjukkan bahwa minyak atsiri dari kulit jeruk manis mengandung D-Limonen.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan, komponen kimia utama minyak atsiri kulit buah jeruk manis hasil maserasi dengan LARD, minyak kelapa dan campuran minyak kelapa–LARD (2 : 1) adalah D-Limonen. Jumlah komponen kimia minyak atsiri yang terisolasi dari hasil maserasi dengan lemak yang bersifat surfaktan lebih banyak daripada jumlah komponen kimia minyak atsiri hasil maserasi dengan lemak yang tidak bersifat surfaktan. Sedangkan jumlah komponen kimia minyak atsiri hasil maserasi dengan campuran lemak bersifat surfaktan dan lemak yang tidak bersifat surfaktan (perbandingan 2 : 1), sama dengan jumlah komponen kimia minyak atsiri hasil maserasi dengan lemak yang bersifat surfaktan. Rendemen minyak atsiri hasil maserasi dengan lemak yang bersifat surfaktan lebih besar dari rendemen minyak atsiri hasil maserasi dengan campuran lemak yang bersifat

surfaktan dan lemak yang tidak bersifat surfaktan (perbandingan 2:1) lebih besar dari rendemen minyak atsiri hasil maserasi dengan lemak yang tidak bersifat surfaktan.

DAFTAR PUSTAKA

- AAK.** 1994. *Budidaya tanaman jeruk*. Yogyakarta: Kanisius.
- Formo, W. M., Butler, J. N., Laitinen, H.A.** 1979. *Bailey,s Industrial Oil and Fat Products*. Wiley and Interscience Publish. Philadelpia.
- Guenther, T.** 1987. *Minyak atsiri*. Terjemahan oleh Ketaren, S. 1990. Jakarta: UI.
- Guenther, T.** 1990. *Minyak atsiri*. Terjemahan oleh Ketaren, S. 1995. Jakarta: UI press.
- Harborne, J.B.** 1987. *Metode Fitokimia*. Terjemahan oleh Padma winata, K., Soediro, I. 1992. Bandung: ITB.
- Jantan, I., Hindchen, J.D., Strobel, H.A.** 1996. Chemical composition of some citrus oils from Malasya. *The Journal of Essential Oil Research* **8**(6): 627-631.
- J.G Thleme.** 1968. Coconut oil processing. *FAO Agricultural Development Paper*. Rome. p. 208-212.
- Ketaren, S.** 1986. *Minyak dan Lemak Pangan*. (edisi ke-1). UI: Jakarta.
- Naf, R., Kertes, A. S., Marcus, Y., Williams, J.P.** 1996. Volatile constituen of blood and blond orange juice. *The Journal of Essential Oil Research* **8**(6) 587-595.
- Pretsch Clerc Seibl Simon.** 1981. *Tables of Spectral Data for Sructure Determination of Organic Compounds*. Translated from the German by Biemann.K. 1985 New York.p. 15-150. M5-M95.
- Purba, R.** 1996. Pembuatan monogliserida dari reaksi esterifikasi klorogliserida dengan asam lemak dari minyak kedelai. *Skripsi Jurusan Kimia*. Medan: USU.
- Robinson, T.** 1979. *Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi*. Terjemahan Padma winata, K. 1990. ITB. Bandung.
- Sitorus. P.** 1997. Komposisi minyak kulit buah *Citrus hystrix* D.C. hasil maserasi dengan pelarut campur Olein dan Lesitin. *Tesis Pasca Sarjana Jurusan Kimia*. Medan: USU
- Sastrohamijojo, H.** 1991. *Kromatografi*. (edisi ke-2). Yogyakarta: Liberty.
- Silverstein, Basset, J., Denney R. C., jeffrey G. H., Mendham J.** 1981. *Spektrometric Identification of Organic Compounds*. New York: John Wiley and Sons.
- Williamson, F.** 1987. *Organic Experiments*. (sixth edition), D.C. Massachusettes Toronto: Heath and Company Lexington.